



PGEB

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA DE BIOSISTEMAS

UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
DE BIOSISTEMAS

Beatriz Cordeiro Alcantara Cunha

COMPOSTAGEM EM LABORATÓRIO DA TORTA DE
PINHÃO MANSO (*Jatropha curcas* L.) COM POTENCIAL
DE DEGRADAR OS ÉSTERES DE FORBOL

NITERÓI – RJ

2015

Beatriz Cordeiro Alcantara Cunha

**COMPOSTAGEM EM LABORATÓRIO DA TORTA DE
PINHÃO MANSO (*Jatropha curcas* L.) COM POTENCIAL
DE DEGRADAR OS ÉSTERES DE FORBOL**

Dissertação de Mestrado
apresentada ao Programa de Pós Graduação
em Engenharia de Biosistemas da
Universidade Federal Fluminense como
parte dos requisitos para a obtenção do título
de Mestre em Engenharia de Biosistemas.

Sob a Orientação da Professora

Kátia Gomes de Lima Araujo

e Co-orientação do Pesquisador

Ricardo Trippia dos Guimarães Peixoto

NITERÓI – RJ

2015

C972 Cunha, Beatriz Cordeiro Alcantara

Compostagem em laboratório da torta de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) com potencial de degradar os ésteres de forbol / Beatriz Cordeiro Alcantara Cunha. – Niterói, RJ : [s.n.], 2015.

112 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Biosistemas) – Universidade Federal Fluminense, 2015.

Orientadores: Kátia Gomes de Lima Araujo, Ricardo Trippia dos Guimarães Peixoto.

1. Compostagem. 2. *Jatropha curcas*. 3. Biorreator. I. Título.

CDD 631.8

**COMPOSTAGEM EM LABORATÓRIO DA TORTA DE PINHÃO
MANSO (*Jatropha curcas* L.) COM POTENCIAL DE DEGRADAR
OS ÉSTERES DE FORBOL**

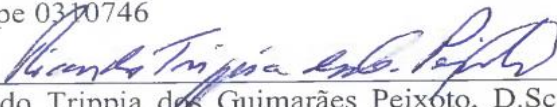
Dissertação de Mestrado apresentada
ao Programa de Pós Graduação em
Engenharia de Biosistemas da Universidade
Federal Fluminense como parte dos
requisitos para a obtenção do título de Mestre
em Engenharia de Biosistemas.

Aprovada em 30 de outubro, 2015.

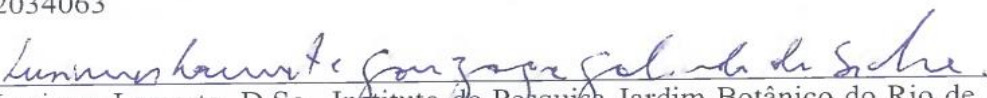
BANCA EXAMINADORA

Banca Examinadora:


Prof.^a Kátia Gomes de Lima Araujo, D.Sc., Universidade Federal Fluminense – Orientador
– Siape 0340746


Ricardo Trippia dos Guimarães Peixoto, D.Sc., Embrapa Solos – Coorientador – Siape
13398018


Prof. Marcos Alexandre Teixeira, D.Sc., Universidade Federal Fluminense – Siape
2034063


Lusimar Lamarte, D.Sc., Instituto de Pesquisa Jardim Botânico do Rio de Janeiro – Siape
1358837

NITERÓI – RJ

2015

DEDICATÓRIA

*Dedico esta dissertação a todas as pessoas
que me fizeram chegar até aqui com tanto
êxito, em especial à minha mãe, pelo
exemplo e carinho, ao meu pai pelo apoio e
amor, ao meu irmão Bruno, meu apoio
emocional nas horas certas. Aos meus avós
paternos Maria Alice e Bismark e avó
materna Eunice, que Deus a tenha.*

AGRADECIMENTOS

A Deus por permitir que tudo isso acontecesse da forma como aconteceu.

À minha mãe Eliane, meu pai Luiz Alberto e meu irmão Bruno, pelas palavras amigas e ajudas em todos os momentos, por toda paciência e cuidado na minha educação. Por todo amor e compreensão incondicionais.

Aos meus tios e tias, em especial minha madrinha Valéria, meu padrinho Carlos Pedro e minha tia “Mirinha”, pelo incentivo e admiração pela profissão escolhida por mim, o meu mais sincero agradecimento.

Aos amigos de sempre, Mauro, Evelyn, Renata, Gabriela, Érika, Déborah e Bruno pela amizade sincera e presente.

Ao meu co-orientador, Dr. Ricardo Trippia dos Guimarães Peixoto e orientadora Dr Kátia Lima de Araújo pela oportunidade de trabalhar e aprender mais um pouco.

Ao M. Sc. Caio de Teves Inácio, pesquisador da Embrapa Solos, pelo treinamento e disponibilização para utilização de biorreatores de bancada para o desenvolvimento do meu trabalho de mestrado em laboratório na Embrapa Solos.

À Rojane Chapeta Peixoto Santos, Supervisora do Setor de Laboratórios de Análises de Solo, Água e Plantas (LASP) da Embrapa Solos, e demais assistentes e técnicos do LASP, pelo apoio para realização das análises no LASP.

À M. Sc. Heloisa Mattana Saturnino, técnica de nível superior da Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais, pela disponibilização de 30 kg de semente de pinhão manso (*Jatropha curcas L.*).

Ao Dr. Lusimar Lamarte Gonzaga Galindo da Silva, responsável pelo Sistema de Gestão de Resíduos Vegetais na área verde do Instituto de Pesquisas Jardim Botânico do Rio de Janeiro, pela disponibilização de composto.

À Dra. Simone Mendonça e Dr Bruno Galvêas Laviola, ambos pesquisadores da Embrapa Agroenergia, e Dr Guilherme Kangussú Donagemma, pesquisador da Embrapa Solos, pela disponibilização de informações sobre pinhão manso e situação de produtores no Brasil.

Ao Jockey Club do Rio de Janeiro pela disponibilização de esterco dos cavalos.

À Dra. Lourdes Maria Corrêa Cabral, Chefe Geral da Embrapa Agroindústria de Alimentos, e ao pesquisador Dr. Ronel Luiz de Oliveira Godoy pela disponibilização do laboratório e ao analista Sidney Pacheco, por todo apoio para realização das análises de ésteres de forbol por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), pela paciência e disposição, devotada ao meu projeto.

Ao Celso, analista do Laboratório de Termodinâmica da UFF, pelo auxílio na primeira e importante etapa do projeto.

À Dra. Janaina Ribeiro Costa Rouws, pesquisadora da Embrapa Agrobiologia, pela consulta e apoio às análises estatísticas e pelo Dr Etelvino Henrique Novotny, pesquisador da Embrapa Solos pela disposição e auxílio na compreensão da análise estatística complementar.

À Universidade Federal Fluminense e Embrapa Solos pela estrutura e conhecimento científico que me permitiram trabalhar de forma plena.

À Fundação Carlos Chagas de Apoio à Pesquisa no Estado do Rio de Janeiro – FAPERJ pelo fomento financeiro mais que crucial nesta etapa.

RESUMO

CUNHA, Beatriz Cordeiro Alcantara. **Compostagem em laboratório da torta de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) com potencial de degradar os ésteres de forbol**, 2015. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Engenharia de Biosistemas). Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, 2015.

Destoxificar a torta de pinhão manso tem sido um grande desafio e poucos estudos avaliaram o processo de compostagem em biorreatores de bancada, comparando as propriedades bioquímicas antes e depois. Os objetivos desse estudo foram avaliar o processo de compostagem da torta de pinhão manso com outros resíduos orgânicos em biorreatores de bancada visando diminuir os ésteres de forbol. Para o experimento, foram definidos três tratamentos, os quais envolviam a torta da semente de pinhão manso (TPM), a mesma com esterco de cavalos (TPM+EC) e com composto de resíduos vegetais (TPM+CV). A compostagem durou 360 horas e os tratamentos foram repetidos três vezes num esquema experimental em blocos casualizados, sendo aplicadas técnicas de estatística multivariada. Todos os tratamentos atingiram temperaturas (T) acima de 45 °C, corroborando fase termofílica, em até 48 horas, sendo que TPM+EC atingiu primeiro essa fase, em 8 h, a qual teve maior duração (total de 300 h), seguida por TPM (128 h) e TPM+CV (108 h). O sistema manteve-se predominantemente aeróbio, com concentrações médias do gás O₂, acima de 10 %. As correlações entre T e os gases indicaram que quanto maior a temperatura maior a emissão de CO₂, e menor de O₂, ou seja, mais O₂ estava sendo consumido com o aumento da atividade microbiana. De modo geral, todos os tratamentos se mantiveram com teor de umidade dentro da faixa apropriada, entretanto o TPM iniciou com a menor umidade (41,2 %) e durante as primeiras 48 horas manteve umidades mais baixas, 12,4 % menor que TPM+EC e 7,4 % de TPM+CV, e a partir de 144 h, TPM e TPM+CV tinham 53 % de umidade, e TPM+EC 71 %. Praticamente não houve variação nos tratamentos do teor de N com o tempo de compostagem, mas TPM apresentou maior quantidade de N (2,5 % em média), seguido do TPM+EC com 1,9 % N e TPM+CV com 1,6 % de N. O teor de C teve um comportamento similar ao do N, praticamente sem muita variação dos tratamentos com o tempo de compostagem, sendo que TPM e TPM+EC foram semelhantes, respectivamente com valores próximos de 47,7 % e 45,5 % de C, e TPM+CV com a menor quantidade de C, variando em torno de 30,7 % em média. Os valores finais de pH (entre 8,4 e 8,7) se encontraram dentro da faixa alcalina normal para compostos orgânicos e as relações C/N pouco variaram (TPM+CV com

17,9, TPM com 18,2 e TPM+EC com 21,8), não permitindo avaliar o grau de maturação dos resíduos. Em geral a composição dos outros nutrientes foi bem semelhante entre tratamentos, em média com 0,43 % de P, 0,56 % de Ca e 0,37 % de P, embora com alguma diferença no K indicando TPM (1,9 %) $\geq$ TPM+EC (1,5 %) > TPM+CV (1,2 %). As concentrações médias máximas de equivalentes de ésteres de forbol encontradas no início da compostagem variaram de 0,27 mg g⁻¹ (TPM+CV) a 0,49 mg g⁻¹ (TPM e TPM+EC). Em 48 h TPM+EC reduziu em 59 % o teor de EF, e zerou em 360 h, quando TPM diminuiu para 0,11 mg g⁻¹ e TPM+CV para 0,05 mg g⁻¹ de EF. Os dados de temperatura e de respirometria indicaram que a estabilização da compostagem ocorreu quando T < 30 °C, CO₂ < 1 % e O₂ < 20 %, sendo que TPM em 328 h estava com 0,8 % CO₂ e 18,4 % O₂, TPM+CV em 294 h, estava com 0,8 % CO₂ e 18,1 % O₂, condição não atingida por TPM+EC. Estudos futuros sobre a compostagem da torta de pinhão manso devem considerar também a influência da atividade biológica na degradação dos compostos tóxicos, a ecologia microbiana envolvida nesse processo e posteriores técnicas genéticas de conhecimento das espécies ou gêneros envolvidos.

Palavras chave: biorreator de bancada; composto de resíduos vegetais; destoxificação; esterco de cavalo.

ABSTRACT

CUNHA, Beatriz Cordeiro Alcantara. **Bench-scale composting of deoiled *Jatropha curcas* L. seed cake with potential to degrade the phorbol esters**, 2015. Dissertation (Academic Master in Biosystems Engineering). Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, 2015.

Detoxify the *Jatropha* seed cake has been a great challenge and few studies have assessed the composting process in bench-scale bioreactors by comparing the biochemical properties before and after. The objectives of this study were to evaluate the composting process of the deoiled *Jatropha curcas* seed cake with other organic residues in laboratory-scale bioreactors to decrease the phorbol esters. The experiment was comprised of three treatments: *Jatropha* seed cake (TPM), the same with horses manure (TPM+EC) and with vegetable residues compost (TPM+CV). The composting lasted 360 hours and the treatments were repeated three times in a randomized block experimental scheme, and applied multivariate statistic techniques. All treatments reached temperature (T) above 45 °C, confirming thermophilic phase, within 48 hours, and TPM+EC first reached this stage in 8 h, which had a longer duration (total of 300 h), followed by TPM (128 h) and TPM+CV (108 h). In general, the system remained predominately aerobic, with an average O₂ gas concentration above 10 %. The correlations between T and the gases indicated that the higher the temperature, higher the CO₂ emission, and lower the O₂ content in the bioreactor, indicating that more O₂ was being consumed with increasing microbial activity in the three treatments. In general, all treatments were maintained with a moisture content within a normal range, however TPM initiated with lower moisture (41.2 %) and during the first 48 hours remained with a lower moisture content, of about 12.4 % less than TPM+EC and 7.4 % less than TPM+CV, and from 144 h, TPM and TPM+CV had about 53 % moisture, and TPM+EC about 71 %. There was virtually no variation in the treatments of the N content over the composting time, but TPM showed the highest N content (about 2.5 % on average), followed by TPM+EC with 1.9 % N and TPM+CV with 1.6 % of N. The C content had a similar behavior of N, practically without much variation of the treatments over the composting time, and TPM and TPM+EC were similar respectively to values close to 47.7 % and 45.5 % of C, and TPM+CV with the lowest amount of C, ranging around 30.7 % on average. The final pH values (between 8.4 and 8.7) were within the normal alkaline range for organic composts and the C/N ratio changed little (CV+TPM

with 17.9, TPM with 18.2 and TPM+EC with 21.8), therefore not allowing to assess the composting maturation degree. In general the composition of other nutrients was very similar between treatments on average with 0.43 % P, 0.56 % Ca and 0.37% Mg, although with some difference in K indicating TPM (1.9 %) $\geq$ TPM+EC (1.5 %) > TPM+VC (1.2 %). The average peak concentrations equivalent to phorbol esters found at the beginning of the composting ranged from 0.27 mg g⁻¹ (TPM+CV) to 0.49 mg g⁻¹ (TPM and TPM+EC). In 48 h the TPM+EC reduced by 59 % the EF content, and zeroed in 360 h, when TPM decreased to 0.11 mg g⁻¹ and TPM+CV to 0.05 mg g⁻¹ EF. The temperature and respirometry data showed that the stabilization of the compost occurred when T < 30 °C, CO₂ < 1 % and O₂ < 20 %, and TPM at 328 h was with 0.8 % CO₂ and with 18.4 % O₂, TPM+CV at 294 h, was with 0.8 % CO₂ and with 18.1 % O₂, condition not met by TPM+EC. Future studies on the composting of *Jatropha curcas* seed cake should also consider the influence of biological activity in the degradation of toxic compounds, microbial ecology involved in this process and subsequent genetic techniques knowledge of the species or genres involved.

Keywords: benchtop bioreactor; composed of plant debris; detoxification; horse manure.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Plantação de pinhão manso (Foto: Bruno Galveas Laviola. Disponível em: https://www.embrapa.br/bme_imagens/m/46480200m.jpg . Acesso em 03/08/2015).	22
Figura 2. Aspectos da planta do pinhão manso, inflorescência e frutos (Foto: Bruno Galveas Laviola, LAVIOLA et al., 2010a).	22
Figura 3. Imagens de <i>Jatropha curcas</i> . A - Planta Jovem de <i>Jatropha curcas</i> com ambas as flores e vagens em desenvolvimento de sementes. B - Inflorescência contendo tanto estame em flores masculinas (M) quanto pistilo em flores femininas (F). C - Corte transversal de uma vagem contendo três sementes em desenvolvimento. D - Sementes maduras pinhão manso (Fonte: KING et al., 2009).	23
Figura 4. Composição do fruto de <i>Jatropha curcas</i> (adaptado de ABREU, 2008).	24
Figura 5. Respostas inflamatórias induzidas pelo éster de forbol em uma variedade de organismos vivos (Fonte: GOEL et al., 2007).	25
Figura 6. Formação dos ésteres de forbol (Fonte: EVANS, 1986).	26
Figura 7. Diferentes estruturas químicas dos ésteres de forbol chamadas DHPB (Fonte: HAAS et al., 2002).	27
Figura 8. Processo de compostagem (Fonte: modificado de EPSTEIN, 1997).	29
Figura 9. Gráfico da variação típica de temperatura em processos de compostagem. A ₅₅ : área do gráfico de temperatura acima de 55 ° C. A ₄₀ : área do gráfico de temperatura acima de 40 ° C (Fonte: MASON e MILKE, 2005b).	30
Figura 10. Esquema experimental da compostagem em blocos casualizados organizados com biorreatores de bancada (1, 2 e 3), compreendendo três tratamentos (TPM – Torta de semente de pinhão manso; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais). (Fonte: Elaboração própria).	37
Figura 11. Sementes doadas pela EPAMIG (Foto: Beatriz Cordeiro).	38
Figura 12. Prensa mecânica – UFF (Foto: Beatriz Cordeiro).	39
Figura 13. Sementes de pinhão manso sendo colocadas na prensa (Foto: Beatriz Cordeiro).	39
Figura 14. Óleo de pinhão manso saindo da prensa (Foto: Beatriz Cordeiro).	40
Figura 15. Torta produzida com as sementes esmagadas pela prensa (Foto: Beatriz Cordeiro).	40
Figura 16. Biorreatores compondo o bloco (Foto: Beatriz Cordeiro).	42
Figura 17. Esquema ilustrativo do biorreator com todos os sensores de temperatura e gás acoplado ao computador por uma interface (Fonte: Elaboração de Caio de Teves Inácio). ..	42
Figura 18. Tratamento torta de pinhão manso (TPM) (Foto: Beatriz Cordeiro).	45

Figura 19. Tratamento torta de pinhão manso + esterco de cavalo (TPM + EC) (Foto: Beatriz Cordeiro).	45
Figura 20. Tratamento torta de pinhão manso + composto de resíduo vegetal (TPM + CV) (Foto: Beatriz Cordeiro).	45
Figura 21. Biorreator 1 com o Tratamento torta de pinhão manso (TPM) sendo pesado (Foto: Beatriz Cordeiro).	46
Figura 22. Biorreator 2 com Tratamento Torta de pinhão manso + esterco de cavalo (TPM + EC) (Foto: Beatriz Cordeiro).	46
Figura 23. Biorreator 3 com Tratamento torta de pinhão manso + composto de resíduo vegetal (TPM + CV) sendo pesado (Foto: Beatriz Cordeiro).	47
Figura 24. Ferramentas prontas para coleta nos biorreatores (Foto: Beatriz Cordeiro). 48	
Figura 25. Gráfico biplot dos carregamentos e escores fatoriais das variáveis originais, após a rotação Varimax, obtidas da caracterização dos resíduos orgânicos (C, N, C/N, pH, Umidade, e equivalentes de ésteres de forbol) e dos parâmetros avaliados nos biorreatores (Temperatura, CO ₂ e O ₂). As barras horizontais e verticais são os desvios padrões dos três blocos avaliados para os fatores: compostagem e resíduos orgânicos, respectivamente. O círculo de raio unitário indica a comunalidade máxima ($R^2 = 1$). Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	55
Figura 26. Fator compostagem em função da interação Tratamento vs. Tempo. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Os parâmetros dos diferentes tratamentos seguidos pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	58
Figura 27. Teor de umidade (% , em g/100g) nos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos - TPM: Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC: Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV: Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	59
Figura 28. Fator resíduo orgânico em função dos tratamentos. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Médias seguidas pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste de Tukey. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	61
Figura 29. Concentração de Nitrogênio Total (% , em g/100g) nos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	62
Figura 30. Concentração de Carbono total (% , em g/100g) nos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	63

Figura 31. Fator relação C/N em função dos tratamentos. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Médias seguidas pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste de Tukey.....	65
Figura 32. Fator relação C/N em função do tempo. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Médias seguidas pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste de Tukey.	66
Figura 33. Variação da relação C/N dos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	67
Figura 34. Variação do pH dos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.....	68
Figura 35. Cromatograma da extração de ésteres de forbol da torta de Pinhão manso (antes da compostagem).	70
Figura 36. Cromatograma de 100 µl Phorbol 12-miristato 13-acetato em 1,5 mL de DMSO utilizado como padrão para quantificação dos equivalentes de ésteres de forbol.	72
Figura 37. Curva de calibração do padrão de HPLC, Phorbol 12- miristato 13-acetato (PMA).	73
Figura 38. Teor de equivalentes de ésteres de forbol em função da interação Tratamento vs. Tempo de compostagem. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Os parâmetros dos diferentes tratamentos seguidos pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.....	75
Figura 39. Cromatograma de identificação de equivalentes de ésteres de forbol referente ao tratamento torta de pinhão manso (TPM) no tempo de compostagem de 360 horas.	76
Figura 40. Cromatograma de identificação dos equivalentes de ésteres de forbol referente ao tratamento torta de pinhão manso com esterco de cavalo (TPM+EC) no tempo de compostagem de 360 horas.	77
Figura 41. Cromatograma de identificação dos equivalentes de ésteres de forbol referente ao tratamento torta de pinhão manso com esterco de cavalo (TPM+CV) no tempo de compostagem de 360 horas s.	77
Figura 42. Degradação de equivalentes de ésteres de forbol nos tratamentos e nos diferentes tempos de compostagem em biodigestores de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.	79
Figura 43. Variação da Temperatura (°C) dos tratamentos durante o tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM + EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM + CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.....	82

Figura 44. Temperatura acumulada por hora ($^{\circ}\text{C}/\text{h}$), por período de compostagem (0 a 48 h, 50 a 144 h e 146 a 360 h), nos tratamentos durante a compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM + EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM + CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.....83

Figura 45. Variação do Gás Carbônico emitido (CO_2) dos tratamentos durante o tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.84

Figura 46. Gás carbônico emitido acumulado por hora (CO_2/h), por período de compostagem (0 a 48 h, 50 a 144 h e 146 a 360 h), nos tratamentos durante a compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.....85

Figura 47. Variação do teor de oxigênio (O_2) dos tratamentos durante o tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.85

Figura 48. Teor de oxigênio acumulado por hora (O_2/h), por período de compostagem (0 a 48 h, 50 a 144 h e 146 a 360 h), nos tratamentos durante a compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.86

Figura 49. Correlação entre o teor de O_2 (%) e a emissão de CO_2 (%) do tratamento TPM – Torta de pinhão manso, ao longo do processo de compostagem em biorreatores de bancada.....87

Figura 50. Correlação entre o teor de O_2 (%) e a temperatura ($^{\circ}\text{C}$) do tratamento TPM- Torta de pinhão manso na fase inicial do processo, entre 0 e 48 horas, de compostagem em biorreatores de bancada.....88

Figura 51. Correlação do teor de O_2 (%) e a temperatura ($^{\circ}\text{C}$) do tratamento TPM + EC – Torta misturada com esterco de cavalos entre os tempos 0 e 48 horas, de compostagem em biorreatores de bancada.....88

Figura 52. Correlação entre o teor de O_2 (%) e a temperatura ($^{\circ}\text{C}$) do tratamento TPM + CV – Torta de pinhão manso misturada com composto de resíduos vegetais entre os tempos 0 e 48 horas de compostagem em biorreatores de bancada.89

Figura 53. Correlação do teor de O_2 (%) e emissão de CO_2 (%) do tratamento TPM – Torta de pinhão manso nas temperaturas de 30 e 37 $^{\circ}\text{C}$91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Informações comparativas entre métodos de compostagem (Extraído de: INÁCIO e MILLER, 2009).	33
Tabela 2. Ajuste da composição do tratamento Torta de pinhão manso com torta de pinhão manso.	43
Tabela 3. Ajuste da composição do tratamento Torta de pinhão manso com esterco de cavalo.	44
Tabela 4. Ajuste da composição do tratamento torta de pinhão manso com composto de resíduo vegetal.	44
Tabela 5. Gradiente de concentração dos eluentes da coluna cromatográfica.	52
Tabela 6. Composição química dos resíduos de torta de <i>Jatropha curcas</i> , esterco de cavalos e composto de resíduo vegetal.	53
Tabela 7. Coeficientes de correlação de Pearson das variáveis originais com cada fator (Carregamentos dos Fatores com Varimax normalizada) da Análise de Componentes Principais.	54
Tabela 8. Análise de variância com medidas repetidas para o fator compostagem.	57
Tabela 9. Composição dos resíduos orgânicos em função dos tratamentos e tempos de compostagem em biorreatores de bancada.	59
Tabela 10. Análise da variância com medidas repetidas para o Fator resíduo orgânico.	61
Tabela 11. Análise da variância com medidas repetidas para o Fator relação C/N.	64
Tabela 12. Teores de Potássio (K), Fósforo (P), Calcio (Ca) e Magnésio (Mg) dos resíduos orgânicos (% g/100g) dos tratamentos no início (0 h) e no final (360 h) da compostagem em biorreatores de bancada.	69
Tabela 13. Detalhamento do cromatograma da torta de pinhão manso (TPM).	71
Tabela 14. Dados dos pontos usados para construção da curva de calibração.	73
Tabela 15. Concentração de equivalentes de ésteres de forbol em função dos tratamentos e do tempo de compostagem em biorreator de bancada.	73
Tabela 16. Média da caracterização do processo de compostagem em laboratório em função dos tratamentos e tempos de amostragem.	81
Tabela 17. Resumo das correlações entre as concentrações de gases e temperatura do processo de compostagem em bancada, das equações de regressão e dos coeficientes de determinação (R^2).	90

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DAG	Diacilglicerol
DHPB	Deoxy-hydroxyphobol
DMSO	Dimetil Sulfóxido
EPAMIG	Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais
NDIR	Non-dispersive infra-red
PMA	Éster de forbol miristato acetato
SST	Sensing Switches Technology
LC	Liquide Chromatography
EF	Ésteres de forbol

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO

2. OBJETIVO

- 2.1 Objetivo principal
- 2.2 Objetivos específicos

3. REVISÃO DE LITERATURA

- 3.1 Pinhão Manso (*Jatropha curcas*)
- 3.2 Ésteres de forbol
- 3.3 Definição dos ésteres de forbol
- 3.4 Biorremediação/destoxificação
- 3.5 Compostagem
- 3.6 Compostagem em laboratório
- 3.6.1 Aplicações do método “respirométrico” na avaliação do processo de compostagem

4. MATERIAL E MÉTODOS

- 4.1 Delineamento experimental
- 4.2 Obtenção de Resíduos (ou Materiais) Orgânicos
- 4.2.1 Processamento da torta de pinhão manso (*Jatropha curcas*)
- 4.3 Caracterização do processo de compostagem em laboratório
- 4.3.1 Biorreator
- 4.3.1.1 Sistema de compostagem em escala de bancada
- 4.3.2 Tratamentos
- 4.3.2.1 Tratamento Torta de Pinhão Manso (TPM)
- 4.3.2.2 Tratamento Torta de Pinhão Manso + Esterco de Cavalo (TPM + EC)
- 4.3.2.3 Tratamento Torta de Pinhão Manso + Composto de Resíduo Vegetal (TPM + CV)
- 4.3.3 Coletas no biorreator
- 4.4 Processamento, análise e caracterização da qualidade do material orgânico compostado
- 4.4.1 Determinação da umidade a 65 °C
- 4.4.2 Determinação de nitrogênio total
- 4.4.3 Determinação de potássio
- 4.4.4 Determinação de fósforo, cálcio e magnésio
- 4.4.5 Determinação do pH em água
- 4.4.6 Determinação de carbono total
- 4.4.7 Determinação do conteúdo de ésteres de forbol
- 4.4.7.1 Curva de calibração

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

- 5.1 Caracterização do processo de compostagem em laboratório

6. CONCLUSÃO

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. INTRODUÇÃO

Segundo Parawira et al. (2010), a produção de biodiesel a partir de óleos vegetais têm se tornado uma alternativa mais atraente do que o diesel fóssil, por conta de seus benefícios ambientais e por que é feito a partir de recursos renováveis. Apesar dos avanços na área de energia sustentável, o processamento de matérias-primas de interesse energético e as tecnologias de aproveitamento de coprodutos e resíduos ainda apresentam grandes desafios técnicos.

As sementes de pinhão manso têm sido utilizadas na fabricação de biocombustível, mas devido à grande quantidade de resíduos sólidos (torta) (cerca de 1,5 kg de torta por litro de óleo produzido) que são gerados com a extração do óleo, o potencial para uso como fertilizantes é interessante.

De acordo com Sato et al. (2009) e Parawira et al. (2010), o pinhão manso é uma das culturas agrícolas com grande potencial de fornecer óleo para a produção de biocombustível, já que a espécie tem boas características agronômicas, suas sementes contêm grande quantidade de óleo e suas propriedades combustíveis são comparáveis às do diesel fóssil. Entretanto ainda há um grande número de incertezas em todos seus aspectos produtivos, por exemplo, econômicos, sociais, ambientais, políticos e energéticos, e de melhorias nas tecnologias para converter óleos vegetais em biodiesel e nas propriedades combustíveis do biodiesel de *Jatropha*, enfim, sua sustentabilidade ainda não foi comprovada, nem no Brasil e nem fora dele.

Entre os fatores antinutricionais presentes, os ésteres de forbol (12- miristato 13- acetato) têm sido identificados como as principal substâncias tóxicas encontradas na semente do pinhão manso (MAKKAR e BECKER, 1999) e posteriormente na torta.

A presença destes compostos tem impedido o uso da torta como complemento na dieta de alimentação de animais, e tem motivado pesquisas de opções tecnológicas que possam eliminar a presença de compostos tóxicos, antinutricionais e alergênicos, seja através de melhoramento genético dessa espécie (LAVIOLA et al., 2010; VISCHI et al., 2013; YI et al., 2014; MAGHULY et al., 2015), ou através de outros procedimentos que buscam destoxificar a torta de pinhão manso (LUZ, et al., 2013; BERENCHTEIN et al., 2014; NUNES et al., 2014; NAKAO et al., 2015).

Srinophakun et al. (2012), avaliaram o potencial da utilização da torta de pinhão manso como fonte de nutrientes orgânicos de algumas hortaliças e concluíram que a torta tem potencial para ser utilizada como um fertilizante orgânico. A análise química para os ésteres de forbol não encontrou nenhum resíduo destes compostos no solo nem

em folhas de couve chinesa, tomate, e tubérculos de batata doce, por exemplo, explicitando a segurança da aplicação do pinhão manso como fertilizante. Utilizar o pinhão manso tanto como fertilizante natural, como na alimentação animal, pode ser uma opção para tentar viabilizar economicamente a sua produção.

De acordo com a FAO (2012), há uma necessidade urgente de aumentar a produção animal para atender à crescente demanda por proteína animal impulsionada pelo aumento da população humana e das economias crescentes de países em desenvolvimento. Entre os ingredientes vegetais, a torta de soja é atualmente a mais comumente usada na alimentação animal, porque seu fornecimento é confiável e possui alto teor de proteína com concentração elevada de aminoácidos essenciais.

A população mundial está se tornando cada vez mais consciente da escassez de alimentos se aproximando, e, portanto, merece mais atenção a possibilidade de criação de animais com alimentos não convencionais, que sejam mais facilmente encontrados e disponíveis nos trópicos e subtropicais (BELEWU et al., 2009). Isso tem motivado nutricionistas a encontrar fontes alternativas de proteína para os animais e a torta do pinhão manso é uma opção promissora. Uma pesquisa recente com espécies de peixes mostrou que a torta destoxificada pode ser uma excelente fonte de proteína na dieta para animais, especialmente em situações em que a farinha de peixe e ingredientes de alimentos convencionais ricos em proteínas é escassa e cara (MAKKAR & BECKER, 2009a; KUMAR, MAKKAR & BECKER, 2011a, b). As concentrações de nutrientes e energia da torta de pinhão são comparáveis à soja, com um teor mais elevado de aminoácidos essenciais (exceto lisina).

Os ésteres de forbol que ocorrem naturalmente são instáveis e sensíveis à oxidação, hidrólise, transesterificação e epimerização durante procedimentos de isolamento (HAAS et al., 2002). O método mais simples e menos custoso dessa forma é o processo de degradação bioquímica que ocorre durante o processo de compostagem aeróbia.

Segundo Pereira Neto (1996), a compostagem, além de ser um processo de reciclagem, é antes de tudo, um processo sanitariamente seguro de tratamento de resíduos sólidos orgânicos. Por isso, é indispensável ampliar a disponibilidade de informações científicas e tecnológicas sobre o processo de compostagem de resíduos sólidos.

A compostagem é um processo bio-oxidativo que envolve a mineralização da matéria orgânica levando a um produto final estabilizado livre de fitotoxicidade e agentes patogênicos. Em outras palavras, ela representa uma estratégia de tratamento de

resíduos orgânicos que é inteiramente compatível com a agricultura sustentável (ALBRECHT et al., 2011a, b).

Se na compostagem a transformação dos resíduos orgânicos ocorre pela ação de uma diversidade de microrganismos que podem variar com o tipo de resíduo, e ao longo do processo, então alguns resíduos como a torta de pinhão manso podem induzir a ação de organismos mais específicos, capazes de transformar os ésteres de forbol, presentes nela e / ou numa mistura mais diversificada de outros resíduos.

Dessa forma, determinar se o processo de compostagem em laboratório da torta de pinhão manso misturada com outros tipos de resíduos orgânicos pode ser utilizado como indicador da presença de microrganismos com capacidade de degradação dos compostos químicos, ésteres de forbol, servirá também como indicador do potencial de destoxificação da torta de pinhão manso através desse processo.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo principal

Caracterizar e monitorar o processo, a eficiência e os resultados da compostagem da torta de pinhão manso em biorreatores de bancada.

2.2 Objetivos específicos

Avaliar o processo de compostagem da torta de pinhão manso e outros resíduos orgânicos em biorreatores de bancada;

Avaliar o potencial da compostagem na diminuição do teor de ésteres de forbol da torta de pinhão manso.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Pinhão Manso (*Jatropha curcas*)

O pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) é uma planta oleaginosa que pertence à família das Euforbiáceas, que compreende aproximadamente 320 gêneros e cerca de 8000 espécies. O gênero em questão possui cerca de 170 espécies de plantas herbáceas e

arbustivas, das quais várias apresentam valor medicinal, ornamental e econômico (HELLER, 1996; NUNES, 2007).

A origem do pinhão manso ainda é controvertida, embora tenha uma distribuição natural cobrindo a América Tropical, desde o México ao Brasil, incluindo as Ilhas do Caribe (SATURNINO et al., 2005). Esta planta de multipropósito foi introduzida nas ilhas de Cabo Verde e Guiné no continente africano por navegadores portugueses no final do século XVIII, onde posteriormente foi disseminada no mesmo continente e na Ásia (NUNES, 2007).

Embora seja uma planta conhecida e cultivada no continente americano, desde a época pré-colombiana, e esteja disseminada em todas as regiões tropicais e até em algumas áreas temperadas, a *Jatropha curcas* L. ainda se encontra em processo de domesticação e somente nos últimos 30 anos começou a ser mais pesquisada agronomicamente.

As figuras 1, 2, 3 e 4 ilustram características da espécie *curcas*, que é um arbusto de crescimento rápido, caducifólio, perene, monóica, e pode atingir mais de 5 m de altura. Os frutos são do tipo cápsula ovóide, com 1,5 a 3,0 cm de diâmetro, trilocular, contendo via de regra três sementes, sendo uma semente por lóculo. As sementes medem de 1,5 a 2,0 cm de comprimento e de 1 a 1,3 cm de largura, representam entre 53 a 79 % do peso do fruto (SATO et al., 2009; LAVIOLA et al., 2010a).

A planta é conhecida por ser de múltiplo propósito e capaz de se desenvolver em áreas marginais e atuar na recuperação de áreas degradadas, com potencial de produzir acima de 5.000 kg ha⁻¹ de sementes e acima de 1.600 l. ha⁻¹ de óleo vegetal. Entretanto, sua produtividade pode ser aumentada através de seu melhoramento genético e com melhorias de técnicas agronômicas associadas a sistemas de produção (DURÃES et al., 2009; MENDONÇA et al., 2012; COLODETTI et al., 2014; YI et al., 2014; AHMAD e SULTAN, 2015; MARTINS et al., 2015).



Figura 1. Plantação de pinhão manso (Foto: Bruno Galveas Laviola. Disponível em: https://www.embrapa.br/bme_imagens/m/46480200m.jpg. Acesso em 03/08/2015).



Figura 2. Aspectos da planta do pinhão manso, inflorescência e frutos (Foto: Bruno Galveas Laviola, LAVIOLA et al., 2010a).

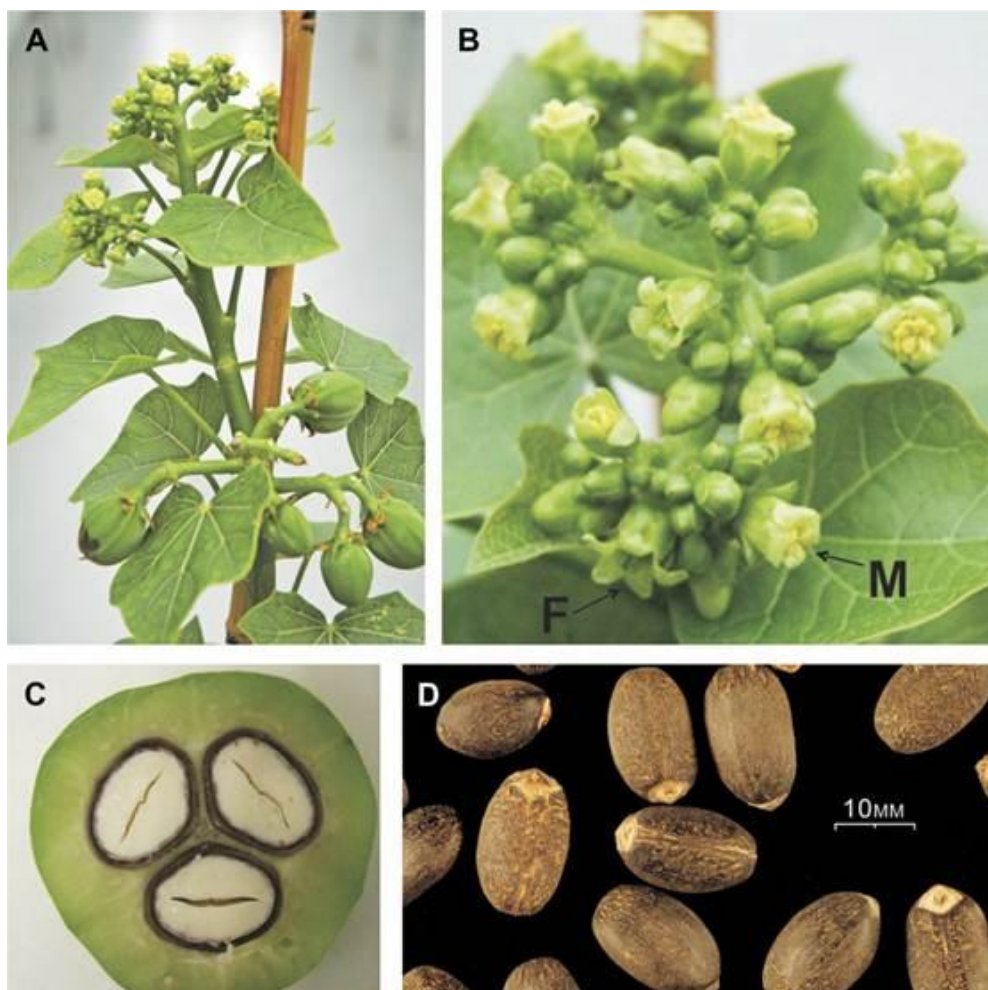


Figura 3. Imagens de *Jatropha curcas*. **A** - Planta Jovem de *Jatropha curcas* com ambas as flores e vagens em desenvolvimento de sementes. **B** - Inflorescência contendo tanto estame em flores masculinas (M) quanto pistilo em flores femininas (F). **C** - Corte transversal de uma vagem contendo três sementes em desenvolvimento. **D** - Sementes maduras pinhão manso (Fonte: KING et al., 2009).

Da industrialização do pinhão manso obtém-se, como produto principal, o óleo e, como subproduto, a torta. Após passar por moinho a torta se apresenta na forma de farelo. O farelo possui alto teor proteico, variando entre 25 a 68 %, dependendo do conteúdo de óleo residual (MAKKAR et al., 1997; AREGHEORE et al., 2003; MARTINEZ-HERRERA, 2006; NEIVA JÚNIOR et al., 2007).

Na figura 4 pode-se observar que a porcentagem de casca em relação à semente varia de 30 % a 40 %, a quantidade de óleo em relação à amêndoa de 44 % a 62 %, e a quantidade de óleo na semente de 25 % a 40 % (SATURNINO et al., 2005; ABREU, 2008; KING et al., 2009; LAVIOLA et al., 2010a).

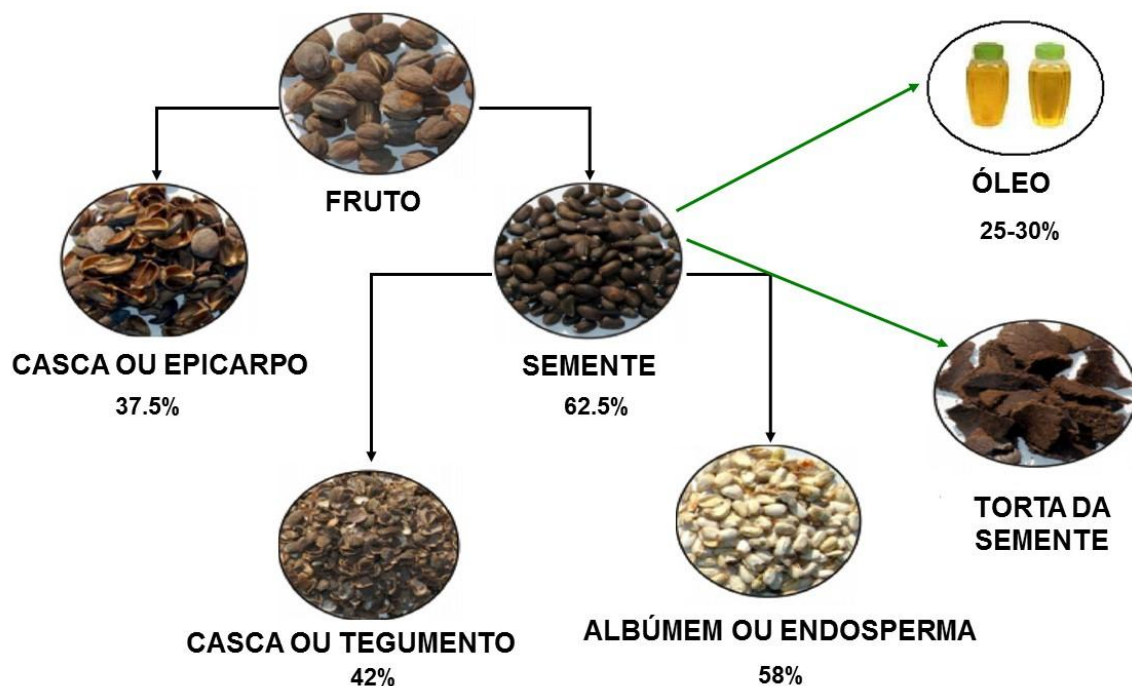


Figura 4. Composição do fruto de *Jatropha curcas* (adaptado de ABREU, 2008).

Segundo Chivandi et al. (2006) a composição química do pinhão manso varia conforme a fonte, sendo similar a do farelo de soja. Apresenta os seguintes aminoácidos: arginina (12,9 %), cistina (1,58 %), fenilalanina (4,89 %), histidina (3,08 %), isoleucina (4,85 %), leucina (7,5%), lisina (3,4 %), metionina (1,76 %), tirosina (3,78 %), treonina (3,59 %), triptofano (1,31 %) e valina (5,3 %). No entanto, em comparação ao farelo de soja, o farelo de pinhão manso apresenta menor concentração de lisina e maior concentração de aminoácidos sulfurados (MAKKAR et al., 1998).

Apesar de possuir alto valor nutritivo, a torta de pinhão manso tem sido utilizada como adubo orgânico. Isso se deve à presença de fatores antinutricionais em sua composição e à falta de conhecimento tecnológico para seu processamento e destoxicação, indispensáveis para o uso na alimentação animal (CLEEF et al., 2007).

3.2 Ésteres de forbol

Os ésteres de forbol são substâncias tóxicas encontradas no pinhão manso que agem como co-carcinogênicos causando efeito tóxico adverso aos animais. Segundo Goel et al. (2007), o éster de forbol imita a ação do diacilglicerol (DAG), inativador da proteína quinase C, a qual regula diferentes sinais de vias de tradução e outras

atividades metabólicas (**Figura 5**). Eles ocorrem naturalmente em muitas plantas da família Euforbiaceae e Timelaeaceae (GANDHI et al., 1995).

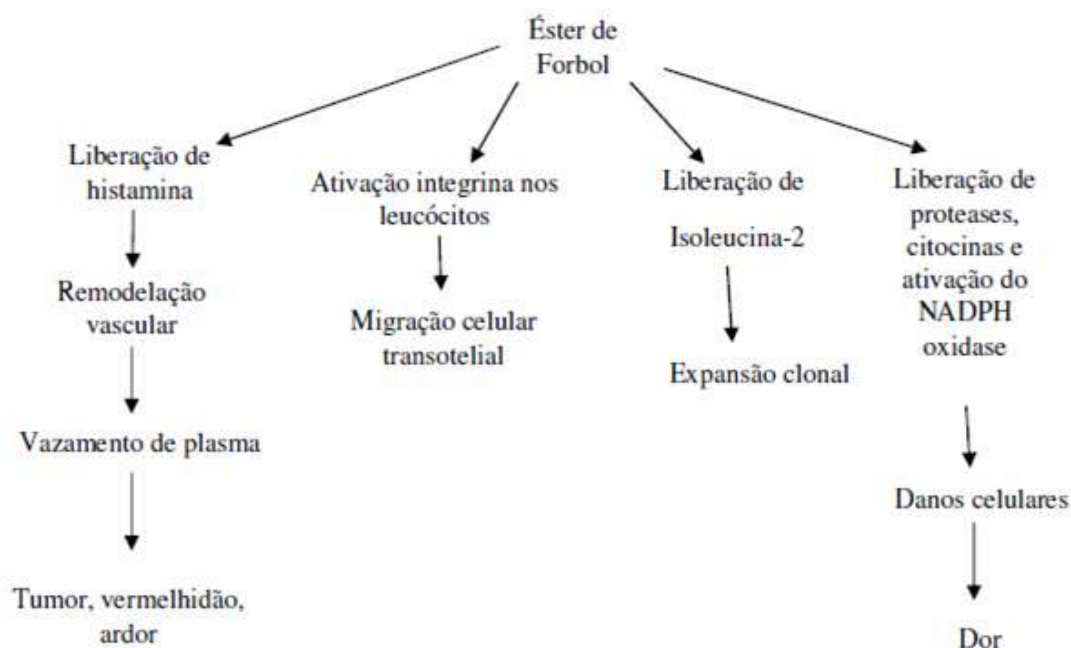


Figura 5. Respostas inflamatórias induzidas pelo éster de forbol em uma variedade de organismos vivos (Fonte: GOEL et al., 2007).

A atividade biológica do éster de forbol é altamente específico-estrutural. Essas substâncias são encontradas em baixíssimas concentrações nas plantas, porém, animais que receberam essa substância na dieta, manifestaram sinais de intoxicação (GOEL et al., 2007). Por exemplo, diminuição do apetite e do peso, diarreia, dificuldade motora e mortalidade de todos os ratos alimentados com diferentes tipos de farelo de pinhão manso destoxificado foram observados por Devappa et al. (2008). Porém, mesmo os farelos contendo diferentes tratamentos de destoxificação, fatores como sabor, cheiro e textura das dietas podem ter influenciado no decréscimo do consumo das dietas por ratos (AREGHEORE et al., 2003).

Devido a esse fator tóxico, alguns autores desaconselham o uso da torta do pinhão manso para a alimentação animal, informando sua toxidez em animais monogástricos e ruminantes (GANDHI et al., 1995; BECKER e MAKKAR, 1998; GÜBITZ et al., 1999; CHIVANDI et al., 2006).

Luz et al. (2013) mostraram que a torta de semente de pinhão manso pode ser usada para produção de cogumelo, com alto valor nutricional, e ração animal, após ser tratada durante 60 dias a 25 °C com *Pleurotus ostreatus* para destoxificação de fatores

antinutricionais e de ésteres de forbol, portanto, adicionando valor econômico ao resíduo de biodiesel e evitando disposição ambiental inadequada.

3.3 Definição dos ésteres de forbol

A substância fundamental para formação dos ésteres de forbol é o composto denominado tiglane, um diterpeno tetracíclico. A hidroxilação desta substância fundamental em várias posições e a conexão a vários grupamentos ácidos esterificados caracteriza o vasto número de compostos do grupo dos ésteres de forbol (EVANS, 1986), como ilustra a figura 6.

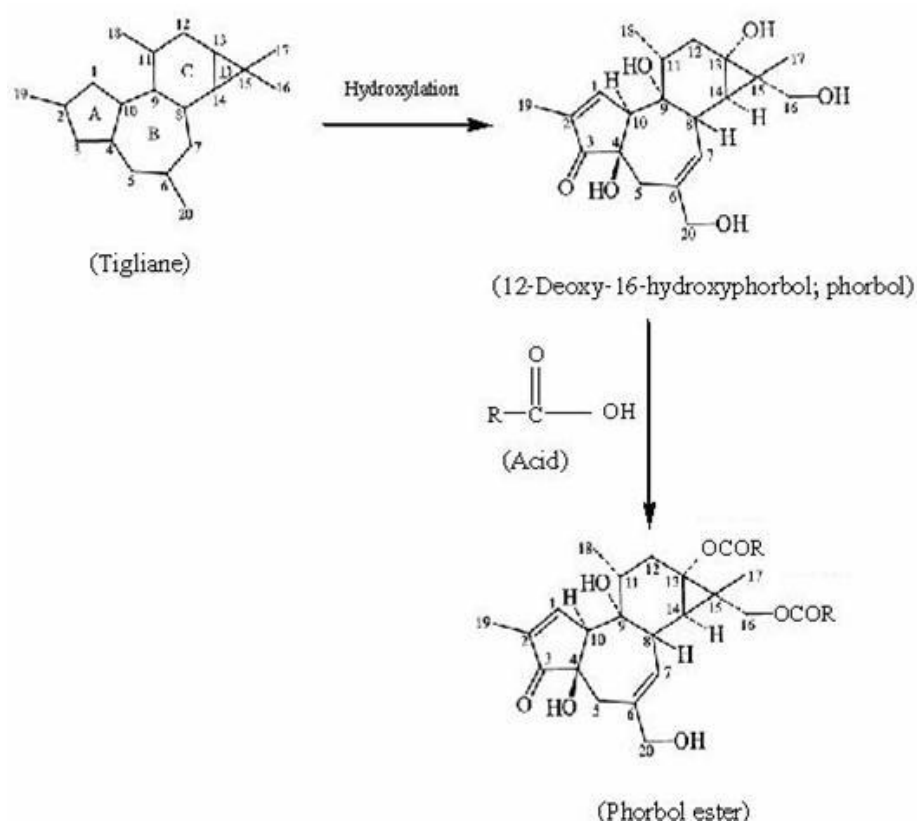


Figura 6. Formação dos ésteres de forbol (Fonte: EVANS, 1986).

Ésteres de forbol em óleo de sementes de *Jatropha* estão presentes em seis formas isoméricas (HAAS et al., 2002). Eles têm uma estrutura principal de 12-deoxy-16-hydroxyphorbol (**Figura 7(1)**) e também têm diferentes grupos radicais (cadeias laterais) R1 e R2 para formar os seis diferentes isômeros deste composto (**Figuras 7(2-7)**). Figuras 7(4) e 7(5) são epímeros e não podem ser separados por cromatografia. Todas estas estruturas são denominadas DHPB.

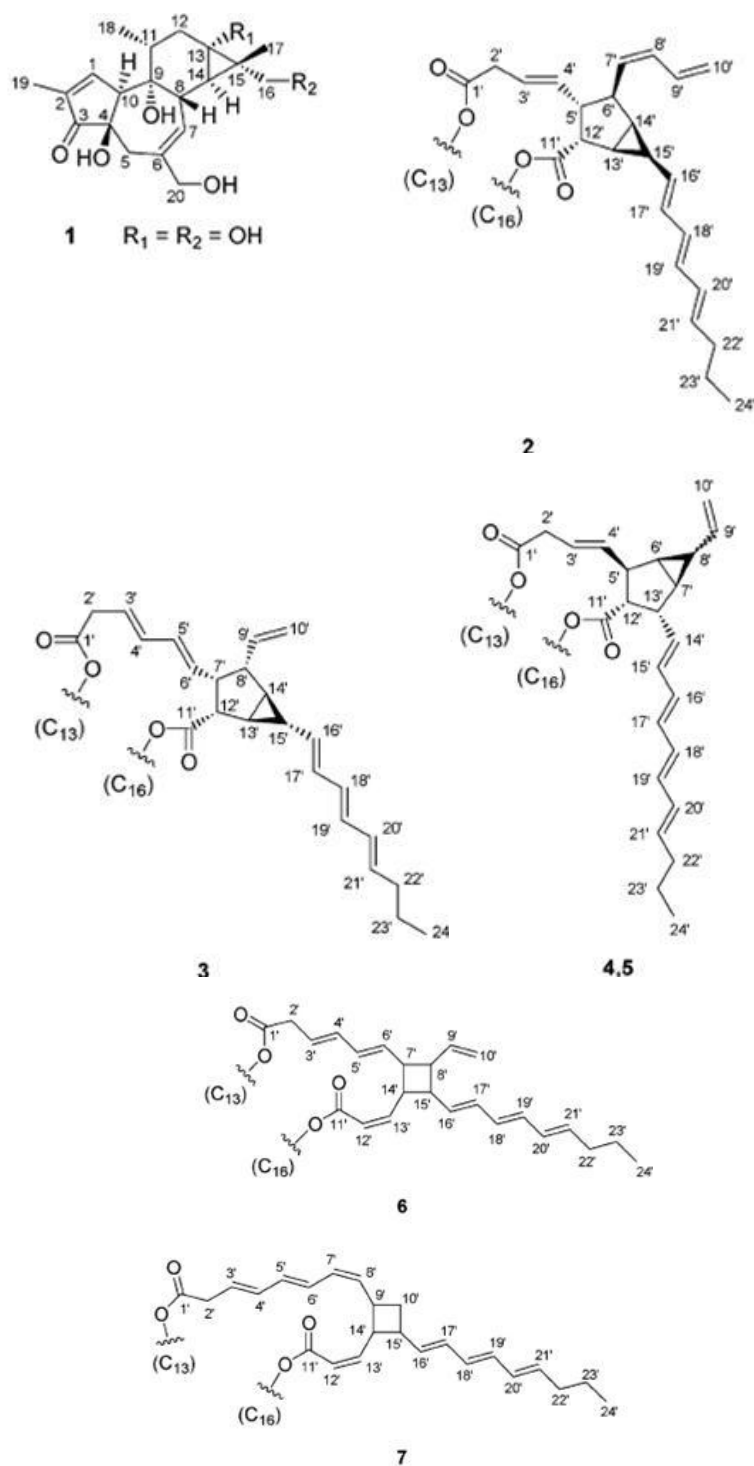


Figura 7. Diferentes estruturas químicas dos ésteres de forbol chamadas DHPB (Fonte: HAAS et al., 2002).

3.4 Biorremediação/destoxificação

Segundo Borém e Santos (2004) e Nakagawa e Andréa (2006), a biorremediação pode ser definida como uma estratégia ou processo que emprega agentes biológicos,

microrganismos, plantas ou enzimas, para destoxificar poluentes alvos. Por ser natural, supostamente não acarreta nenhum impacto adicional e pode ser realizada a um baixo custo. O princípio de todos os processos de biorremediação é propiciar um aumento na biodegradação e provocar um estímulo da atividade microbiana degradadora por diferentes mecanismos (MOLINA-BARAHONA et al., 2004).

O potencial e justificativa da biodegradação de materiais orgânicos tóxicos usando a compostagem são indicados pelo sucesso no tratamento de terras com uma grande variedade de resíduos recalcitrantes (NORRIS, 1980; BROWN et al., 1983; Environmental Research and Technology, 1983) e pela compostagem bem-sucedida de algumas substâncias tóxicas.

Ao possibilitar a destoxificação, a biorremediação possibilitada pelo processo de compostagem é uma técnica capaz de restituir a funcionalidade e, consequentemente, promover nova sustentabilidade.

3.5 Compostagem

Conforme Pereira Neto (1996), compostagem consiste num processo biológico de decomposição controlada da fração orgânica contida nos resíduos, dependente de oxigênio e com geração de calor, levando a temperaturas típicas de 50 °C a 65 °C, e picos que podem chegar a mais de 70 °C, resultando em um produto estável, similar ao húmus (**Figura 8, Gráfico 1**). O período de compostagem depende do processo utilizado e do tipo de material a ser compostado. Na compostagem a matéria orgânica se constitui, basicamente, de resíduos orgânicos, por exemplo, de restos de alimentos, papéis, pedaços de madeira, folhagens e excrementos, entre outros. Este período, geralmente, varia de 30 a 60 dias para a fase de digestão e de 60 a 120 dias para a maturação (método natural).

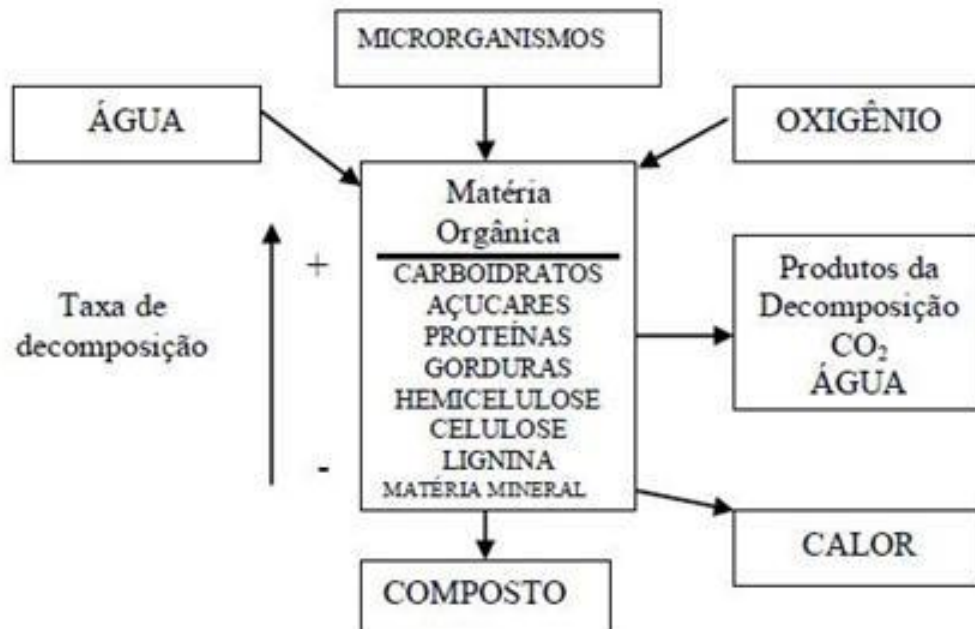


Figura 8. Processo de compostagem (Fonte: modificado de EPSTEIN, 1997).

Fernandes e Silva (1999) afirmam que na primeira etapa deste processo há a proliferação de diversos microrganismos mesófilos (15 – 43 °C) que vão se sucedendo de acordo com as características do meio. De acordo com Kiehl (1985), nesta fase mesófila predominam bactérias e fungos produtores de ácidos.

Na segunda fase, também chamada de semicura ou bioestabilização, há a elevação gradativa da temperatura, resultante do processo de biodegradação, a população de mesófilos diminui e os microrganismos termófilos (40 – 85 °C) proliferam com mais intensidade. A população termófila é extremamente ativa, provocando intensa e rápida degradação da matéria orgânica e maior elevação da temperatura, o que elimina os microrganismos patogênicos (FERNANDES e SILVA, 1999). A população dominante nesta fase é de actinomicetos, bactérias e fungos termófilos ou termotolerantes (KIEHL, 1985).

E, finalmente, a terceira fase, denominada de maturação ou humificação, ocorre quando o substrato orgânico foi em sua maior parte transformado. A população termófila se restringe, a atividade biológica global se reduz de maneira significativa e os mesófilos se instalam novamente. Nesta fase, a maioria das moléculas facilmente biodegradáveis foi transformada e o composto apresenta odor agradável (PROSAB, 1999). Corresponde ao estágio final da degradação da matéria orgânica, quando o composto propriamente dito adquire as propriedades físicas, químicas, físico-químicas e biológicas desejáveis (KIEHL, 1998).

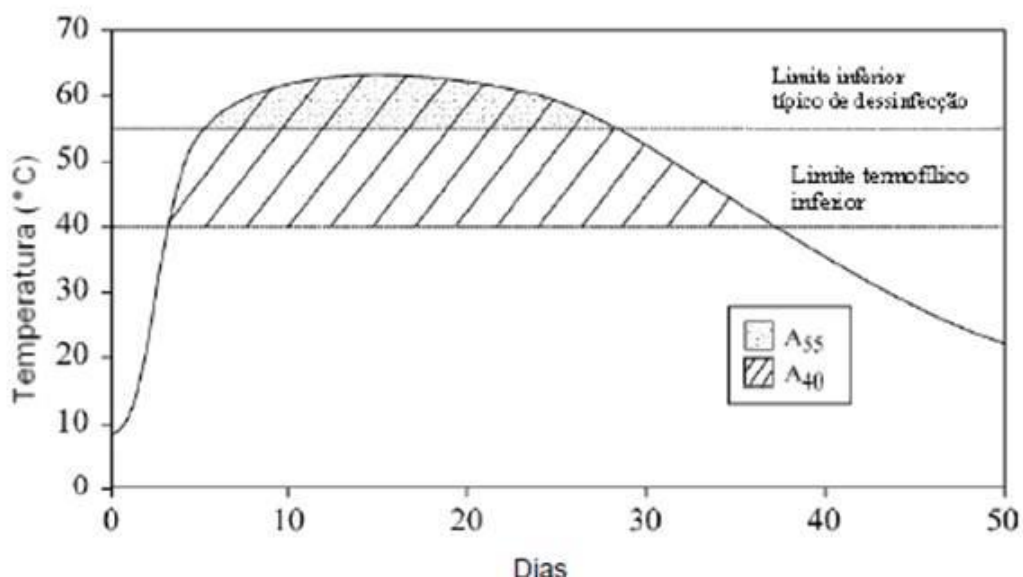


Figura 9. Gráfico da variação típica de temperatura em processos de compostagem. A_{55} : área do gráfico de temperatura acima de 55 °C. A_{40} : área do gráfico de temperatura acima de 40 °C (Fonte: MASON e MILKE, 2005b).

Peixoto (1988; 2005) apresenta os princípios e cuidados para melhor qualidade do processo de compostagem e do composto produzido visando melhor aproveitamento dos recursos naturais. O importante é entender as relações entre os principais fatores que contribuem para criar as melhores condições possíveis para que os organismos se multipliquem e transformem a matéria orgânica.

A ação e a interação dos microrganismos durante o processo dependem da ocorrência de condições favoráveis, tais como: a temperatura, umidade, aeração, pH, quantidade e tipo de material orgânico empregado, tamanho das partículas dos resíduos orgânicos, relação carbono/nitrogênio, e concentração e tipos de nutrientes disponíveis. É importante ter em mente que esses fatores ocorrem simultaneamente, e que a eficiência do processo de compostagem baseia-se na interdependência e inter-relacionamento desses fatores.

Logo que se monta a pilha com o material orgânico misturado, o seu interior começa a aquecer porque o calor liberado durante a transformação dos resíduos fica retido na massa amontoadada do material. O aumento da temperatura é normal e rapidamente atinge 50 °C, sendo ideal que fique durante algumas semanas variando até 70 °C, o que indica que a compostagem está funcionando, que tem vida na pilha. O reviramento mais intensivo associado ao umedecimento adequado (entre 40 e 60 %) e

aeração durante esse período de maior temperatura, permite uma mistura mais eficiente dos resíduos orgânicos e, portanto, a destruição de organismos não desejáveis (por exemplo, sementes de plantas espontâneas e patógenos), garantindo ao longo do tempo que passem pela zona de alta temperatura no interior da pilha (PEIXOTO, 2012).

Nota-se que, ao final do processo de degradação da matéria orgânica o composto produzido é um adubo natural rico em húmus, bem como contendo matéria orgânica ainda em transformação, nutrientes e microrganismos benéficos, portanto pode ser aplicado ao solo para melhorar suas características, sem ocasionar riscos ao meio ambiente (CUNHA, 2013).

3.6 Compostagem em laboratório

Muitos estudos têm sido conduzidos em reatores de escala-pequena que permitem uma maior facilidade de monitoramento do processo de compostagem do que em pátios de compostagem de grande escala. Sistemas de compostagem em escala-real, em contraste, são muito difíceis de controlar (HOGAN, MILLER, e FINSTEIN 1989), e assim não são adequados para estudos sistemáticos de compostagem.

Estes reatores têm sido empregados para pesquisas sobre a evolução do processo (taxas de reação, parâmetros cinéticos, modelagem matemática de dados relacionados), biodegradação de substratos (avaliação da adequação de um resíduo em misturas para conversão em composto, incluindo estudos do efeito de aditivos e inoculantes), estudo de emissões de gases e odores, efeito e biodegradação de produtos tóxicos, efeito de compressão do material e preparação de composto para avaliação agrônômica (MASON e MILKE, 2005a).

Por serem sistemas fechados, esses métodos sofrem menor influência das variações climáticas e também possibilitam a automação do processo. O mesmo é totalmente ou quase mecanizado e em geral ocupa menor área em relação aos outros métodos de compostagem. A fase termofílica é reduzida levando alguns autores a chamarem esse método de compostagem acelerada. O tempo de retenção no reator biológico varia de uma a quatro semanas dependendo das características e do tipo de resíduo e equipamento. No entanto, a maturação do material pode necessitar de um período maior, por exemplo, 60 dias (INÁCIO e MILLER, 2009).

A compostagem em reatores biológicos é um sistema que necessita maior capital, tem maiores custos de operação e manutenção dos equipamentos, mas que pode

ser atrativo pelo menor uso de mão de obra, menor necessidade de área, controle da qualidade do composto e tempo de compostagem (**Tabela 1**).

A simulação experimental do processo de compostagem em pequena escala não é óbvia, porque a massa da matéria orgânica envolvida no processo pode não ser suficientemente grande para gerar e transferir calor e a inércia térmica resultante dos sistemas de grande escala (MASON e MILKE, 2005a). A pequena dimensão do reator pode também limitar a amostragem durante todo o processo (HESNAWI e MCCARTNEY, 2006).

Em reatores de grande escala (10-300 litros) frequentemente envolvem uma fase de auto-aquecimento, durante a qual a temperatura do composto supera os 60 °C, dependendo unicamente da produção de calor das reações exotérmicas de degradação microbiana e assegurando um processo de compostagem bem conduzido.

Em tais condições, a simulação do regime termodinâmico, incluindo as fases termofílica e de maturação, devem permitir a reprodução de muitos outros parâmetros em sistemas de escala-real, tal como em condições de usinas sistemas de compostagem, incluindo a atividade biológica e metabólica (RYCKEBOER et al, 2003; SANZ et al, 2006), umidade e transporte de vapor de água, respirometria e a temperatura (MASON e MILKE, 2005).

Em reatores de pequeno volume (até 10 litros), uma rápida diminuição da temperatura é geralmente observada por causa das quantidades limitadas de substratos orgânicos e as perdas de calor, o que contrasta com o declínio lento e gradual na temperatura da compostagem de escala completa (PETIOT e DE GUARDIA, 2004). Porém, estes permitem pesquisas de reações e processos, teste de fontes e misturas contendo material radioativo, carcinogênico, resíduos biologicamente ativos, material tóxico, poluentes do meio ambiente, explosivos e etc.

Nessa escala (até 10 l), o controle do processo e a pesquisa são mais apurados, com grau de repetibilidade alto. É adequada para experimentos preliminares sobre os efeitos de certos materiais na qualidade do produto final, utiliza menor quantidade de material, no entanto, a intensidade e duração de temperatura podem não representar bem a escala de campo em alguns casos e o efeito da compressividade do material é fracamente representado nesta escala.

Para corrigir essas desvantagens indicam-se reatores em escala piloto de 100 a 700 l e relação aérea de superfície e volume (A:V) na faixa de 4 a 10. Em termos práticos, o volume dos reatores terá implicações na área necessária, custo do aparato e as dificuldades no manuseio do material, enquanto a relação área de superfície e volume

(A:V) terá influência significativa no controle do fluxo de calor pelas paredes dos reatores (simuladores) (MASON e MILKE, 2005a).

Por outro lado, poucos estudos avaliaram o realismo do processo de compostagem em escala-pequena, comparando as propriedades bioquímicas da matéria orgânica antes e depois de compostagem (MICHEL et al., 1995).

Tabela 1. Informações comparativas entre métodos de compostagem (Extraído de: INÁCIO e MILLER, 2009).

Método de compostagem	Leiras estáticas com aeração passiva (Método UFSC)	Compostagem em reatores (In-vessel systems)
Vantagens	Baixo Custo de implantação. Simplicidade de operação. Necessita áreas menores em relação ao método de leiras revolvidas. Não utiliza energia externa. Satisfatório controle de odores. Minimização da geração de chorume. Pouca exigência de máquinas e equipamentos.	Aceleração da fase de degradação ativa (maturação mais prolongada). Melhor controle do processo de compostagem aeração e temperatura. Possibilidade de automação. Menor demanda por área. Possibilidade para controlar odores via biofiltros. Potencial para recuperação de energia térmica (dependendo do sistema). Independência de agentes climáticos.
Desvantagens	Dependente de operadores bem treinados e com conhecimento do processo da compostagem. Utiliza muito material vegetal de lenta degradação (ex.:serragem) o que pode ser difícil de ser conseguido em alguns locais e elevar o custo da operação Montagem das leiras é mais demorada Em alguns casos pode exigir o peneiramento do composto para retirada de materiais de lenta degradação como a serragem remanescente, por exemplo.	Elevado investimento inicial. Maior custo de operação e manutenção com os equipamentos (sistemas mecânicos especializados). Maior produção de chorume na fase de degradação ativa. Utiliza energia externa. Menor flexibilidade operacional para tratar volumes variáveis de resíduos. Risco de erro difícil de ser reparado se o sistema for mal dimensionado ou a tecnologia proposta for inadequada. Tecnologias licenciadas

3.6.1 Aplicações do método “respirométrico” na avaliação do processo de compostagem

Para Fernandes et al. (1999), sendo a compostagem um processo aeróbio, o fornecimento de ar é vital à atividade microbiana, pois os microrganismos aeróbios têm necessidade de O_2 para oxidar a matéria orgânica (carbono orgânico) que lhes serve de alimento.

Assim, nota-se que ao longo do processo de compostagem ocorre o aumento gradual de dióxido de carbono e consequente diminuição do oxigênio (RUSSO, 2003).

A demanda por O_2 pode ser bastante elevada e a falta deste elemento pode se tornar um fator limitante para a atividade microbiana e prolongar o ciclo de compostagem (CHIUMENTI et al, 2005).

O método “respirométrico” ou “respirometria” é um procedimento em que as medições da velocidade ou taxa de consumo de oxigênio, ou a taxa de geração de subprodutos gasosos, decorrentes da atividade respiratória de uma biomassa ativa, quando as mesmas efetuam a degradação biológica de um substrato orgânico, são efetuadas em meios líquidos ou gasosos, e podendo ser utilizado dentro dos sistemas fechados ou reatores biológicos (AKUTSU et al., 2009).

Segundo Scaglia et al. (2000), a variação temporal do consumo de oxigênio, pode ser avaliada segundo dois métodos: estático e dinâmico. O método de medição estático de consumo de oxigênio é aquele em que, nos experimentos ou sistemas reais de compostagem, em função da inexistência de mistura contínua (daí o termo estático) e controlada dos resíduos, não é assegurado ou torna-se limitado o processo de transferência, restringindo dessa maneira a difusão e o transporte de oxigênio de forma homogênea à massa total de resíduos.

De acordo com Akutsu et al. (2009), essa medição sistemática das taxas de consumo de oxigênio e produção de gás carbônico ao longo do processo tem sido denominada respirograma do processo.

No caso de processos de compostagem, em que há a predominância de atividades de bactérias aeróbias na degradação dos resíduos, as medidas tanto da taxa de consumo de oxigênio (TCO_2) quanto da taxa de geração temporal de gás carbônico ($TGCO_2$), que no caso é o subproduto gasoso principal, podem ser realizadas na atmosfera de um ambiente controlado, como, por exemplo, do interior de um reator (AKUTSU et al., 2009).

O mesmo autor ainda acentua que do respirograma pode-se extrair diversas informações e índices, possibilitando inclusive que as fases (lag, exponencial e endógena) do processo sejam identificadas. A fase lag é aquela associada à partida do processo onde em geral existe o início de crescimento e adaptação das bactérias ao meio e resíduo.

A fase exponencial caracteriza-se por uma intensa atividade bacteriana na conversão dos resíduos, em geral associada à intensa liberação de calor em que pode haver predomínio de bactérias termofílicas.

A fase endógena caracteriza-se pela extinção gradativa de alimentos para as bactérias, sendo que as mesmas se utilizam das próprias reservas energéticas para efetuar a respiração. Na prática, ela caracteriza o final do processo inicial aqui denominado de bioestabilização, após o qual se inicia a fase de humificação do composto.

O diagrama respirométrico, quando apresentado em escala adequada, constitui uma importante ferramenta de acompanhamento operacional do processo. É possível verificar a evolução das taxas de consumo de O_2 e respectiva taxa de geração do CO_2 ao longo do processo de compostagem, evidenciando as suas fases.

Lasaridi et al. (2000) considera o método respirométrico, baseado no consumo de O_2 , como o melhor para a avaliação da atividade microbiana durante o processo de compostagem.

Palentski e Young (1995) demonstraram que a absorção de O_2 é diretamente relacionada com o teor de umidade uma matriz sólida. Resultados confiáveis exigem uma amostra com um teor de umidade ideal uma vez que a atividade microbiana pode ser limitada, por amostras encharcadas (condições anaeróbicas) ou muito secas (baixa atividade microbiana). Em geral, as amostras de compostagem com umidade abaixo de 35% numa base de peso úmido, será biologicamente dormente e em consequência o seu índice de respiração será falsamente baixo.

Adani et al. (2004) e Lasaridi (2006), consideram que o grau de estabilidade biológica determina o nível ou estágio em que uma matéria orgânica facilmente biodegradável foi decomposta biologicamente. Tal nível identifica o ponto alcançado no processo de biodegradação, que por sua vez pode ser usado para classificar e graduar o resíduo (composto orgânico resultante como subproduto do processo) segundo uma escala de valores.

Além do aspecto de controle de produção de composto de qualidade, o grau de estabilidade desejado num processo de compostagem determinará e definirá diversos

parâmetros de controle e dimensionamento do sistema, tais como taxa de aeração, e tempo de tratamento requerido para cada tipo de resíduo orgânico, considerando os diversos aspectos qualitativos intrínsecos envolvidos.

Ainda segundo Adani et al. (2004), muitos métodos analíticos têm sido propostos ao longo dos últimos anos para determinação do grau de estabilização de um composto.

Dentre estes, os mesmos autores relatam que os métodos voltados à determinação da atividade respirométrica dos microrganismos são merecedores de maior atenção e evidenciam que, para objetivo de acompanhamento respirométrico de processos de compostagem, o método que se utiliza da análise da taxa de consumo de O_2 (TCO_2), tem sido preferida pelos pesquisadores da área.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

Com o propósito de destoxificar a torta de pinhão manso através da técnica de compostagem em laboratório, foi montado um experimento no sistema de compostagem em escala de bancada, no Laboratório de Biorreatores da Embrapa Solos.

Para o experimento, foram definidos três tratamentos, os quais envolviam a torta da semente de pinhão manso (TPM), sendo: (a) Controle – TPM; (b) Torta misturada com esterco de cavalos – TPM + EC; (c) Torta misturada com composto de resíduos vegetais – TPM + CV. Os tratamentos foram repetidos três vezes num esquema experimental em blocos casualizados, onde os três biorreatores de bancada representavam a parcela experimental. Os blocos foram organizados de forma que todos os tratamentos fossem testados ao mesmo tempo, e passassem por todos os três biorreatores no final do experimento. Para isso, como só havia três biorreatores no laboratório, a ordem dos tratamentos nos blocos foi escolhida ao acaso, os quais foram realizados em épocas diferentes (Figura 10), já que o tempo de compostagem de cada bloco foi de 0 hora a 360 horas; durante o qual foram coletadas amostras para caracterização da compostagem em 0, 48, 144 e 360 h.

Como durante o processo de compostagem foi estudado um conjunto de variáveis para caracterizar as transformações dos resíduos orgânicos, e outras que podem afetar ou refletir a qualidade da compostagem, mas podem variar em função do tempo, optou-se por aplicar uma sequência de técnicas estatísticas afins à análise

multivariada visando simplificar a matriz de dados e detectar sua estrutura subjacente (dimensões de maior variabilidade e como as variáveis se correlacionam). Inicialmente efetuou-se uma Análise de Componente Principal (ACP) nos dados autoescalados (média zero e variância unitária). Pela redução da dimensionalidade da matriz, isso também resolveu o problema de falta de graus de liberdade para a Análise de Variância Multivariada (MANOVA) de todas as nove variáveis avaliadas, nas mesmas unidades experimentais, em quatro momentos distintos (0, 48, 144 e 360 horas) caracterizando um estudo longitudinal: medidas distribuídas ao longo de uma dimensão ordenada. Como as observações no tempo não são independentes, optou-se pela abordagem multivariada de medidas repetidas (ANOVA com medidas repetidas). Após o ajuste dos modelos, testou-se a homocedasticidade e normalidade dos resíduos. Visto que as componentes principais são ortogonais por definição, efetuou-se ANOVA nos escores obtidos. O método das variáveis Dummy foi utilizado para testar se os parâmetros ajustados para as exponenciais diferiam. Para isso foi aplicado o teste de Tukey a 5 % de significância para comparação entre si.

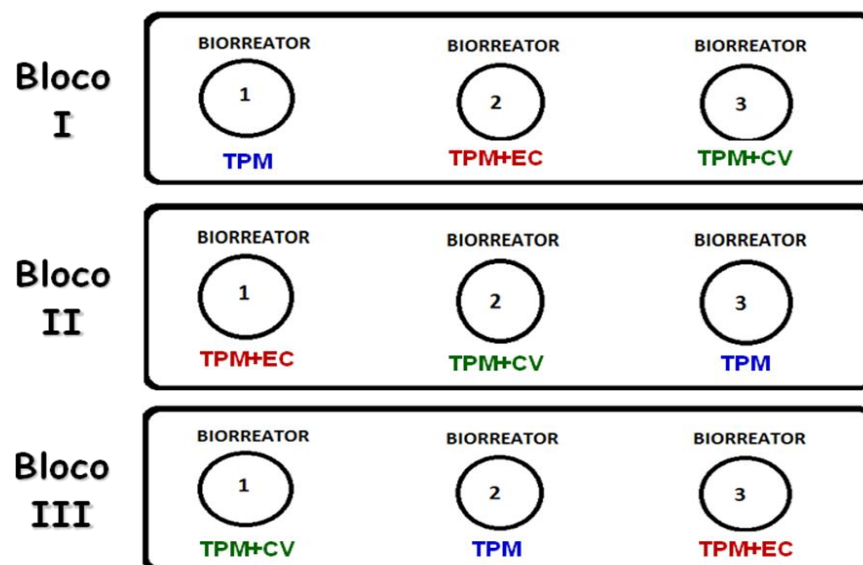


Figura 10. Esquema experimental da compostagem em blocos casualizados organizados com biorreatores de bancada (1, 2 e 3), compreendendo três tratamentos (TPM – Torta de semente de pinhão manso; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais). (Fonte: Elaboração própria).

4.2 Obtenção de Resíduos (ou Materiais) Orgânicos

As sementes de pinhão manso, provenientes de uma área experimental da EPAMIG, foram gentilmente doadas pela empresa e as tortas foram produzidas no Laboratório de Termociências da Universidade Federal Fluminense, Niterói, RJ, com o auxílio de uma prensa mecânica que separa o óleo do resíduo (**Figura 11**). Amostras foram acondicionadas em recipientes e encaminhadas ao Laboratório de Biotecnologia de Alimentos da UFF na Faculdade de Farmácia para a extração dos teores de ésteres de forbol.

O esterco fresco de cavalos (doador pelo Jockey Club Brasileiro no Rio de Janeiro – RJ), e o composto orgânico produzido de resíduos vegetais (doador pelo Sistema de Gestão de Resíduos Vegetais na área verde do Instituto de Pesquisas Jardim Botânico do Rio de Janeiro), foram amostrados para realização de análises químicas e físicas nos laboratórios da Embrapa Solos.

4.2.1 Processamento da torta de pinhão manso (*Jatropha curcas*)

Cerca de 30 kg de sementes de pinhão manso foram prensados com o auxílio de uma prensa mecânica para separação do resíduo (torta) do óleo (**Figuras 12, 13 e 14**). O rendimento de produção de torta foi cerca de 60 %, significando que quando foram prensados 1 kg de sementes, pouco mais de 600 g de torta foram produzidas. Dessa forma, com 30 kg de sementes foram confeccionados 18 kg de torta de *Jatropha curcas* (**Figura 15**).



Figura 11. Sementes doadas pela EPAMIG (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 12. Prensa mecânica – UFF (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 13. Sementes de pinhão manso sendo colocadas na prensa (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 14. Óleo de pinhão manso saindo da prensa (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 15. Torta produzida com as sementes esmagadas pela prensa (Foto: Beatriz Cordeiro).

4.3 Caracterização do processo de compostagem em laboratório

4.3.1 Biorreator

4.3.1.1 Sistema de compostagem em escala de bancada

Três biorreatores cilíndricos de polipropileno (PP) em linha em escala de bancada (3,0 L de volume, 40 cm de altura e 20 cm de largura externa) equipados com

isolamento e resistência elétrica foram usados para conter o processo de compostagem, localizado no Laboratório de Biorreatores da Embrapa Solos (**Figura 16**).

O arejamento uniformemente distribuído através de uma placa de polipropileno perfurada localizada na parte inferior dos reatores era forçado e controlado por um rotâmetro (0-10 L/h), acoplado com um regulador de pressão (modelo 1900 / R808, ASA®, Itália) e monitorado por um fluxômetro digital (modelo FLR1002-D, Omega®, EUA). A entrada e saída de ar foram realizadas por tubos de poliuretano 6 mm. A temperatura foi controlada por um método de temperatura diferencial (MAGALHÃES et al., 1993) usando o controlador Microsoll® II plus com três sensores termistores e o software Sitrad (FullGauge®, Brasil), que também programava a amostragem do ar de escape por um multi- amostrador equipado com válvulas solenóides (modelo SM8331 e 8320, BelAir®, Brasil) e registrava as temperaturas a cada minuto (**Figura 17**). A compensação é feita pelo sistema acionando a resistência elétrica da parede interna câmara de aquecimento quando a temperatura da parede do vaso principal fica menor que a temperatura do centro do material em compostagem ($> 1,2\text{ }^{\circ}\text{C}$). Desta forma, não há indução de calor à massa do material, mas apenas a redução do diferencial axial de temperatura interna e consequentemente a redução do fluxo de calor condutivo (perda por condução). Este sistema de controle diferencial da temperatura (CDT) permite reproduzir as temperaturas termofílicas típicas dos processos de compostagem em escala de campo (ou escala-real) mesmo utilizando uma pequena quantidade de material orgânico, por ex. 1,0kg.

A atividade biológica dentro da mistura foi monitorada por um método utilizando um respirômetro de sensor de O_2 (faixa de medição de 0 - 25 %) e sensor de CO_2 por infravermelho (faixa de medição de 0 - 20 %) (SST Sensing®, UK) que registravam os fluxos de hora em hora. O ar era umidificado antes de entrar no biorreator e a saída de ar passava por um condensador de água e de um filtro de gel de sílica antes da detecção de gás. Dados da respirometria e medição do fluxo foram armazenados no programa Datalogger (CR3000, Campbell®, EUA).

A compostagem aeróbia e termofílica foi conduzida durante 15 dias (360 horas). Cada biorreator continha aproximadamente 1.000 g de peso fresco de resíduos com aproximadamente 65 % de umidade. A temperatura máxima foi fixada em $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ e o fluxo de ar durante todo processo foi em média de 150 ml/min (Protocolo com elaboração própria a partir de informações encontradas em Balieiro et al., 2010).



Figura 16. Biorreatores compondo o bloco (Foto: Beatriz Cordeiro).

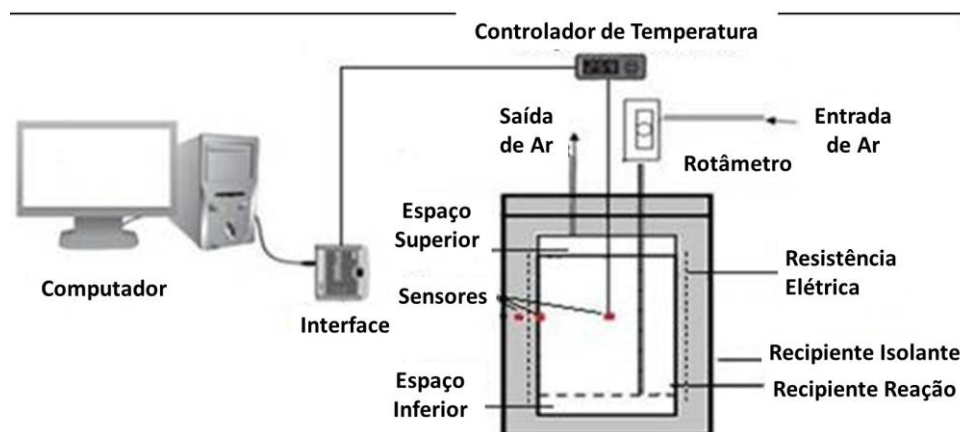


Figura 17. Esquema ilustrativo do biorreator com todos os sensores de temperatura e gás acoplado ao computador por uma interface (Fonte: Elaboração de Caio de Teves Inácio).

4.3.2 Tratamentos

Como o volume dos biorreatores era igual, cada peso dos tratamentos envolvidos foi calculado em função da massa seca de cada material (**Tabelas 2, 3 e 4**).

4.3.2.1 Tratamento Torta de Pinhão Manso (TPM)

Para o tratamento torta de semente de pinhão manso (TPM), foram pesados cerca de 500 g de torta de semente prensada para extração de óleo, compondo a primeira parte da mistura e mais 318 g da mesma torta, compondo a segunda parte. As partes não são iguais somando-se 1 kg exatamente de mistura neste caso, por que a segunda parte da mistura é resultado de um cálculo matemático feito para que todas as misturas nos tratamentos tenham a mesma proporção de massa seca de modo a ocupar 80% do volume do biorreator (**Tabela 2**). Para que se atingisse entre 60-65 % de umidade, ideal para o processo, cerca de 570 ml de água destilada foram adicionados, aos poucos e misturada gentilmente aos materiais (**Figura 18**).

Tabela 2. Ajuste da composição do tratamento Torta de pinhão manso com torta de pinhão manso.

Resíduo	Massa fresca (g)	Umidade (%)	Massa seca (g)	Umidade inicial da mistura	H ₂ O adicionada	Umidade final da mistura
Torta de pinhão manso	500	3,4	482	3,5%	500 ml	65%
Torta de pinhão manso	318	3,4	307			

4.3.2.2 Tratamento Torta de Pinhão Manso + Esterco de Cavalo (TPM + EC)

Este tratamento é composto de torta de semente prensada de pinhão manso misturada com esterco de cavalos. Para composição deste, cerca de 500 g de torta foram pesados em balança e adicionados a 1085 g de esterco de cavalos, compondo a segunda parte da mistura. Esta também não é igual pelo mesmo motivo do tratamento descrito anteriormente (**Tabela 3**). Para chegar à umidade ótima, 230 ml de água foram adicionados (**Figura 19**).

Tabela 3. Ajuste da composição do tratamento Torta de pinhão manso com esterco de cavalo.

Resíduo	Massa fresca (g)	Umidade (%)	Massa seca (g)	Umidade inicial da mistura	H ₂ O adicionada	Umidade final da mistura
Torta de pinhão manso	500	3,4	482	50%	230 ml	65%
Esterco de cavalos	1085	72	307,05			

4.3.2.3 Tratamento Torta de Pinhão Manso + Composto de Resíduo Vegetal (TPM + CV)

O terceiro tratamento experimentado compreendeu a mistura de torta de semente prensada de pinhão manso (TPM) e composto orgânico produzido de resíduos vegetais (CV). Para este, foram pesados igualmente 500 g de torta de pinhão e 500 g de composto orgânico (**Tabela 4**). Neste, as partes somam 1 kg de material por que o percentual de massa seca do conjunto é equivalente aos outros dois tratamentos. Cerca de 440 ml de água destilada foram adicionados aos poucos para que fosse atingida a umidade essencial ao processo (**Figura 20**).

Tabela 4. Ajuste da composição do tratamento torta de pinhão manso com composto de resíduo vegetal.

Resíduo	Massa fresca (g)	Umidade (%)	Massa seca (g)	Umidade inicial da mistura	H ₂ O adicionada	Umidade final da mistura
Torta de pinhão manso	500	3,4	482	21%	440 ml	65%
Composto Vegetal	500	39	305			

Todos os tratamentos foram misturados em recipientes limpos e diferentes.



Figura 18. Tratamento torta de pinhão manso (TPM) (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 19. Tratamento torta de pinhão manso + esterco de cavalo (TPM + EC) (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 20. Tratamento torta de pinhão manso + composto de resíduo vegetal (TPM + CV) (Foto: Beatriz Cordeiro).

Em seguida os biorreatores vazios foram pesados em balança. O peso indicado era anotado e depois que a mistura era colocada, o mesmo era feito novamente. Este procedimento foi importante para que se conhecesse quanto em massa de material foi decomposto até o final do processo (**Figuras 21, 22 e 23**).



Figura 21. Biorreator 1 com o Tratamento torta de pinhão manso (TPM) sendo pesado (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 22. Biorreator 2 com Tratamento Torta de pinhão manso + esterco de cavalo (TPM + EC) (Foto: Beatriz Cordeiro).



Figura 23. Biorreator 3 com Tratamento torta de pinhão manso + composto de resíduo vegetal (TPM + CV) sendo pesado (Foto: Beatriz Cordeiro).

4.3.3 Coletas no biorreator

Com auxílio de uma ferramenta tipo garra, amostras (fundo, meio e da parte superior do biorreator) de mais ou menos 10 g, foram retiradas de cada tratamento nos tempos 0 h, antes de se iniciar o processo de compostagem, 48 h (correspondente a fase termofílica), 144 h (metade do processo) e 360 h (15 dias) de compostagem, coincidindo esta última com o final do processo (**Figura 24**). De cada amostra composta retirada eram então geradas três subamostras nas quais foram realizadas as análises químicas e físicas, sendo que os valores das médias dos resultados dessas subamostras foram utilizados para representar os respectivos tratamentos (parcelas experimentais) nas análises estatísticas indicadas no item 4.1. Cada uma codificada com relação ao dia da amostragem e a análise referente.

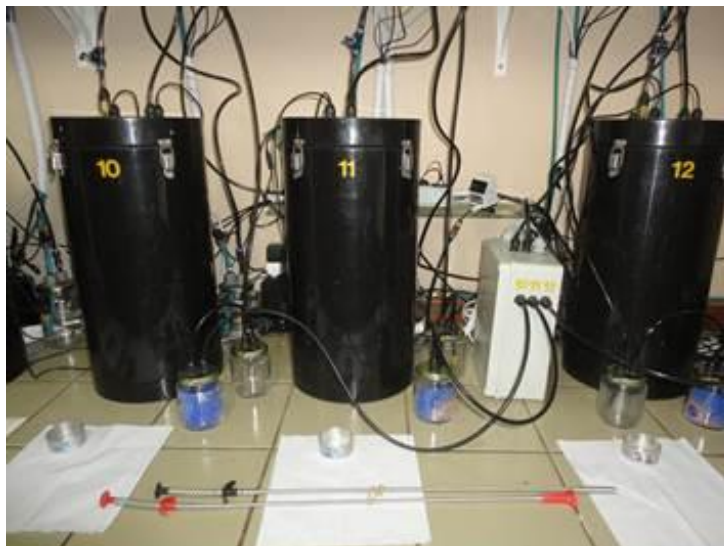


Figura 24. Ferramentas prontas para coleta nos biorreatores (Foto: Beatriz Cordeiro).

4.4 Processamento, análise e caracterização da qualidade do material orgânico compostado

Análises químicas e físicas foram procedidas a fim de se conhecer o teor de umidade, pH, carbono, nitrogênio, ésteres de forbol e outras características da torta de pinhão manso, esterco de cavalos e composto orgânico separados e nos tratamentos, antes, durante e depois do processo de compostagem.

4.4.1 Determinação da umidade a 65 °C

A determinação da umidade e das demais características das amostras dos materiais orgânicos coletados foi realizada nos Laboratórios da Embrapa Solos seguindo o método 03.09-A (TMECC, 2001).

A umidade foi determinada medindo-se os pesos da amostra antes e depois das secagens com auxílio da fórmula, $U = 100 \times N/P$, na qual $N = n^\circ$ de gramas de umidade (perda de massa em gramas) e $P = n^\circ$ de gramas da amostra. As amostras secas a 65 °C foram retiradas da estufa em 48 h.

Os sólidos totais (g/g) são a fração sólida (percentagem) de um composto que não se evapora a 65 ± 5 °C, que consiste dos sólidos fixos, sólidos voláteis biodegradáveis, e sólidos voláteis que não são prontamente biodegradáveis. Estes se

calculam através da fórmula $ST = U - 100$, no qual U é a umidade encontrada para cada caso.

As amostras secas em estufa com circulação de ar, foram então moídas e destinadas para as análises de N, P, K, Ca e Mg. Ainda essas, foram reservadas para análise de pH em água. As amostras destinadas à análise de C total foram secas a 105 °C, moídas e enviadas à análise.

4.4.2 Determinação de nitrogênio total

As análises de N total se deram através do método de Kjeldahl, (BREMNER, 1965) (Destilador Semiautomático Kjeldahl - VELP Scientifica/ VDK142/2008), no qual se fez a digestão das amostras com ácido sulfúrico, e o nitrogênio na matéria orgânica foi a $(NH_4)_2SO_4$, gerando NH_3 pela adição de NaOH. A amônia foi destilada por arraste a vapor e recebida em solução de ácido bórico, e o borato de amônio formado foi então titulado com ácido clorídrico na presença de indicador de ácido/base.

Para tal, foi pesado 0,1 g de amostra moída e seca a 65 °C e colocado em tubo de digestão. Juntou-se então 7 ml da mistura digestora (água, Na_2SO_4 , $CuSO_4$ e H_2SO_4) às amostras.

Esta mistura foi levada a um bloco digestor e submetida à temperatura de 350 °C, permanecendo assim até completar a digestão, caracterizada pela obtenção de um líquido de cor azul-esverdeado.

Foi adicionado à saída da solução no microdestilador cerca de 10 ml de solução de ácido bórico com indicador, formando assim borato de amônio. Este foi titulado com HCl até que o indicador virasse de verde para azul. Os resultados foram indicados em g/Kg.

4.4.3 Determinação de potássio

Os teores de potássio foram determinados por fotometria de chama após diluição do extrato oriundo da digestão nitro-perclórica, ajustando-se a sensibilidade do aparelho com os padrões adequados (JONES & CASE, 1990).

Foram pesados para isso, 0,25 g de amostra moída e seca a 65 °C e colocados para digestão em micro-ondas junto com 7 ml de HNO_3 e H_2O_2 , avolumados para 30 ml. Depois a solução digerida foi enviada para o fotômetro de chama para que fosse possível proceder às leituras das amostras. Os resultados foram indicados em g/Kg.

4.4.4 Determinação de fósforo, cálcio e magnésio

As análises por colorimetria (MALAVOLTA, 1989), basearam-se na formação de um composto amarelo do sistema vanadomolibdofosfórico em 0,2 a 1,6 N. A cor foi medida em fotocolorímetro ou em espectrofotômetro utilizando um filtro de 420 nm.

Foram pesados para isso, 0,25 g de amostra moída e seca a 65 °C, da mesma forma que na determinação de potássio. Os resultados foram indicados em mg/Kg.

4.4.5 Determinação do pH em água

Utilizou-se o procedimento de Peixoto (2008), adaptado do Método 04.11 (TMECC, 2002). Foram pesados 10 g de cada amostra fresca, previamente armazenadas em geladeira. Foram adicionados às mesmas, 50,0 ml de água deionizada e colocadas para agitar em agitador orbital Nova Ética, modelo tipo Kline, em velocidade máxima de 180 RPM por 20 minutos.

Após esse tempo as amostras foram deixadas para descansar por 1 hora. Em seguida foi calibrado o pHmetro com as soluções padrão tampões de pH 4,0 e pH 7,0 e determinados os valores de pH nos extratos 1:5 das amostras, tomando o cuidado de lavar os eletrodos com água deionizada entre leituras e recheando sua calibração em solução tampão a cada 10 ou 12 leituras.

4.4.6 Determinação de carbono total

A análise de C total foi feita com método de combustão seca utilizando um Determinador de Carbono (Anton Paar/MultiEA2000/2006).

Foram pesadas 30 mg de cada amostra de composto fresca e seca a 105 °C, as quais em seguida foram moídas em moinho e peneiradas em peneira 0,5 mm.

O equipamento foi regulado para análise a 1.200 °C por 4 minutos (dentro do forno), levando um tempo total de análise para cada amostra de cerca de 7 minutos.

A tecnologia utilizada para a leitura do carbono foi a "Non-dispersive infra-red (NDIR)" e a espécie gasosa lida estava na forma de CO₂. Os resultados foram indicados em g/kg.

4.4.7 Determinação do conteúdo de ésteres de forbol

A determinação do conteúdo de ésteres de forbol presentes na torta antes de se iniciar o processo de compostagem e nas amostragens durante e ao fim dos experimentos no Laboratório de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência da Embrapa Agroindústria de Alimentos, utilizando as indicações de Makkar et al. (1997) para extração dos compostos de interesse a partir da matriz.

Amostras de 1,5 g foram pesadas. Estas eram maceradas em gral com 20 ml de metanol por 5 minutos com ajuda de um pistilo. Em seguida era procedida uma filtragem simples com papel de filtro qualitativo (porosidade: 3 micras).

Os resíduos do pilão juntamente com os retidos no filtro eram misturados e macerados por mais 5 minutos com 20 ml de metanol. Em seguida foram novamente filtrados. Estas etapas se repetiram por mais 3 vezes.

Os resíduos (retido no filtro e no gral) foram adicionados a 50 ml de metanol e submetidos a ultrassom (105 W) por 3 minutos. Essas misturas eram então filtradas e adicionadas à fase líquida das outras 5 filtrações.

Os filtrados eram então secos em rotaevaporador (40 °C), dissolvidos posteriormente em 5 ml de DMSO, filtrados em membrana de 0,2 µm, e cerca de 20 µl eram reservados para análise em HPLC (High Performance Liquid Chromatography), realizadas no Laboratório de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência da Embrapa Agroindústria de Alimentos.

O sistema de cromatografia líquida utilizado para o desenvolvimento dos métodos consistiu de um módulo de separações Waters®-e2695 em interface com um detector de feixe de diodos Waters® 2998 (PDA). A coluna analítica foi da marca Thermo Scientific do tipo BDS HYPERSIL C – 18, com dimensão de 100 x 4,6 mm e tamanho de partícula de 2,4 µm. Dois solventes foram utilizados: (A) Solução de ácido fórmico (0,4 %) e (B) acetonitrila (HAAS et al., 2002).

Os solventes foram filtrados e degaseificados por ultrassom antes do uso. O gradiente usado consistiu de: início com 60 % de A e 40 % de B por alguns minutos, depois, por 10 minutos, A passou a 50 % e B foi aumentado para 50 %. Em seguida, por mais 30 minutos, o gradiente A foi reduzido a 25 % e o B aumentado para 75 %. Após este tempo B foi aumentado para 100 % por 15 minutos (**Tabela 5**).

Tabela 5. Gradiente de concentração dos eluentes da coluna cromatográfica.

Tempo (min)	Solução de ácido fórmico (0,4%)	Acetonitrila
Início	60%	40%
10	50%	50%
30	25%	75%
30	0%	100%

Por último a coluna foi lavada com o eluente B apenas por mais 15 minutos, quando, ao final, uma nova amostra é preparada para injeção e o aparelho é reajustado às condições iniciais (60 % de A e 40 % de B).

A separação foi procedida em temperatura ambiente (22 °C) e o fluxo de injeção foi de 1,3 ml/min. Os picos foram monitorados a 280 nm, os espectros comparados com a literatura (DEVAPPA et al., 2013) e as áreas de cada pico foram obtidas. Os resultados foram expressos em mg/g como equivalentes a forbol 12-miristato 13-acetato (PMA) do laboratório Sigma ®, padrão utilizado para curva de calibração.

4.4.7.1 Curva de calibração

Cerca de 1 mg de padrão, PMA, foi dissolvido em 1,5 mL de DMSO. Feito isso, foram preparadas seis soluções em diferentes concentrações do padrão: 10, 20, 40, 60, 80 e 100 µg.ml⁻¹, respectivamente. Estas soluções foram injetadas no sistema de HPLC para que fosse medido o conteúdo de ésteres de forbol na forma de PMA. As áreas dos picos e as concentrações de ésteres de forbol foram plotadas em um gráfico de eixos Y e X, respectivamente. A curva de calibração construída com os dados foi uma linha reta que passava pelos pontos. Os resultados foram indicados em mg/g.

5. RESULTADOS e DISCUSSÃO

Os resultados abaixo são relacionados às análises químicas e físicas realizadas com os resíduos antes, durante e depois da compostagem em biorreatores.

A umidade é um dos fatores mais determinantes na regulação da atividade microbiana no processo de compostagem. A decomposição por microrganismos ocorre predominantemente nas finas camadas líquidas (biofilmes) sobre a superfície das partículas orgânicas.

Se o teor de umidade cai abaixo a um nível crítico ($< 30\%$), a atividade microbiana diminui e os microrganismos se tornam dormentes. Por outro lado, um teor de umidade que é demasiado elevado ($> 65\%$) pode causar esgotamento de oxigênio e perdas de nutrientes por lixiviação. Em condições subsequentes às anaeróbias, as taxas de decomposição reduzem e ocorrem problemas de odor (De BERTOLDI et al., 1985; FOGARTY e TUOVINEN, 1991; GOLUEKE, 1991; TIQUIA et al., 1996). No entanto, mesmo em condições ótimas, microambientes anaeróbicos podem ocorrer. Por exemplo, Atkinson et al. (1996c) estimou que cerca de 1% de todas as bactérias encontradas na compostagem de resíduos sólidos municipais eram anaeróbias.

A torta de pinhão manso era o resíduo menos úmido, (umidade menor que 4 %), já que a maior parte da água foi separada junto com o óleo, e o mais rico em nutrientes, entre os três utilizados. Em contrapartida, o esterco de cavalos era o resíduo mais úmido (acima de 70 %), necessitando menor aporte de água ao início do processo (**Tabela 6**).

Tabela 6. Composição química dos resíduos de torta de *Jatropha curcas*, esterco de cavalos e composto de resíduo vegetal.

Resíduo	Umidade	N	C	K	C/N	P	Ca	Mg	pH
		%					%		
Torta de pinhão manso	3,4	2,6	47,6	1,5	18,3	0,5	0,4	0,4	7,0
Esterco de cavalos	71,4	1,6	42,5	1,5	26,6	0,4	0,4	0,1	7,6
Composto orgânico	40,0	0,6	8,1	0,2	13,6	0,0	0,6	0,2	7,7

* Nitrogênio (N), Carbono Total (C), Potássio (K), relação C/N, Fósforo (P), Cálcio (Ca), Magnésio (Mg) e pH em água. Valores em percentagem são em base de massa (g/100g).

Em um trabalho sobre a digestão anaeróbia da torta de pinhão manso, os autores Grimsby et al. (2013) inicialmente encontraram 92,2 % de sólidos totais neste resíduo. Este valor é muito próximo ao encontrado nesta dissertação, na qual a torta tinha 3,4 % de umidade.

Os níveis de carbono encontrados inicialmente na torta de pinhão manso correspondem aos mesmos encontrados por Devappa et al. (2010). Em um estudo avaliando a biodegradabilidade dos ésteres de forbol da torta de pinhão manso no solo de Jaipur (Rajasthan, Índia), os autores encontraram níveis de 5,3 % (g/100g) de nitrogênio, e 7,3 % de umidade e 45,5 % de C (carbono) na torta antes do início do

trabalho. Estes dois primeiros valores são um pouco mais que o dobro dos encontrados neste experimento, porém o teor de carbono encontra-se muito parecido (**Tabela 6**).

Em outro trabalho consorciando torta de pinhão manso com dejetos de animais, em pequenas leiras de compostagem, os pesquisadores Das et al. (2011), avaliaram algumas propriedades químicas da torta de pinhão manso. Os profissionais encontraram resultados bastante similares ao experimento em questão. As concentrações de nitrogênio, fósforo e potássio foram de 2,93 %, 0,96 % e 0,85 %, respectivamente, a relação C/N foi de 10,2 e o valor médio entre três amostras indicaram um pH inicial da torta de 6,28.

Grimsby et al. (2013) calcularam ainda os valores de C/N, C e N totais da torta de pinhão manso que seria usada nos ensaios anaeróbicos. Respectivamente, os valores foram de 13, 52,2 % e 4 %. Os pesquisadores também mediram a concentração de fósforo (P), encontrando cerca de 0,9 %. Todas essas concentrações, exceto C/N, são superiores ao trabalho dissertado em questão. A relação C/N encontrada é maior por que os valores, tanto de C e N, são menores.

O resultado da análise estatística por componentes principais é mostrado na figura 25 e na tabela 7.

Tabela 7. Coeficientes de correlação de Pearson das variáveis originais com cada fator (Carregamentos dos Fatores com Varimax normalizada) da Análise de Componentes Principais.

Variáveis	Fator Compostagem	Fator Resíduo Orgânico	Fator Relação C/N
Temperatura	0,899556	-0,009864	0,150745
CO₂	0,758392	-0,157981	0,265799
O₂	-0,861953	0,162329	-0,172334
Nitrogênio	-0,186259	0,903715	-0,368806
Carbono	-0,067672	0,930644	0,335192
Relação C/N	0,156161	-0,002575	0,957692
pH	0,818289	-0,103892	-0,020059
Umidade	0,607392	0,08201	0,321637
Ésteres de Forbol	-0,839758	0,220147	0,335112
Variância Explicada	3,934695	1,800196	1,504771
Total Correspondente	0,437188	0,200022	0,167197

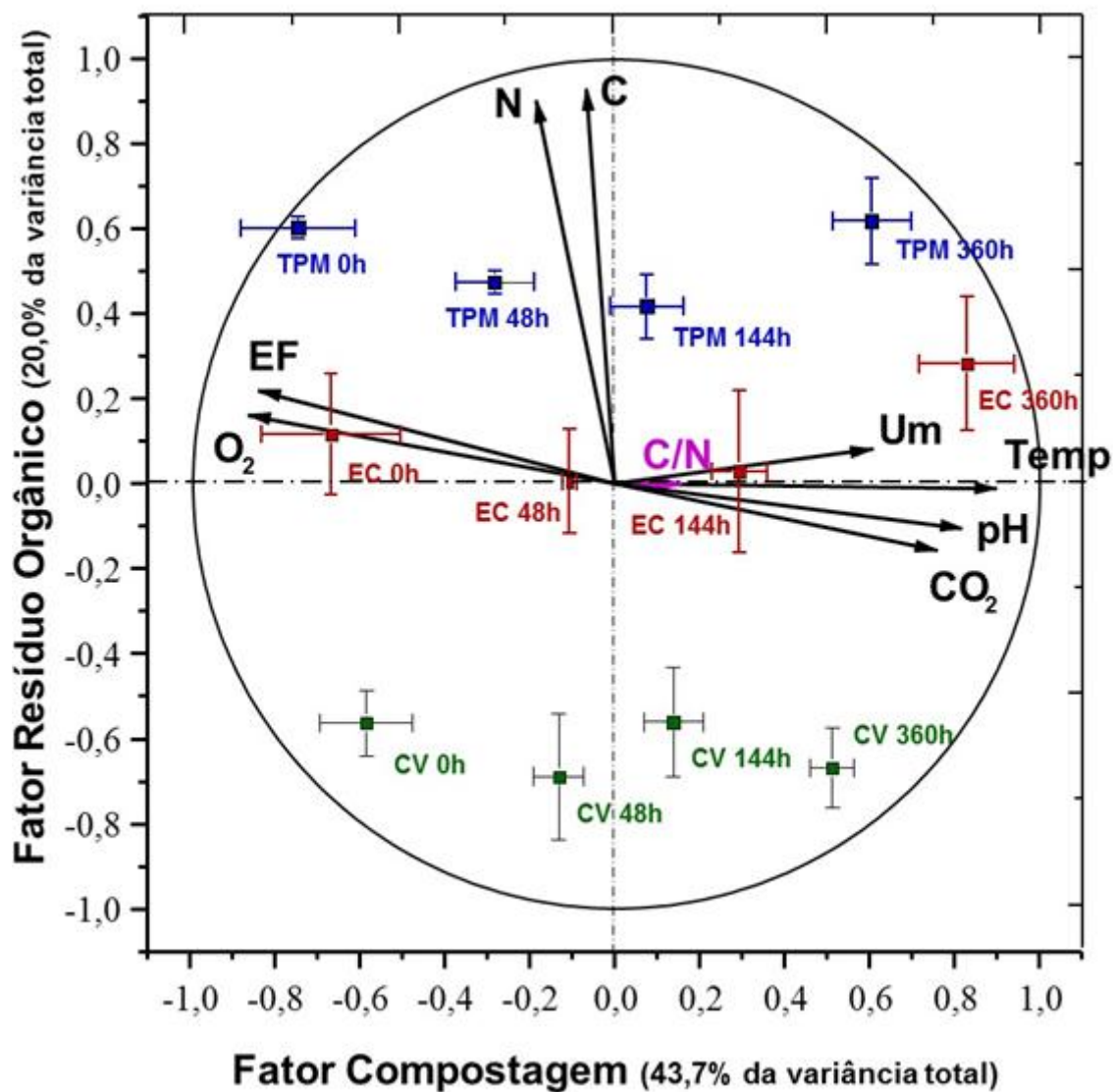


Figura 25. Gráfico biplot dos carregamentos e escores fatoriais das variáveis originais, após a rotação Varimax, obtidas da caracterização dos resíduos orgânicos (C, N, C/N, pH, Umidade, e equivalentes de ésteres de forbol) e dos parâmetros avaliados nos biorreatores (Temperatura, CO₂ e O₂). As barras horizontais e verticais são os desvios padrões dos três blocos avaliados para os fatores: compostagem e resíduos orgânicos, respectivamente. O círculo de raio unitário indica a comunidade máxima ($R^2 = 1$). Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

De acordo com a abordagem da análise de componentes principais (ACP), resumida na figura 25 e tabela 7, pode-se concluir que o fator compostagem é a componente (CP1) que explica a maior variabilidade dos dados observados. Esse fator explica 43,7 % da variabilidade total, e é caracterizado por elevados carregamentos

positivos para temperatura, CO₂ e pH e negativos para O₂ e ésteres de forbol. Portanto, há muita variabilidade que não está sendo explicada pelo fator compostagem. Dessa forma é traçada outra componente (CP2), referente ao fator resíduos orgânicos, perpendicular à CP1 no plano ortogonal que explicou 20 % da variabilidade restante (o máximo da variância que sobrou), e foi caracterizado por elevados carregamentos positivos para nitrogênio e carbono. Essas duas componentes são independentes, mas as variáveis dos dados dentro de cada componente podem estar mais ou menos correlacionadas. Na última componente (CP3), referente ao Fator Relação C/N, apenas a variável relação C/N foi importante para esse fator que explicou 92 % ($=0.957692^2$) de toda variância (variabilidade) dessa variável.

Na figura 25 pode-se observar que a importância ou influência da variável para o processo de compostagem aumenta com sua proximidade do círculo de raio unitário (corresponde a $R^2 = 1$), por exemplo, de modo positivo em ordem decrescente sendo temperatura, pH, CO₂, umidade, que estão agrupados no lado direito do gráfico Biplot, e distanciados da relação C/N que pode não ter se relacionado ou se diferenciado na compostagem nesse trabalho, ou estar direcionada em outro eixo tridimensional.

O teor de O₂ e o teor de ésteres de forbol (EF) estão agrupados em posição oposta a essas variáveis e se relacionando negativamente com a compostagem, indicando relação direta entre o consumo de O₂ e a emissão de CO₂ na compostagem (afins à respiração microbiana), e a diminuição do teor de EF com a compostagem da TPM nos tratamentos estudados.

Os teores de C e de N estão agrupados numa posição perpendicular e positiva em relação aos outros dois grupos no gráfico Bi-plot, e mais fortemente relacionado com as características dos resíduos orgânicos. Em relação aos tratamentos estudados, observa-se um aumento no teor de N e de C nos tratamentos conforme se aproximam dessas variáveis no gráfico bi-plot, onde $TPM \geq TPM+EC > TPM+CV$. Também se observa que não houve diferença entre tempos de compostagem no TPM+CV nem no TPM+EC, mas nota-se uma diferença na TPM entre 0 h e 360 h, em relação a 48 h e 144 h.

A análise de variância multivariada (ANOVA com medidas repetidas) para o fator Compostagem, resumida na tabela 8, mostra que houve variação nos tratamentos e no tempo, indicando interação entre o tempo e o tratamento.

Na figura 26, o fator compostagem em relação aos tratamentos e ao tempo é uma função de $Y_0 + A e^{-x/t}$, sendo que t representa o tempo de residência de cada variável,

Y_0 , o valor do parâmetro quando t tende ao infinito, ou seja, a máxima do fator compostagem para cada variável e A , a amplitude (tempo zero).

Com isso, o tratamento TPM obteve uma cinética de compostagem inferior aos demais tratamentos durante o processo como um todo, ou seja, demorou mais tempo para a temperatura, o pH e emissão de gás carbônico aumentarem. Porém quando o tempo tender a infinito, a compostagem será mais intensa no tratamento com esterco, em relação aos demais tratamentos.

No tempo 0 h, não há diferença significativa entre os tratamentos ao nível de 5 % de probabilidade (**Figura 26**).

Tabela 8. Análise de variância com medidas repetidas para o fator compostagem.

FV	SQ	GL	QM	F	p
Intercepto	-0,00000	1	-0,000000	-0,0000	1,000
Bloco	0,09511	2	0,047554	0,7815	0,517008
Tratamento	3,434	2	1,717	28,225	0,004378
Resíduo	0,2434	4	0,060849		
Tempo	29,059	3	9,686	172,485	0,00000
Tempo*Bloco	0,321	6	0,0535	0,9527	0,494697
Tempo*Tratamento	1,171	6	0,195275	3,477	0,031463
Resíduo	0,67391	12	0,056159		

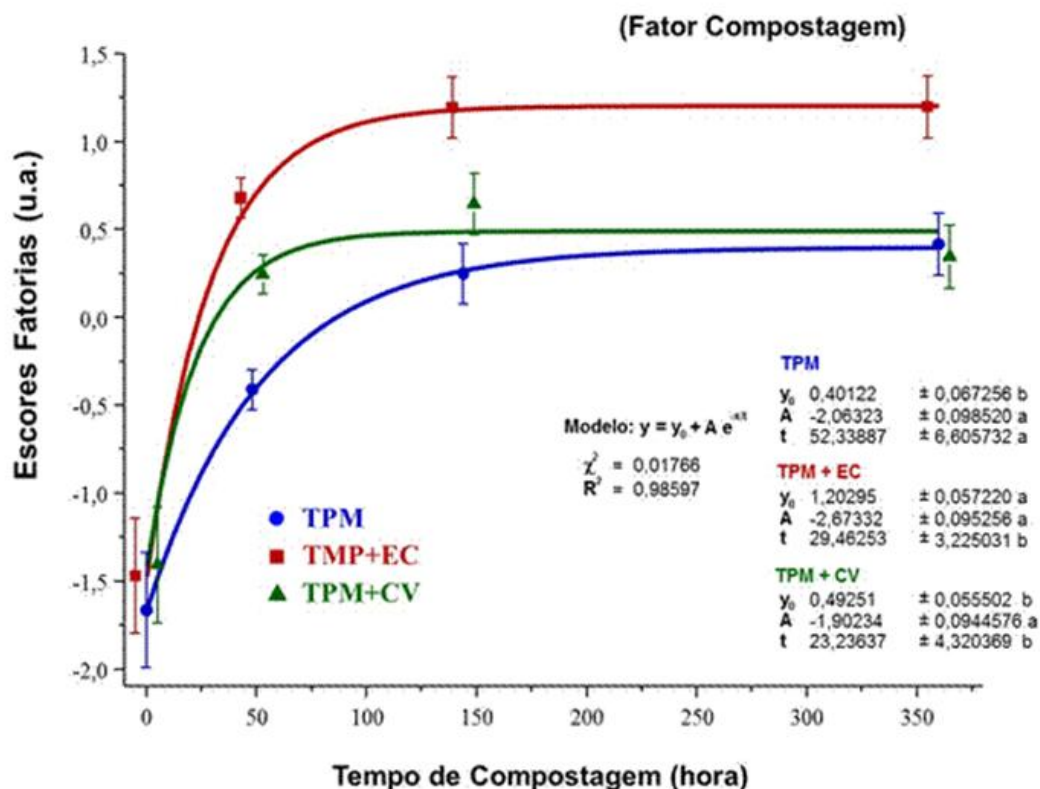


Figura 26. Fator compostagem em função da interação Tratamento vs. Tempo. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Os parâmetros dos diferentes tratamentos seguidos pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Sendo a compostagem um processo biológico de decomposição da matéria orgânica, a presença de água é imprescindível para as necessidades fisiológicas dos organismos, os quais não vivem na ausência de umidade (KIEHL, 1985).

A variabilidade dos dados observados pela umidade do processo, por exemplo, não foi tão bem explicada pela componente do fator compostagem, ou seja, nem toda a variância dos dados observados para a umidade do processo, está relacionada a esta componente e consequentemente às demais variáveis. Dessa forma, quando, por exemplo, os dados de temperatura, pH e da emissão de gás carbônico variam, parte da umidade também varia, para mais ou menos, já que a correlação não é tão grande assim (Figura 25 e Tabela 7).

De modo geral, todos os tratamentos se mantiveram durante todo o tempo de compostagem, com teor de umidade dentro da faixa apropriada para o processo e ação

dos microrganismos, entre 40 % e 60 %. Fato comprovado pelo monitoramento da situação ao longo dos momentos de coleta de amostras (**Tabela 9** e **Figura 27**).

Tabela 9. Composição dos resíduos orgânicos em função dos tratamentos e tempos de compostagem em biorreatores de bancada. Tratamentos - TPM: Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC: Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV: Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Tratamento	Tempo (hora)	N	C	C/N	pH	Umidade
		(%)				(%)
TPM	0	2,6	48,5	18,7	6,5	41,2
	48	2,5	47,9	19,4	7,9	46,9
	144	2,3	47,5	20,2	8,2	53,5
	360	2,6	47,0	18,2	8,4	53,1
TPM + EC	0	2,1	46,7	22,7	7,4	54,7
	48	1,8	45,6	25,5	8,1	58,1
	144	1,8	44,8	25,4	8,3	72,6
	360	2,1	45,0	21,8	8,6	69,2
TPM + CV	0	1,7	31,4	18,2	7,0	48,7
	48	1,5	30,1	19,5	8,0	54,1
	144	1,6	33,2	21,4	8,5	53,0
	360	1,6	28,1	17,9	8,7	53,1

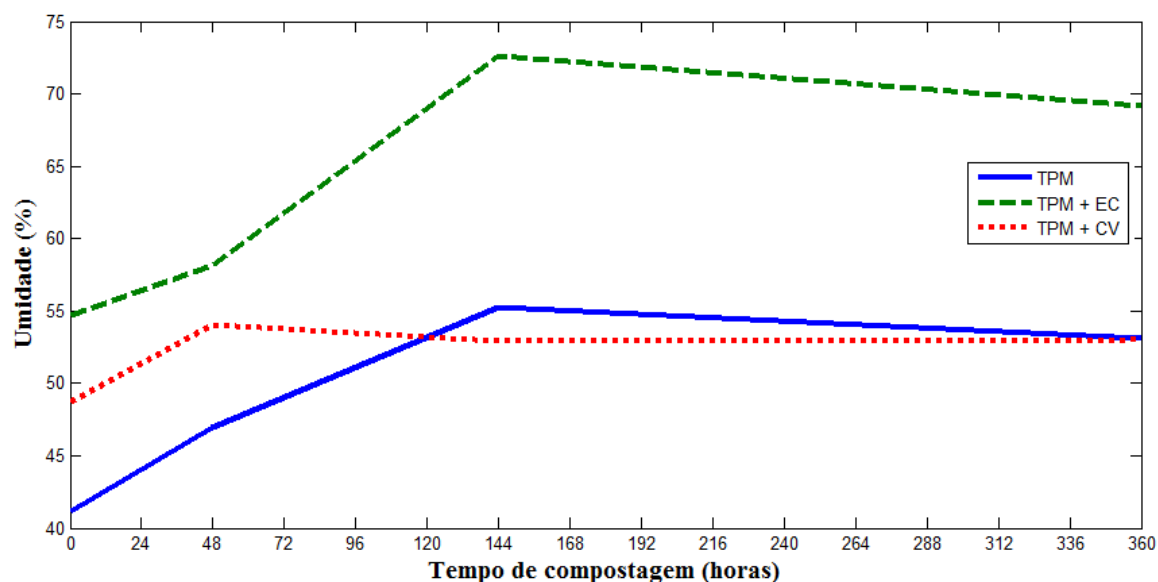


Figura 27. Teor de umidade (% em g/100g) nos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos - TPM: Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC: Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV: Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Entretanto, pode-se observar uma diferença de umidade entre os tratamentos, por exemplo, o tratamento com esterco de cavalos foi o que manteve maior teor de umidade durante o tempo de compostagem, mas com cerca de 70 °C às 144 h e 360 h. Durante as primeiras 48 horas de compostagem em biorreator de bancada, o TPM manteve umidades mais baixas, com cerca de 12,4 % menor que TPM+EC e 7,4 % de TPM+CV, sendo esse com umidade intermediária. A partir de 144 h, TPM e TPM+CV tinham cerca de 53 % de umidade, e TPM+EC cerca de 71 %.

Ou seja, a umidade não deveria ser usada como fator diferencial do comportamento entre os tratamentos, mas pode, à priori, justificar o fato do tratamento TPM ser o único com a cinética do fator compostagem mais retardada que os demais (**Figura 26**).

O manejo da umidade do material orgânico foi feito com a percepção visual e de tato quanto ao aspecto de um material mais seco (< 30 % de umidade), quando então se adicionava um pouco de água, e quando o material estivesse com aspecto de muito úmido (> 65 %), então era preciso revirar (ou misturar) o material para homogeneizar e se evitar o excesso de umidade. Por outro lado, os tratamentos TPM e TPM+CV, como tinham predominância de partículas muito pequenas, compactaram no fundo do biorreator, então os mesmos foram abertos para homogeneização dos resíduos.

O nitrogênio é um elemento necessário em quantidades relativamente altas, por fazer parte da estrutura dos aminoácidos, proteínas etc. Junto com o carbono, o nitrogênio é relacionado principalmente na indicação do tempo de duração e na dificuldade da decomposição do material a ser compostado, nesse caso em geral se considera que quanto maior a relação C/N, maior o tempo de decomposição do resíduo (INÁCIO e MILLER, 2009).

A análise estatística multivariada de ACP concluiu que os dados de nitrogênio e carbono não são explicados pela componente principal fator compostagem, mas estão relacionados com a segunda componente fator resíduo orgânico. Como os dados dos escores para essas variáveis foram computados como independentes, a análise de variância multivariada (ANOVA com medidas repetidas) aplicada indicou haver diferenças entre tratamentos conforme significância do teste F (**Tabela 10**).

Tabela 10. Análise da variância com medidas repetidas para o Fator resíduo orgânico.

FV	SQ	GL	QM	F	P
Intercepto	-0,00000	1	-0,000000	-0,0000	1,000
Bloco	0,03424	2	0,01712	0,1206	0,88949
Tratamento	32,066	2	16,033	112,955	0,000303
Resíduo	0,56777	4	0,14194		
Tempo	0,42358	3	0,14119	20,530	0,160164
Tempo*Bloco	0,3582	6	0,0597	0,868	0,545014
Tempo*Tratamento	0,72443	6	0,12074	17,555	0,191464
Resíduo	0,8253	12	0,06878		

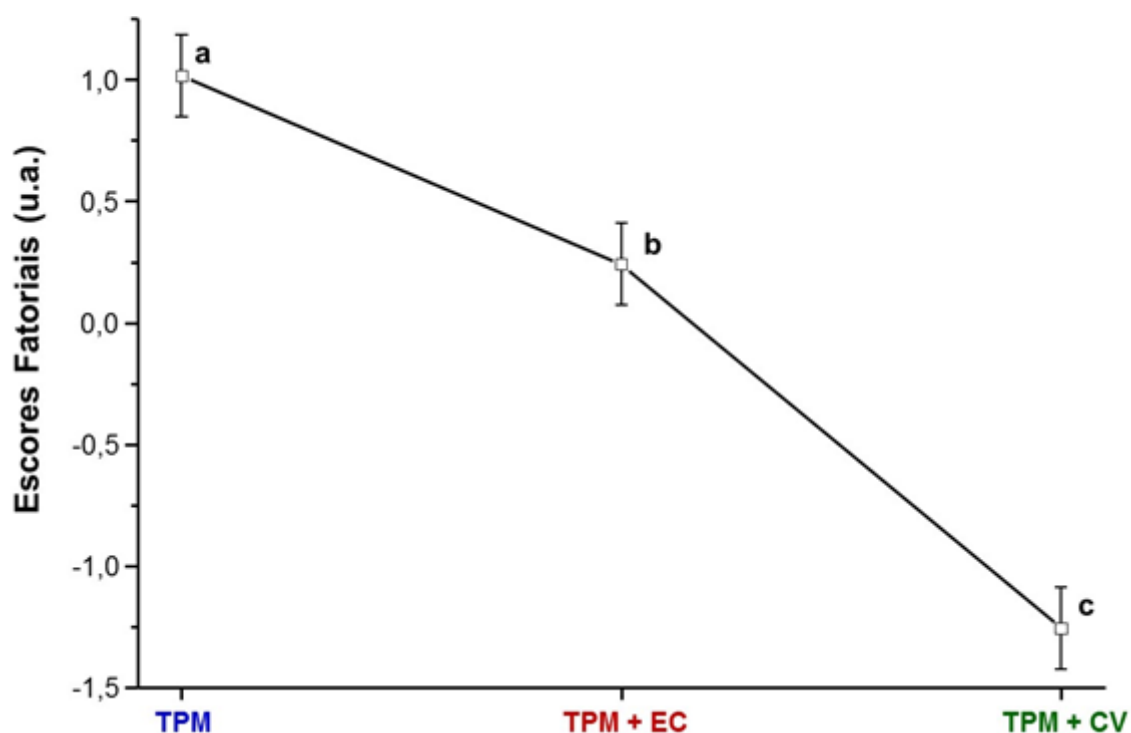


Figura 28. Fator resíduo orgânico em função dos tratamentos. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Médias seguidas pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste de Tukey. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

De acordo com a análise estatística multivariada, os valores para esse conjunto de dados (nitrogênio e carbono), variaram estatisticamente ao nível de 5 % de

probabilidade em função dos tratamentos. Ou seja, o tratamento com apenas torta foi superior ao com esterco, que por sua vez foi superior ao com composto (**Figura 28**).

No trabalho em questão, de modo geral observa-se que praticamente não houve variação nos tratamentos do teor de N com o tempo de compostagem de 0 a 360 horas, mas a TPM apresentou maior quantidade de N, variando em torno de 2,5 % em média (g de N / 100 g de matéria seca), seguida do TPM+EC em torno de 1,9 % e TPM_CV em torno de 1,6 % de N (**Tabela 8 e figura 29**).

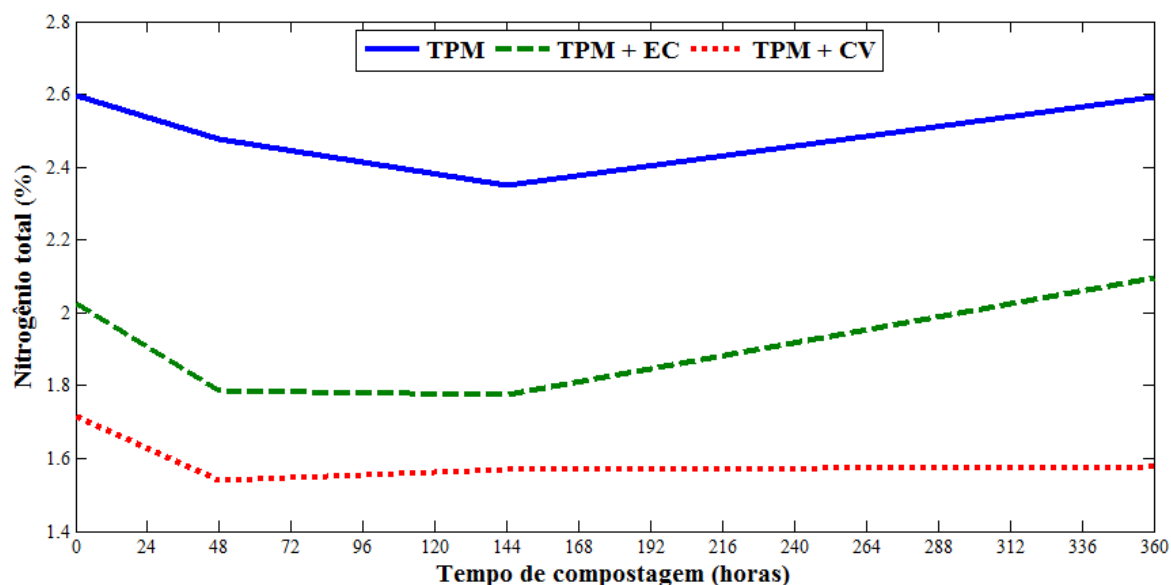


Figura 29. Concentração de Nitrogênio Total (% , em g/100g) nos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais

Grimsby et al. (2013) avaliaram as perdas de nitrogênio total ao final de 71 dias de digestão anaeróbia da torta de pinhão manso. Os autores relataram que a concentração deste elemento foi de 4 % (no início) a 3,9 % no final. Daquele valor, 76,6 % havia sido mineralizado a amônia e nitrato.

Resíduos orgânicos diferem uns dos outros no que diz respeito a seu teor de nitrogênio. O estrume, por exemplo, possui de 1,2 a 6,3 % N (g de N / 100 g de matéria seca), 3,2 % em resíduos de alimentos e aparas de grama geralmente têm altos teores de nitrogênio (2 a 6 % de N), enquanto que materiais mais celulósicos como serragem (0,1 %), palha (0,3 a 1 %) e folhas (0,5 a 1 %) são bastante baixos em nitrogênio (HAUG, 1993).

O carbono é a principal fonte de energia dos microrganismos na compostagem.

Neste experimento, o teor de C teve um comportamento similar ao do N, praticamente sem muita variação dos tratamentos com o tempo de compostagem, sendo que TPM e TPM+EC foram semelhantes, respectivamente com valores próximos de 47,7 % e 45,5 % de C (em g de C / 100 g de matéria seca), e TPM+CV com a menor quantidade de C, variando em torno de 30,7 % em média (**Tabela 8** e **Figura 30**). Isso provavelmente por causa da mistura utilizando o composto de resíduos vegetais que já é um material orgânico já mais estabilizado e maduro.

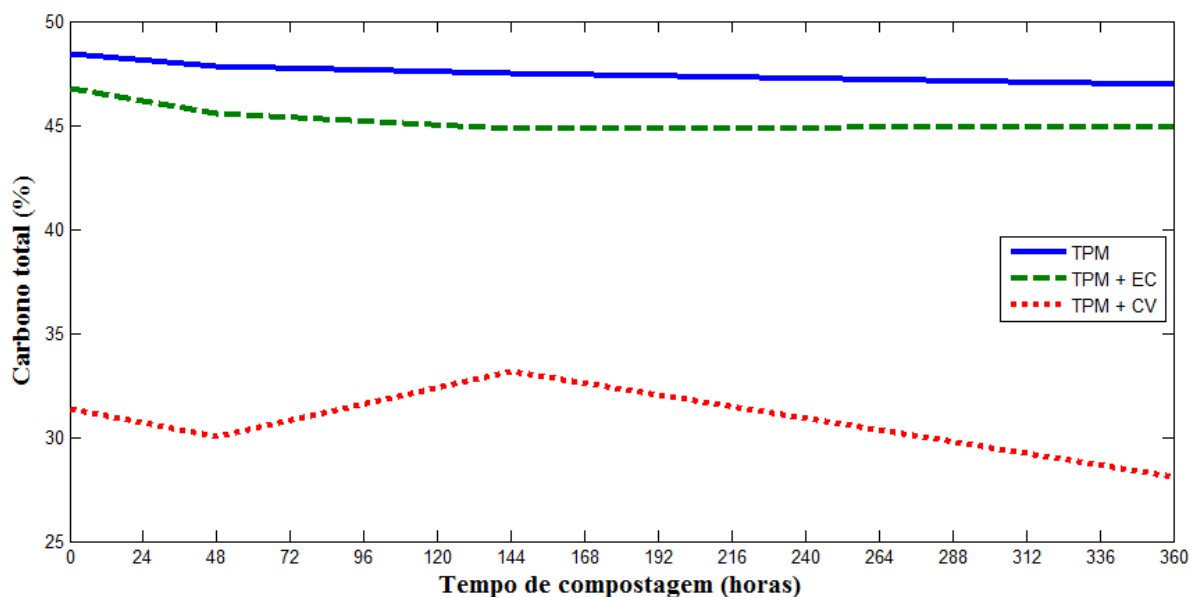


Figura 30. Concentração de Carbono total (% em g/100g) nos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Em geral, uma relação C/N de 25 a 30 é considerada ideal para o início da compostagem (KUMAR et al., 2010). Compostagem com relação C/N menor que essa indicam resíduos com maiores concentrações de nitrogênio, podendo levar a perda do mesmo como gás amônio e valores mais elevados seriam responsáveis por limitar o crescimento de microrganismos.

De acordo com Kiehl (1985), durante a compostagem, a degradação da matéria orgânica leva a uma redução do carbono orgânico por causa de sua perda na forma gasosa como CO₂. O nitrogênio total – ou seja, o nitrogênio orgânico, nítrico e amoniacal - aumenta em virtude da mineralização, consequentemente, ocorre uma

diminuição da relação C/N. Assim, ao final do processo de compostagem com sua maturação ou humificação, esta relação pode chegar a valores entre 8 e 12 (KIEHL, 1998).

Na análise estatística multivariada, a variabilidade dos dados observados para a relação C/N não foi explicada muito bem pela componente fator compostagem, mas sim pelo fator relação C/N. Dessa forma, esta variável não foi correlacionada com nenhuma outra variável, sendo cabível ser analisada então por uma ANOVA separadamente, que indicou haver diferenças entre tratamentos e também no tempo, conforme significância do teste F (**Tabela 11**).

Tabela 11. Análise da variância com medidas repetidas para o Fator relação C/N.

FV	SQ	GL	QM	F	P
Intercepto	0	1	0	0	1,000
Bloco	0,27413	2	0,137063	0,36269	0,716551
Tratamento	18,815	2	9,407	24,894	0,00553
Resíduo	151,163	4	0,377907		
Tempo	7,639	3	2,546	8,105	0,00323
Tempo*Bloco	166,244	6	0,277074	0,88192	0,536502
Tempo*Tratamento	132,659	6	0,221098	0,70375	0,65275
Resíduo	377,004	12	0,31417		

Em função dos tratamentos, esta relação foi diferente significativamente ao nível de 5 % de probabilidade, sendo que relação C/N do tratamento com esterco foi superior aos demais tratamentos (**Figura 31**).

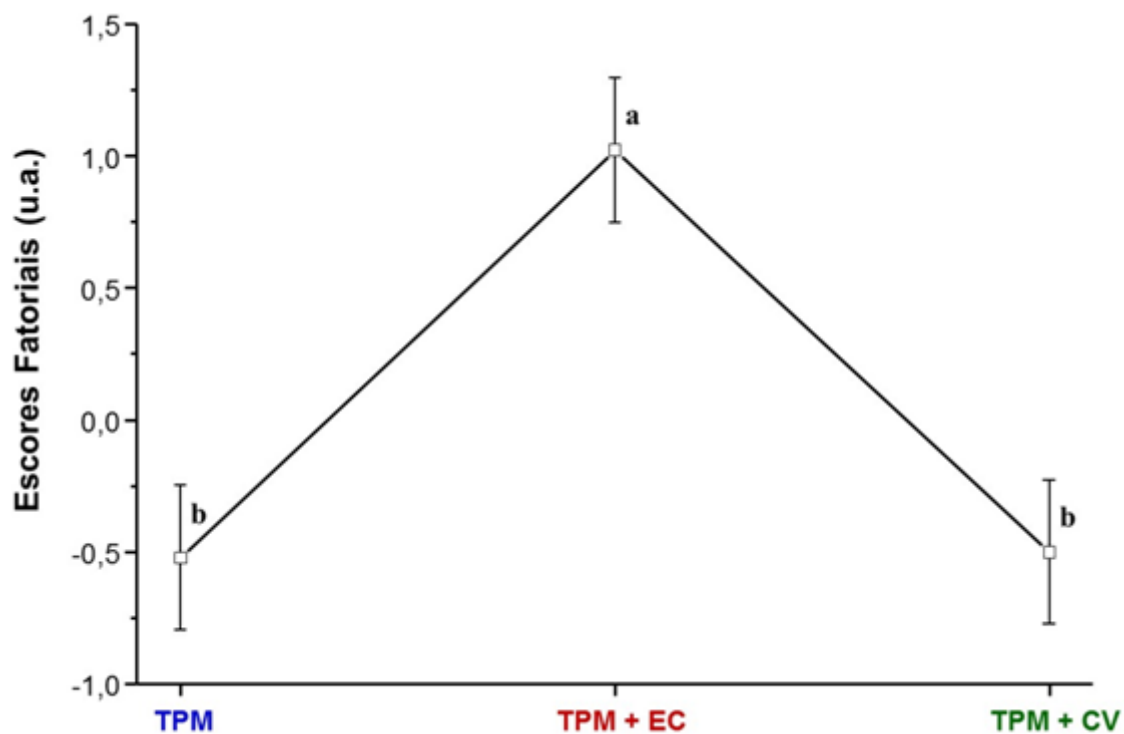


Figura 31. Fator relação C/N em função dos tratamentos. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Médias seguidas pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste de Tukey.

E em função do tempo de compostagem, a relação C/N só diferiu significativamente, ao nível de 5 %, ao final do processo de compostagem. Obtendo um valor inferior aos observados nos três primeiros tempos de compostagem, mas independente do tratamento (**Figura 32**).

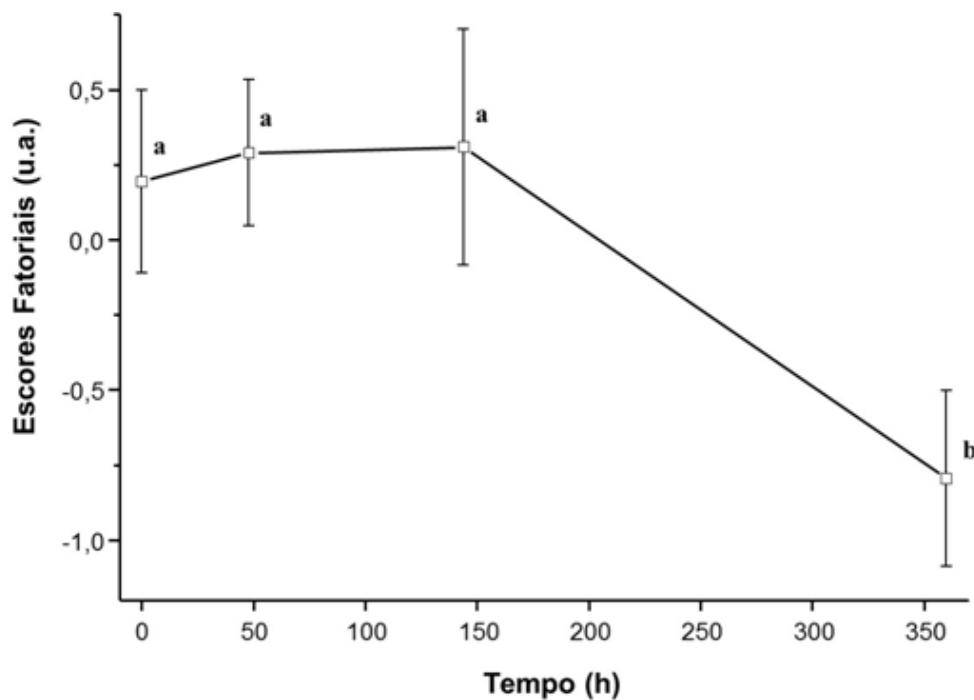


Figura 32. Fator relação C/N em função do tempo. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Médias seguidas pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade pelo teste de Tukey.

Nesse trabalho, de modo geral observa-se que praticamente não houve variação nos tratamentos da relação C/N com o tempo de compostagem de 0 a 360 horas, sendo que TPM e TPM+CV foram semelhantes, respectivamente com valores de C/N mais baixos próximos de 19,1 e 19,3, e TPM+EC com a maior C/N variando em torno de 23,9 em média (Tabela 9 e Figura 33), já que tinha quantidade similar de C e menor de N em relação ao do tratamento TPM; e o TPM+CV os menores teores de C e de N. Essa falta de variação da relação C/N nos tratamentos entre 0 h e 360 h indica que não é um indicador adequado para avaliar o grau de estabilização da compostagem.

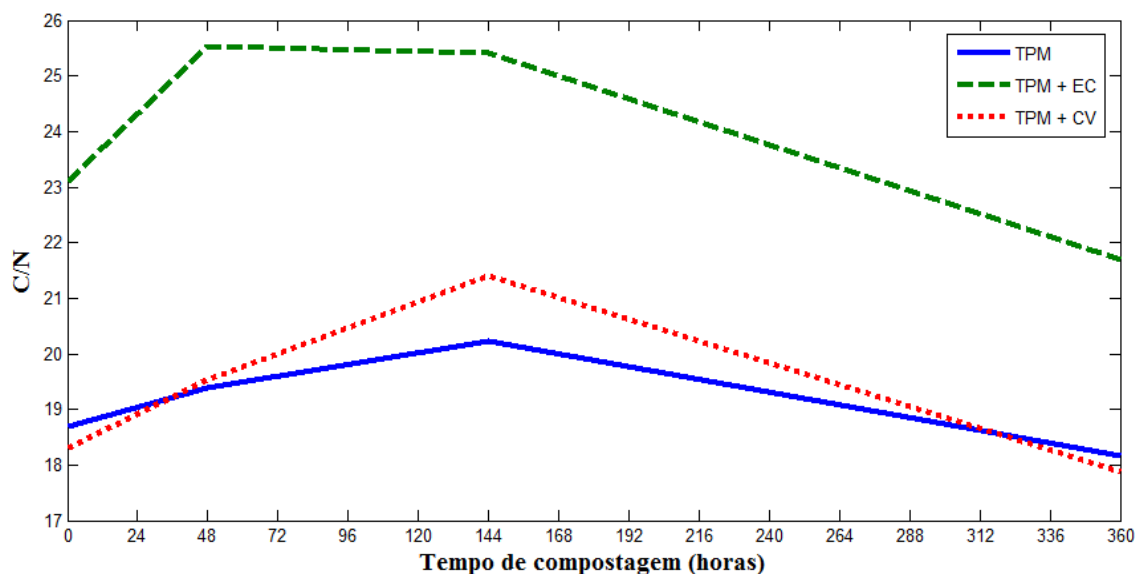


Figura 33. Variação da relação C/N dos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

O uso de resíduos com alta relação C/N pode resultar num produto final com relação próxima de 20, já que muito desse material, geralmente mais grosseiro, ainda se encontra presente no composto.

Chaturvedi et al. (2013), em um experimento com biorreatores de condições aeróbias de compostagem da torta de pinhão manso com outros resíduos e inoculações microbianas, encontraram após 60 dias de experimento, 32,6 % de carbono total e 3,2 % de nitrogênio, levando a uma relação C/N de 9,7. Considerando que inicialmente a concentração de nitrogênio era de 1,87 %, a de carbono total de 17,76 % e a relação C/N de 9,5.

O pH influencia muitos fatores em adubo, incluindo a disponibilidade de nutrientes e substâncias tóxicas, e atividades e natureza das populações microbianas. Ele afeta o processo de compostagem ao afetar a população microbiana e por controlar a disponibilidade de nutrientes para os a mesma.

O pH ótimo para a maioria das bactérias situa-se entre 6,0 e 7,5, enquanto que para fungos e actinomicetos é entre 5,5 e 8,0. Um pH abaixo e mais elevado do que a faixa ótima reduz a atividade microbiana e os processos biológicos. Além disso, o pH é um indicador da qualidade do composto e uma ferramenta útil para determinar o seu potencial de aplicação (TMECC, 2002).

Os valores de pH obtidos nesse trabalho podem ser observados na tabela 9 e na figura 34. Nota-se um valor diferenciado entre os tratamentos no início da compostagem, sendo de 6,5, 7,0 e 7,4 respectivamente para TPM, TPM+CV e TPM+EC, que logo aumentam em 48 h para cerca de 8,0, e permanecem entre 8,2 e 8,7 até 360 h, portanto, dentro de uma faixa alcalina normal para a compostagem

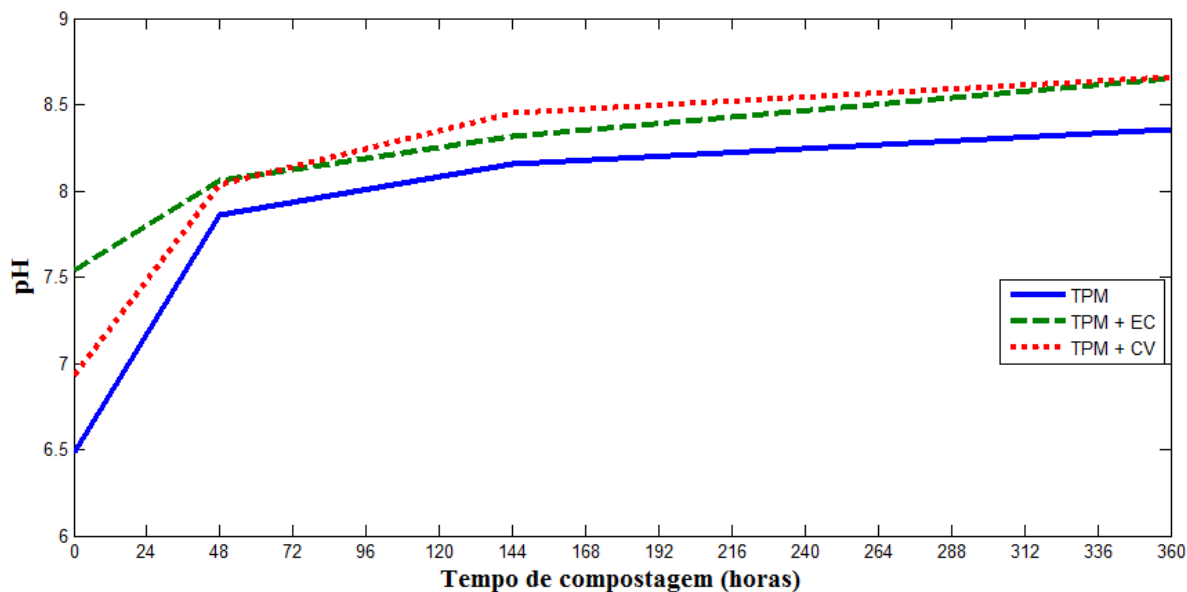


Figura 34. Variação do pH dos tratamentos ao longo do tempo de compostagem. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

A análise de componentes principais concluiu que esta variável é importante para o fator compostagem, o que significa dizer que a variabilidade do pH foi muito bem explicada por esse fator (**Tabela 7**). Ao mesmo tempo ela se correlaciona positivamente com as variáveis temperatura e emissão de gás carbônico (**Figura 25**).

Das et al. (2011) avaliando todos os compostos formados a partir de esterco de cavalos, encontrou valores de pH acima de 9,0 para todas as três repetições, devido à formação considerável de amônia (SHARMA et al., 2009).

Este comportamento está de acordo com o descrito por Kiehl (1998). Segundo o autor, no início do processo a leira passa por uma fase fitotóxica, de caráter ácido, e à medida que o processo se desenvolve o pH passa pela neutralidade, atingindo valores próximos de 7,0, e alcança, no seu decorrer, pH superior a 8,0. Isto acontece porque 98 % do nitrogênio presente no resíduo estão na forma orgânica, porém, no decorrer do

processo o nitrogênio orgânico transforma-se em nitrogênio amídico e depois em nitrogênio amoniacal, dando à massa em decomposição um pH mais elevado ainda, pela reação alcalina, característica da amônia. Nitrosomonas e nitrobactérias transformam esse nitrogênio amoniacal em nitrato (NO_3^-), que é o produto final da degradação do nitrogênio orgânico.

De maneira geral, por ser um sistema fechado, não se espera mudanças nos teores de potássio, fósforo, cálcio e magnésio ao longo do processo de compostagem realizada em biorreatores de bancada, conforme pode ser observado na tabela 12. Em geral a composição desses nutrientes é bem semelhante entre tratamentos, mas com alguma diferença no K indicando $\text{TPM} \geq \text{TPM}+\text{EC} > \text{TPM}+\text{CV}$; e $\text{TPM}+\text{CV}$ com menor quantidade de P.

Tabela 12. Teores de Potássio (K), Fósforo (P), Calcio (Ca) e Magnésio (Mg) dos resíduos orgânicos (% g/100g) dos tratamentos no início (0 h) e no final (360 h) da compostagem em biorreatores de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Tratamento	Tempo (hora)	K	P	Ca	Mg
		%			
TPM	0	1,5	0,5	0,4	0,4
	360	1,9	0,5	0,5	0,5
TPM + EC	0	1,2	0,5	0,5	0,3
	360	1,5	0,5	0,6	0,3
TPM + CV	0	1,1	0,3	0,5	0,3
	360	1,2	0,3	0,6	0,3

Das et al. (2011) ainda avaliaram o teor total de potássio (K) e fósforo (P) nos compostos, 21 dias depois do início do processo, e viram que os mesmos variaram de 0,72 a 1,48 (% g/g) e 0,71 a 2,46 (% g/g), respectivamente. Os teores de potássio do único tratamento com dejetos animal (TPM + EC) encontrados neste trabalho variaram de 1,2 a 1,5 % (**Tabela 12**). As médias máximas dos dois trabalhos são idênticas, mas os dejetos do tratamento do primeiro trabalho são de galinhas, e não de cavalos.

Grimsby et al. (2013) observaram a concentração de fósforo no resíduo ao final do processo anaeróbio. As concentrações finais deste elemento superaram os 1,1 %, 2 % a mais que o observado no início.

Os ésteres de forbol são fitoquímicos tóxicos para uma larga gama de microrganismos inclusive bactérias e fungos (GOEL et al., 2007; DEVAPPA et al., 2010). Uma vez que a toxicidade é inespecífica, é provável que organismos não alvos, bem como os alvos, sejam afetados. Portanto, investigar se compostos produzidos a partir de produtos que contenham éster de forbol, ainda possuam algum teor deste elemento, é essencial para sua segurança ambiental (DEVAPPA et al., 2010).

O processo de degradação de substâncias fitoquímicas em geral depende de vários fatores: temperatura, umidade, pH, capacidade de adsorção, minerais e matéria orgânica; propriedades físicas e químicas do composto e população microbiana. Além disso, a degradação também depende da granulometria do resíduo; partículas menores têm maior área de superfície e menor porosidade, que favorece a colonização do microrganismo, além de promover a atividade e o crescimento microbiano (AMELLAL, 2001; DELHOMENIE, 2002).

As amostras referentes à torta de pinhão manso foram também submetidas à quantificação por meio de cromatografia líquida de alta eficiência para que fossem conhecidos inicialmente os tempos de retenção das substâncias equivalentes a ésteres de forbol antes de se iniciar o processo de compostagem. Todos os picos, cinco no total, apareceram entre 25 e 30 minutos, conforme ilustra a figura abaixo e a tabela 13.

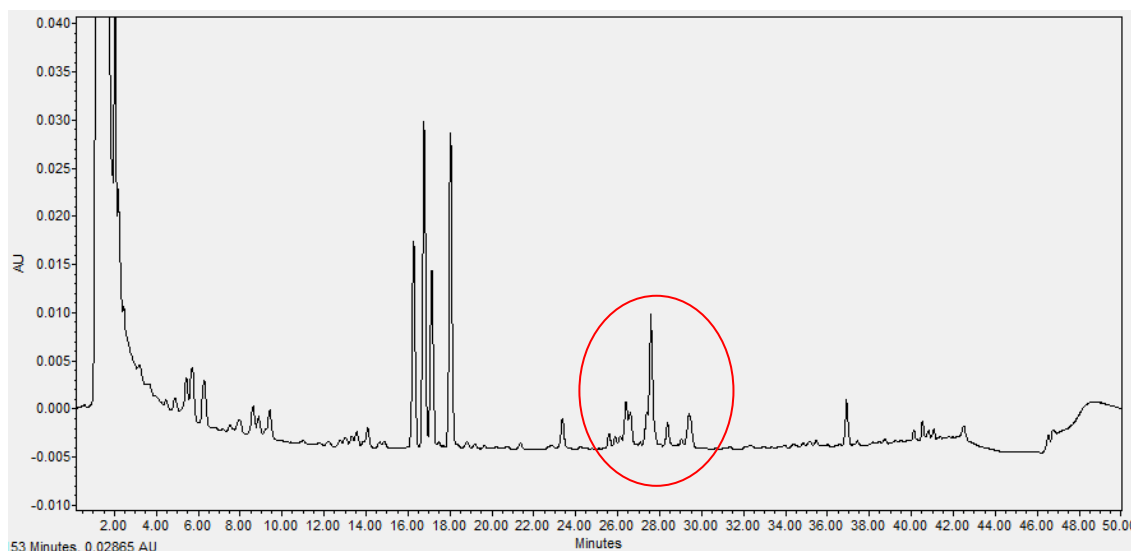


Figura 35. Cromatograma da extração de ésteres de forbol da torta de Pinhão manso (antes da compostagem).

Tabela 13. Detalhamento do cromatograma da torta de pinhão manso (TPM).

Amostra	Picos (n°)	TR (min)	Altura	Área	(µg/ml)	Total (µg/ml)	Equivalentes a Éster de forbol na Torta (mg/g)
TPM	5	25,794	1571	28733	31,75	373,69	0,62
		26,313	6446	121730	135,91		
		27,440	5631	55040	61,21		
		27,515	9671	100308	111,92		
		29,320	2049	29735	32,87		

Makkar et al. (1997), utilizando o mesmo procedimento de extração, porém com eluentes da coluna cromatográfica diferentes (Ácido fosfórico, Acetonitrila e Tetrahidrofurano), e com uma coluna C₁₈ de 250 mm, reportaram que os ésteres de forbol (4 em número) apareceram entre 41 e 48 minutos com concentrações variando entre 0,11 mg/g nas amostras de torta de variedades do México, consideradas não tóxicas, e 2,70 mg/g em amostras de variedades do Cabo Verde. O mesmo padrão Sigma apareceu entre 52 e 53 minutos.

A fim de se conhecer o tempo de retenção do Padrão 12- miristato 13- acetato (Sigma ®), foi injetado também 100 µl do mesmo, solubilizado em 1,5 ml de DMSO (Dimethyl sulfoxide) (**Figura 36**). O único pico surgiu aos 32,5 minutos.

Devappa (2010), utilizando o mesmo método de Makkar et al. (2007), detectou picos de equivalentes a ésteres de forbol entre 26 e 30,5 min. Os resultados também foram expressos como equivalentes de Phorbol 12-miristato 13-acetato (PMA- Sigma, St Louis, MO, EUA), que apareceu entre 31 e 32 min.

Devido a diversas propriedades físico-químicas, os diferentes tipos de ésteres de forbol (natural e sintética) exibem diferentes tempos de retenção e absorção de UV em HPLC. Além disso, o padrão forbol 12-miristato 13-acetato (PMA) não é de *Jatropha curcas*, mas de uma planta croton (*Croton tiglium*). Assim, é imprecisa a utilização deste como meio para expressar a concentração de ésteres de forbol pinhão manso, porém não há outro padrão disponível comercialmente.

Devappa et al. (2013) utilizaram dois padrões em seu estudo: *J. curcas* fator C1, que compreende uma fração principal (51%) dos ésteres totais presentes nas plantas de pinhão (extraído e purificado do óleo de pinhão- não comercial) e PMA, e tem sugerido o primeiro como uma alternativa ao uso do segundo (ROACH et al., 2012). A partir de um fator (fator de quando se usa como padrão C1), de 1,0 : 41,3 (fator de C1 : TPA),

sugerido por Roach et al, (2012), viram que a tendência de concentrações (quando expressa como equivalente ao fator C1) para a torta de pinhão manso, foi semelhante às concentrações expressas em equivalentes de PMA.

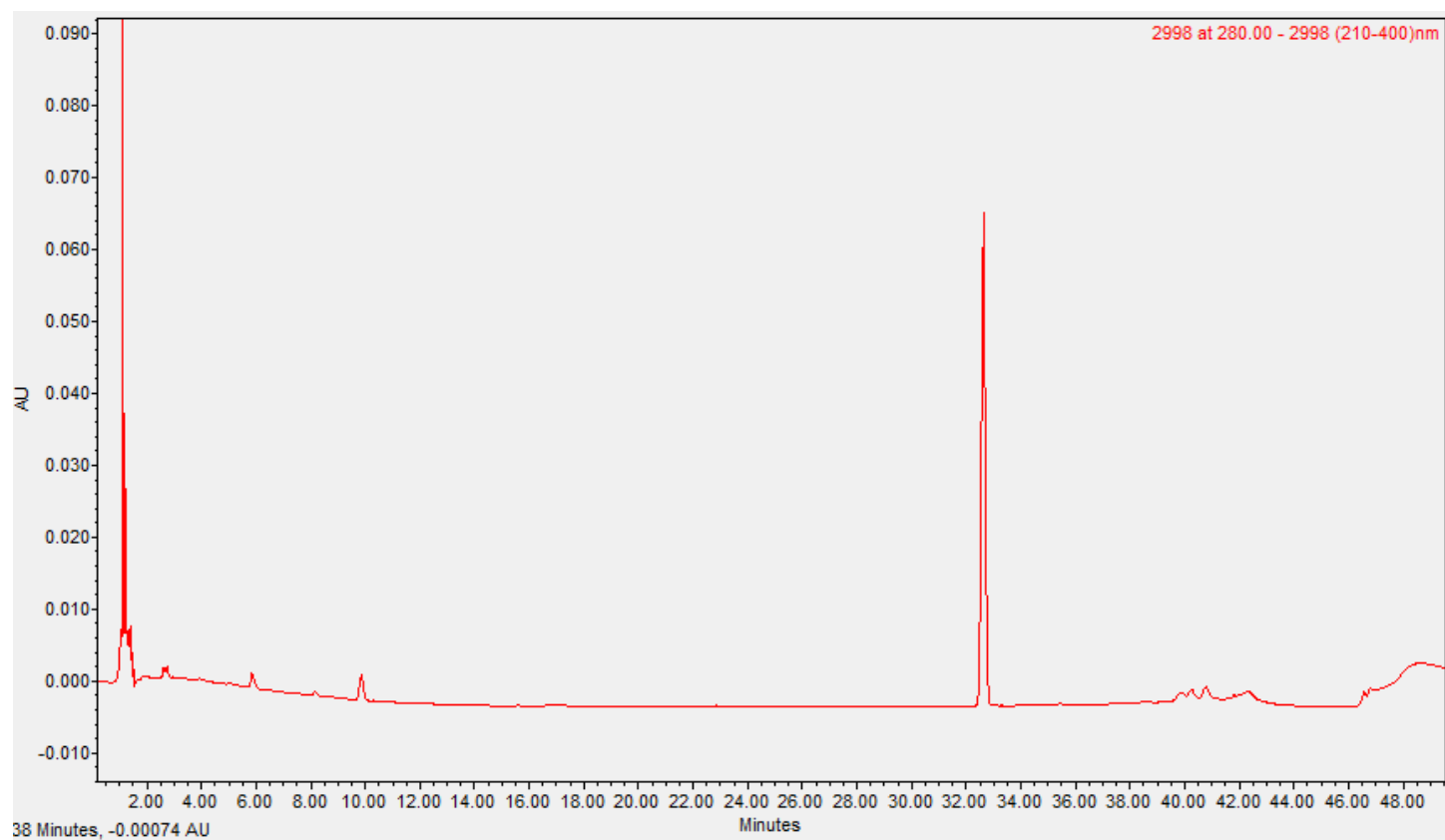


Figura 36. Cromatograma de 100 µl Phorbol 12-miristato 13-acetato em 1,5 mL de DMSO utilizado como padrão para quantificação dos equivalentes de ésteres de forbol.

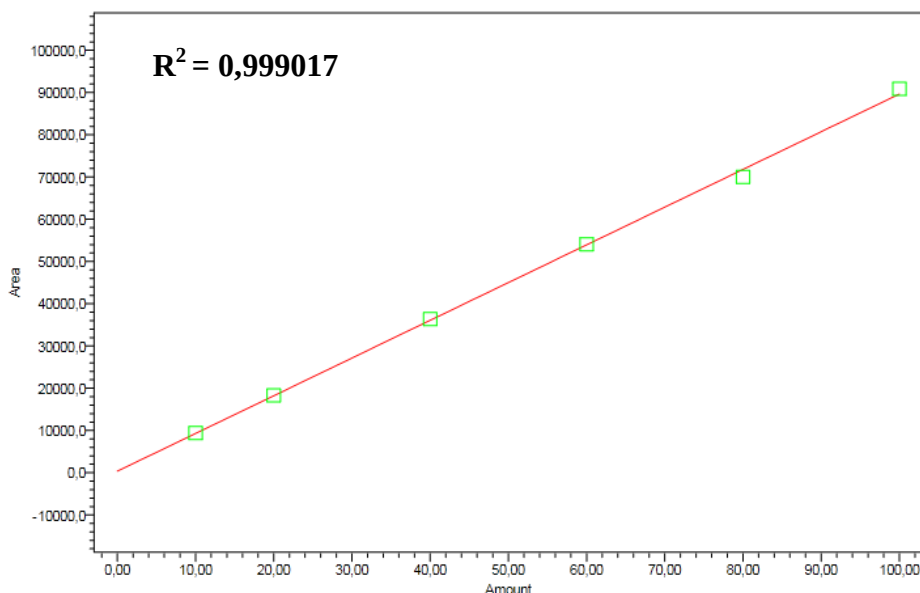


Figura 37. Curva de calibração do padrão de HPLC, Phorbol 12- miristato 13-acetato (PMA).

Tabela 14. Dados dos pontos usados para construção da curva de calibração.

Amostra	Ponto	Valor X ($\mu\text{g ml}^{-1}$)	Área	Concentração (Valor X)	Desvio Padrão (%)
PMA	1	10	9,392,730,739	10,094,967	0,95
PMA	2	20	1,830,859,105	20,080,746	0,40
PMA	3	40	3,637,134,596	40,311,062	0,78
PMA	4	60	5,409,312,813	60,159,487	0,27
PMA	5	80	7,001,990,624	77,997,506	-2,50
PMA	6	100	9,087,588,111	101,356,233	1,35

Equação: $y = Bx + A$

$B = 8,928558e^2$;

$A = 3,79380e^2$;

x = Concentração do padrão PMA ($\mu\text{g ml}^{-1}$);

y = Área.

A partir desta equação, foi possível calcular as concentrações equivalentes a ésteres de forbol presentes nas amostras.

Tabela 15. Concentração de equivalentes de ésteres de forbol em função dos tratamentos e do tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM -

Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos;
TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Tratamento	Tempo (hora)	Equivalentes de ésteres de forbol
		mg g ⁻¹
TPM	0	0,48
	48	0,33
	144	0,21
	360	0,11
TPM + EC	0	0,48
	48	0,19
	144	0,10
	360	0,00
TPM + CV	0	0,27
	48	0,19
	144	0,09
	360	0,04

Os valores das concentrações de equivalentes de ésteres de forbol foram altamente correlacionados às de consumo de gás oxigênio, ou seja, quando há maior consumo de O₂ pela atividade microbiana, da mesma forma há maior degradação dos ésteres de forbol.

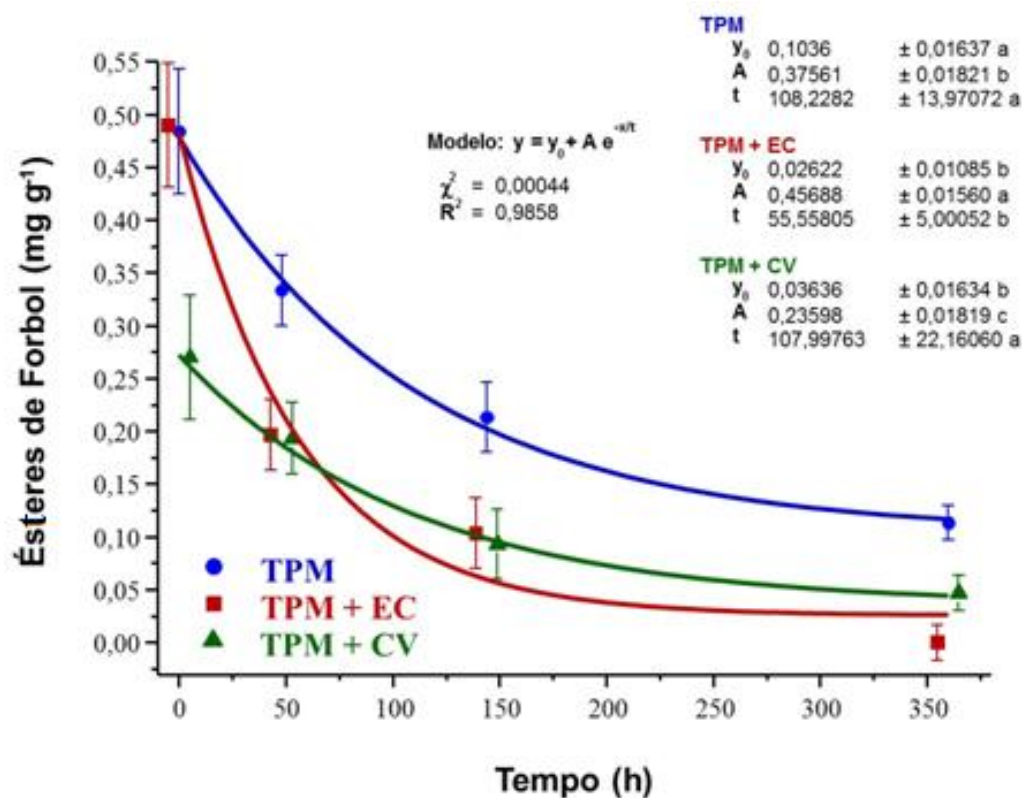


Figura 38. Teor de equivalentes de ésteres de forbol em função da interação Tratamento vs. Tempo de compostagem. As barras verticais são os intervalos de confiança a 95 %. Os parâmetros dos diferentes tratamentos seguidos pela mesma letra não diferem ao nível de 5 % de probabilidade. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

O teor de ésteres de forbol em relação aos tratamentos e ao tempo é uma função de $Y_0 + A e^{-t}$, sendo este último, o tempo de residência dos ésteres de forbol, Y_0 , o valor do parâmetro quando t tende ao infinito e A , a amplitude (tempo zero).

Com isso, o tratamento com esterco obteve um tempo de decaimento de EF muito inferior aos demais tratamentos, sendo que esse tratamento conseguiu diminuir, em 144 horas, à metade, as concentrações de EF, muito mais rápido que os demais tratamentos.

Há uma hipótese de que a presença de ésteres de forbol tenha inibido o início da fase termofílica, já que o tratamento com apenas torta foi o que mais prolongou esse início. Devappa et al. (2010) resumem que a toxicidade dos extratos orgânicos de *Jatropha* têm efeito antimicrobiano, porém não existe ainda correlação nem da espécie *curcas* e nem dos ésteres de forbol nesse efeito.

Nos tempos 0h, a diferença significativa se dá por que a concentração inicial de equivalentes de ésteres de forbol no tratamento com composto de resíduos vegetais foi inferior aos demais tratamentos (**Figura 38**).

De acordo com a tabela 15, as concentrações de equivalentes de EF foram iguais nos tratamentos com apenas torta e torta com esterco de cavalos no tempo 0 (zero) hora e superior em relação ao tratamento com o composto vegetal. Apesar dos três tratamentos não terem iniciado o processo de compostagem com a mesma concentração de EF, comparações entre eles são passíveis de serem feitas. Em 48 horas de compostagem, o tratamento TPM obteve média da concentração muito superior ao TPM + EC, mas como o início do processo de compostagem do TPM foi retardado em relação aos demais, esse resultado era esperado.

As figuras 39, 40 e 41 abaixo representam a quantificação de ésteres de forbol em 360 horas de compostagem em biorreatores de bancada.

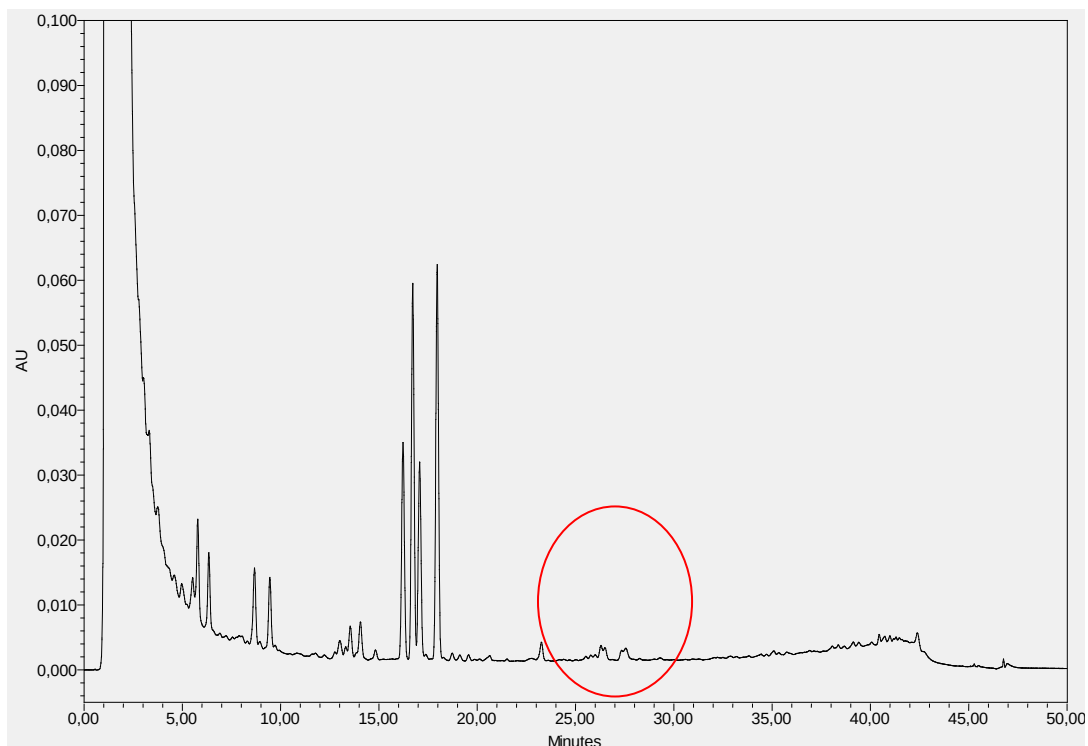


Figura 39. Cromatograma de identificação de equivalentes de ésteres de forbol referente ao tratamento torta de pinhão manso (TPM) no tempo de compostagem de 360 horas.

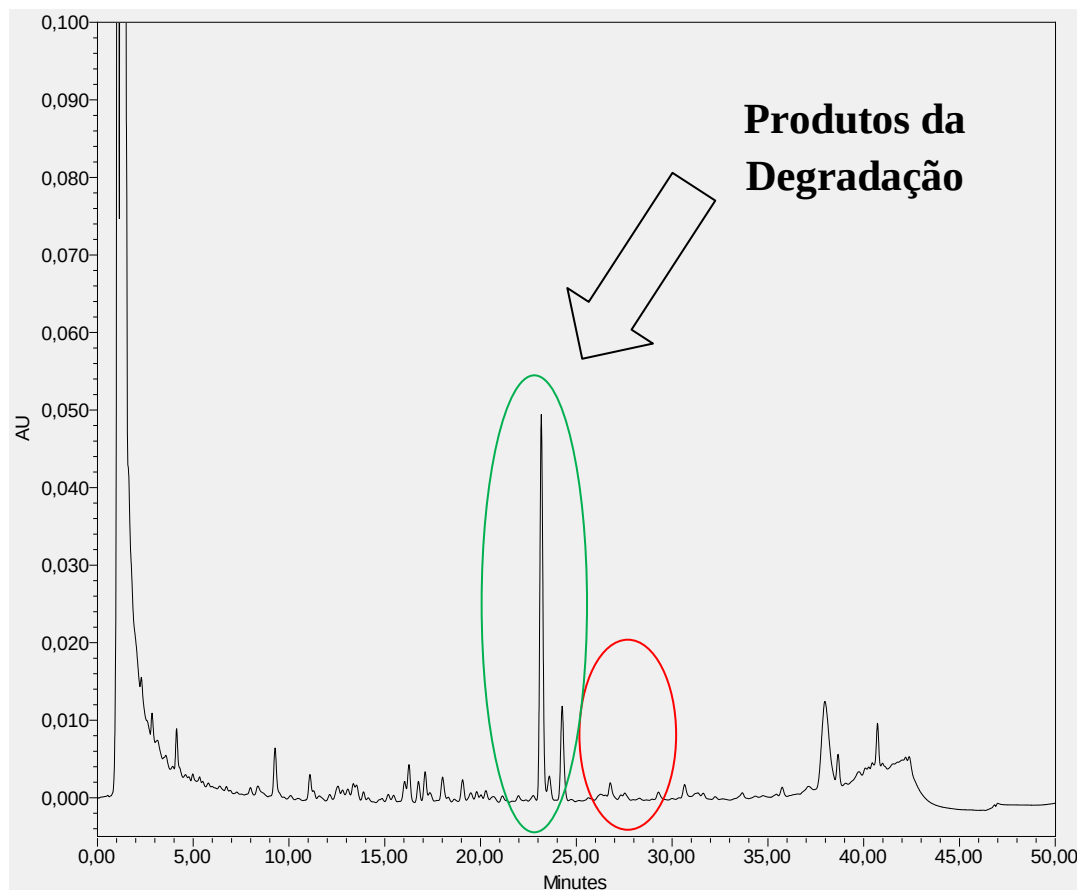


Figura 40. Cromatograma de identificação dos equivalentes de ésteres de forbol referente ao tratamento torta de pinhão manso com esterco de cavalo (TPM+EC) no tempo de compostagem de 360 horas.

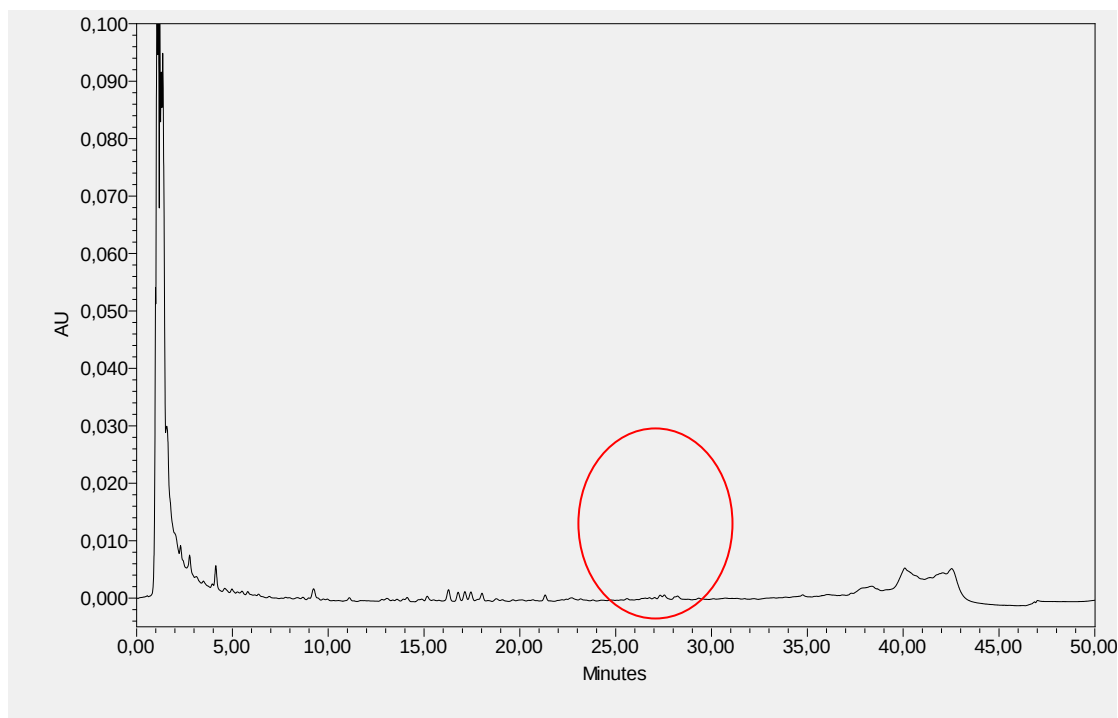


Figura 41. Cromatograma de identificação dos equivalentes de ésteres de forbol referente ao tratamento torta de pinhão manso com esterco de cavalo (TPM+CV) no tempo de compostagem de 360 horas s.

Conforme a concentração de equivalentes de ésteres de forbol do tratamento com esterco de cavalos decrescia, a partir das 144 horas de compostagem, picos adicionais (TR = 23 e 24 min), relacionados a produtos da degradação, apareciam no cromatograma deste tratamento, porém os espectros de absorção desses não combinam com os relatados aos equivalentes de ésteres de forbol pela literatura (DEVAPPA et al., 2013) (**Figura 40**).

Este fato é também relatado por Devappa et al. (2010) a partir de dois dias de incubação de torta de pinhão manso ($0,37 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ de equivalentes de éster de forbol) em solos com dois teores de umidade, 13 e 23 %, e sob três temperaturas diferentes, 23 °C, 32 e 42 °C.

Os autores relataram que a degradação completa dos EF sob umidade de 13 % e temperatura ambiente atingiu 100 % aos 21 dias, enquanto que sob as demais temperaturas, o elemento foi completamente degradado aos 17 dias de incubação. E nas

incubações com 23 % de umidade, a degradação total dos ésteres se deu aos 23 dias sob temperatura ambiente e aos 17 e 15 dias sob 32 e 42 °C, respectivamente. Os picos adicionais, de produtos da degradação, desapareceram completamente aos 15 dias de incubação em todas as incubações.

Já os picos adicionais do presente trabalho não desapareceram até as 360 horas de processo em todos os blocos, porém os tratamentos TPM + CV e TPM, diferentemente do TPM + EC, não apresentaram picos adicionais relevantes em nenhum dos tempos de compostagem.

A figura 42 representa o processo da degradação dos equivalentes de ésteres de forbol durante o processo de compostagem. As concentrações médias máximas de equivalentes a ésteres de forbol encontradas nas amostras antes de se iniciar a compostagem variaram de 0,48 mg g⁻¹ (tratamento TPM e TPM + EC) a 0,27 mg g⁻¹ (tratamento TPM + CV) (**Figuras 40, 41 e tabela 15**).

Corroborando o concluído por Devappa et al. (2010), no período de atividade biológica máxima, justificado pelas altas temperaturas (fase termofílica), a degradação foi maior no TPM + EC, que em 48 horas de compostagem, já havia reduzido a concentração de ésteres em quase a metade dos valores iniciais, com a maior temperatura e umidade do bloco, enquanto que os tratamentos TPM e TPM + CV, que iniciaram seus processos com concentrações diferentes, reduziram a mesma proporção de 30 %, das concentrações a zero hora (0h) (**Figura 42**).

Devappa et al. (2010) ainda concluíram a partir dos resultados a evidência que os ésteres de forbol presentes na torta de sementes de *Jatropha* são degradáveis e este efeito aumenta com o aumento da temperatura e teor de umidade no substrato.

Em outro estudo, envolvendo a biodestoxificação, Kasuya et al. (2013) utilizaram o fungo *Pleurotus ostreatus* (cogumelo comestível) incubado com torta de pinhão manso e outros resíduos. Somente após 45 dias de incubação o fungo conseguiu degradar 99% dos ésteres de forbol, taxa de degradação mais elevada que qualquer tratamento químico (AHMED e AUST, 2009).

O tratamento controle, com apenas Torta (TPM) teve sua maior redução na concentração de ésteres no período considerado termofílico, que para esse tratamento ocorreu a partir de 7 dias de compostagem (144h). A redução atingiu os 50 % desse período até o fim do processo, obtendo valores mínimos médios de 0,11 mg de ésteres de forbol em 1 g de amostra. Esta concentração segundo Makkar et al. (1997) é a mesma de variedades de plantas de pinhão manso atóxicas.

Amostras referentes ao tratamento com esterco foram as únicas que reduziram suas concentrações de ésteres de forbol a zero durante o processo de compostagem, mas também foi o único que a partir das 144 horas de experimentos, formou produtos da degradação dos ésteres de forbol (**Figura 40**). Porém, para que fosse possível aproveitar o resíduo da mistura com esse dejetos para alimentação animal, por exemplo, deveria ter sido utilizado o dejetos de galinhas e não de equinos.

O tratamento com composto vegetal (TPM + CV) havia reduzido suas concentrações a $0,09 \text{ mg g}^{-1}$ na amostragem a 144 horas, conseguindo quase zerar a totalidade dos ésteres de forbol ao fim dos experimentos (**Tabela 15**).

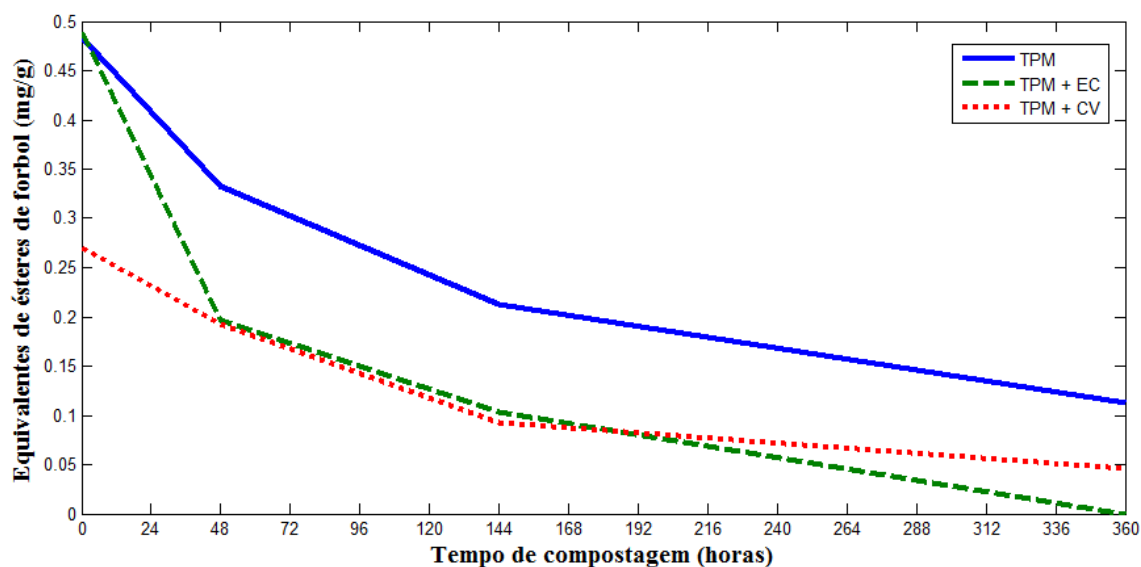


Figura 42. Degradação de equivalentes de ésteres de forbol nos tratamentos e nos diferentes tempos de compostagem em biodigestores de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

Das et al. (2011) testaram 15 compostos quanto a concentração de ésteres de forbol segundo Makkar et al. (1997). Os tratamentos com maior percentual de torta de pinhão manso (Torta:esterco = 20:1) mostraram a presença de ésteres ($0,12 \text{ mg g}^{-1}$) nos compostos produzidos. Nos tratamentos restantes, foi abaixo do limite de detecção, devido a um efeito de diluição. No entanto, em variedades consideradas não tóxicas, o conteúdo de éster de forbol relatado foi de até $0,11 \text{ mg g}^{-1}$ (Makkar et al., 1997).

5.1 Caracterização do processo de compostagem em laboratório

A estabilidade não é apenas uma importante característica da qualidade do composto, mas também pode ser utilizada como monitoramento do desempenho de processos e avaliação comparativa de diferentes sistemas de compostagem (LASARIDI e STENTIFORD, 1998).

Muitas das reações bioquímicas de responsabilidade microbiana são em partes, exotérmicas, produzindo calor que pode promover a elevação da temperatura local. Na situação particular da compostagem, a elevação da temperatura ou termogênese microbiana é a expressão máxima das reações exotérmicas desenvolvidas por microrganismos predominantemente termófilos. As temperaturas atingidas superam os 50 °C eliminando todo tipo de microrganismo mesofílico (DOMMERGUES et al., 1970).

A temperatura é considerada um parâmetro crítico para a determinação dos índices de respiração, uma vez que a atividade biológica é função da temperatura (CRONJÉ et al., 2004). No entanto, pode-se argumentar que este parâmetro pode não ser diretamente correlacionado à respiração uma vez que muitas reações químicas e bioquímicas não relacionadas à respiração também são exotérmicas. Além disso, o aquecimento da biomassa também é influenciado por outros fatores, como a porosidade ou umidade da massa de material orgânico (GOMEZ et al., 2006).

Os mesmo autores relatam que a respirometria pode ser considerada como uma medida geral da atividade microbiana, já que ela fornece uma solução confiável e reprodutível, e dessa forma, indica a estabilidade de uma amostra do composto.

Durante o processo respiratório, o O_2 é usado como receptor de elétrons, e todo o carbono da molécula de substrato é oxidado até CO_2 , produzindo também assim, água e ATP (LEHNINGER, 1975). Além disso, a produção deste gás é diretamente relacionada à respiração aeróbia (ADAS, 2003).

De acordo com a análise estatística, o fator compostagem é muito bem explicado pela variável temperatura, emissão de CO_2 e o teor de O_2 . A temperatura e a emissão de gás carbônico são altamente correlacionadas, positivamente, entre si e negativamente correlacionadas com o gás oxigênio. O que significa dizer que, resultados da ação da atividade microbiana na decomposição da matéria orgânica representada pelos resíduos orgânicos dos tratamentos, a temperatura aumenta junto com a emissão de gás carbônico e em contrapartida, o oxigênio diminui. Fato completamente justificado pela respiração aeróbia dos microrganismos relatada pelos autores acima.

Tabela 16. Média da caracterização do processo de compostagem em laboratório em função dos tratamentos e tempos de amostragem.

Tratamento	Tempo (hora)	Temperatura	CO ₂	O ₂
		°C	%	%
TPM	0	22,3	0,14	19,20
	48	36,1	4,90	14,56
	144	45,9	4,45	13,23
	360	39,0	3,16	15,81
TPM + EC	0	22,7	1,39	19,21
	48	57,4	10,70	10,12
	144	62,7	7,67	10,12
	360	50,1	2,99	15,78
TPM + CV	0	22,0	0,36	19,17
	48	49,6	9,86	10,19
	144	42,5	4,42	11,90
	360	36,6	2,10	16,56

A figura 43 mostra que de acordo com os tempos de amostragem, houve diferença nos tratamentos quanto ao início da fase termofílica. O tratamento com apenas torta, foi o tratamento que mais prolongou o início dessa fase em relação aos demais. Até as 32 horas de compostagem, a atividade microbiana envolvida nesse tratamento ainda não havia aquecido seu material suficientemente para corroborar uma fase termofílica. Diferentemente dos demais tratamentos, os quais já estavam na fase termofílica antes de 24 horas de processo. A ação dos microrganismos nos tratamentos com esterco foi a mais eficiente. Este tratamento se manteve em fase termofílica em 83 % (cerca de 300 horas) do tempo total de compostagem.

O tratamento TPM + EC foi o mais eficiente em termos de conservação de temperatura, sendo o único que permaneceu na fase termofílica durante, praticamente, todo o processo de compostagem, obtendo máximas médias de 63 °C e até o último dia de experimentos, média de 50 °C (**Figura 43, 44 e Tabela 16**).

Os tratamentos TPM + EC e TPM + CV foram semelhantes, com menos de 48 horas de compostagem os dois já obtinham temperaturas de fase termofílica, diferentemente do tratamento com apenas torta.

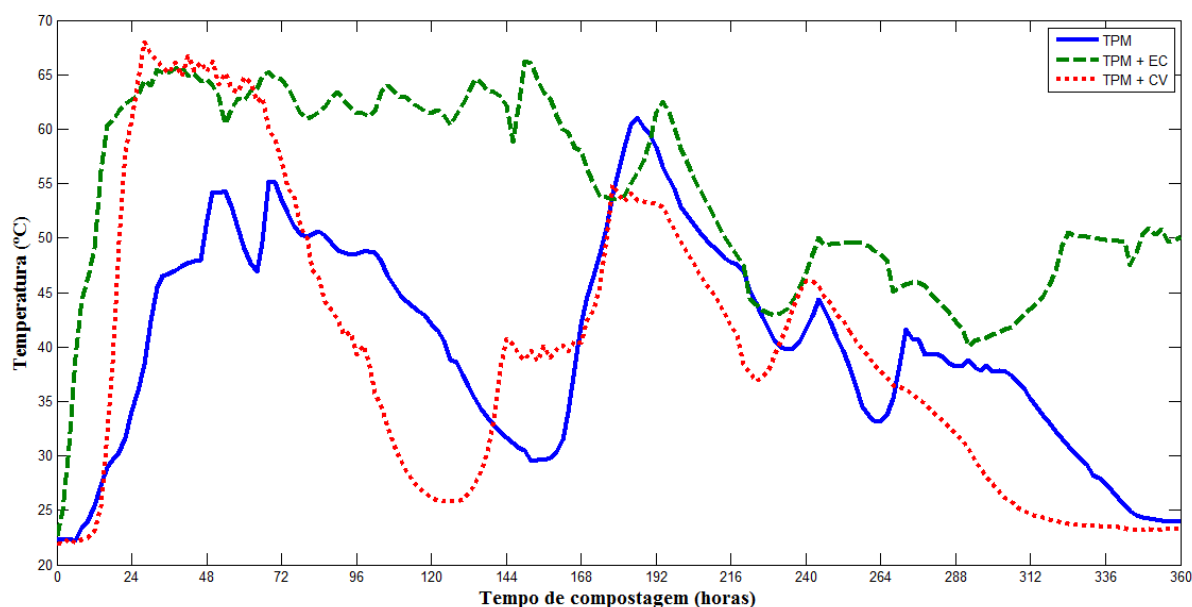


Figura 43. Variação da Temperatura (°C) dos tratamentos durante o tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM + EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM + CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

A mudança com a execução do reviramento periódico dos resíduos, a partir das 144 horas, promovendo melhor mistura e maior oxigenação da massa de resíduos, induziu ao aumento da temperatura conforme pode ser observado principalmente nos tratamentos com apenas torta TPM e torta com composto de resíduos vegetais (TPM + CV), pois intensificou a atividade dos microrganismos que atuam na transformação e decomposição desses resíduos orgânicos (**Figura 43**).

Das et al. (2011) avaliaram por 21 dias, 504 horas, a compostagem de pinhão manso com resíduos de palha de arroz e diferentes estercos de animais, inclusive de cavalos, em mini poços com dimensões de 0,9 x 0,9 x 0,9 m. Aos 10 dias (240 horas) de compostagem todos os tratamentos atingiram a temperatura máxima de 70 °C, e em seguida, a mesma diminuiu para temperatura ambiente. Devido à variabilidade no material de partida, o tempo necessário para atingir a temperatura máxima também diferiu ligeiramente.

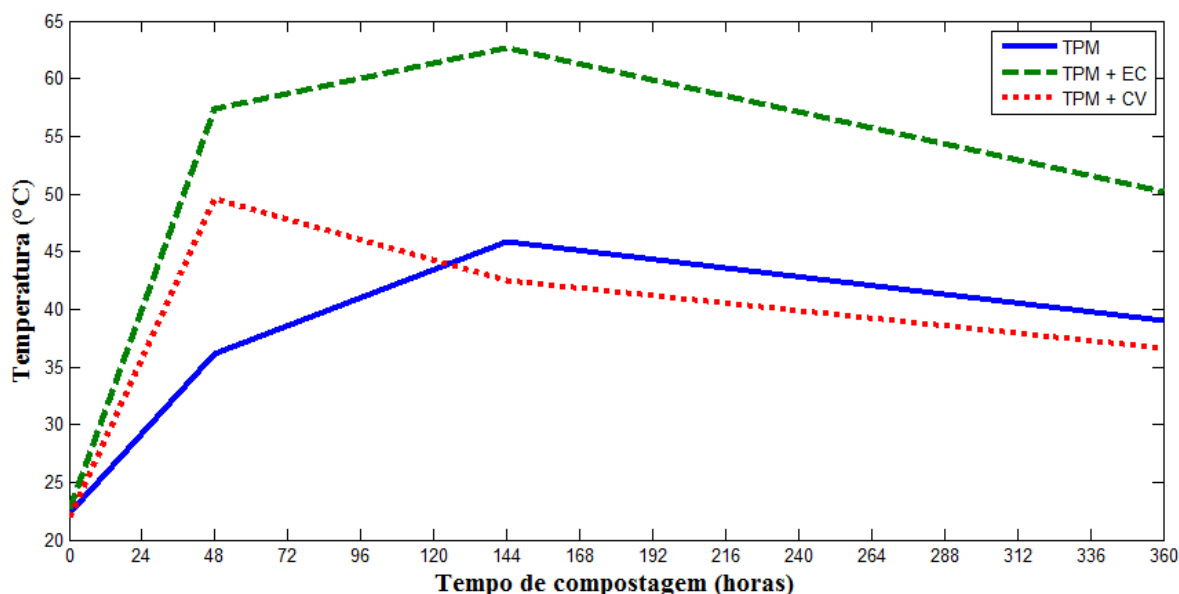


Figura 44. Temperatura acumulada por hora ($^{\circ}\text{C/h}$), por período de compostagem (0 a 48 h, 50 a 144 h e 146 a 360 h), nos tratamentos durante a compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM + EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM + CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

A compostagem termofílica é um processo fundamentalmente aeróbico, porém condições aeróbicas e anaeróbicas podem coexistir com certa proximidade e a matriz do composto pode exibir a mesma variação em micro sítios por razões similares (MILLER, 1993). Teores de O_2 abaixo de 10 % induzem processos anaeróbicos, principalmente em micro sítios onde a difusão gasosa é lenta (ALEXANDER, 1977).

A emissão de CO_2 do tratamento TPM foi inferior às emissões dos demais tratamentos em quase todos os tempos de compostagem. Os maiores valores de emissão de CO_2 do tratamento TPM + CV foram semelhantes ao do TPM + EC, entretanto os períodos e intensidades de emissão tiveram comportamentos parecidos e proporcionais à da variação da temperatura entre os tratamentos (**Figura 45, 46 e Tabela 16**).

Valores abaixo de 10 %, condizendo com um processo anaeróbico, não são observados em nenhuma parcela de tempo em todos os tratamentos (**Figura 47 e Tabela 16**).

Os teores médios do gás O_2 , durante a maior parte do processo de compostagem, foram acima de 10 % (**Figura 47, 48 e Tabela 16**). Estes valores demonstram que o processo de compostagem em biorreatores esteve predominantemente aeróbico com concentrações acima de 10 % de O_2 (ALEXANDER, 1977).

Brinton (1995) relaciona as taxas de emissão de CO₂ (%) com as taxas respiratórias em seu trabalho com compostos num procedimento de auto-aquecimento padronizado que permite uma medida confiável da estabilidade do composto. O pesquisador relata que valores menores que 2 % de desprendimento desse gás são relacionadas a taxas respiratórias muito baixas e entre 2 e 8 % indicam taxas respiratórias moderadamente baixas. Valores de gás carbônico entre 8 e 25 % estão relacionadas a taxas respiratórias medianas e acima de 25 % indicam altos índices respiratórios e consequentemente, resíduos bem frescos.

De acordo com o autor, o tratamento com esterco estaria com uma taxa respiratória mediana a partir das 48 horas até as 144 horas, e todos os tratamentos indicam uma taxa respiratória moderadamente baixa. Taxas abaixo de 2 % são observadas no início do processo (0 a 48 horas). Porém somente esses dados não indicam uma estabilidade dos compostos, porque eles ainda teriam de ser correlacionados às temperaturas.

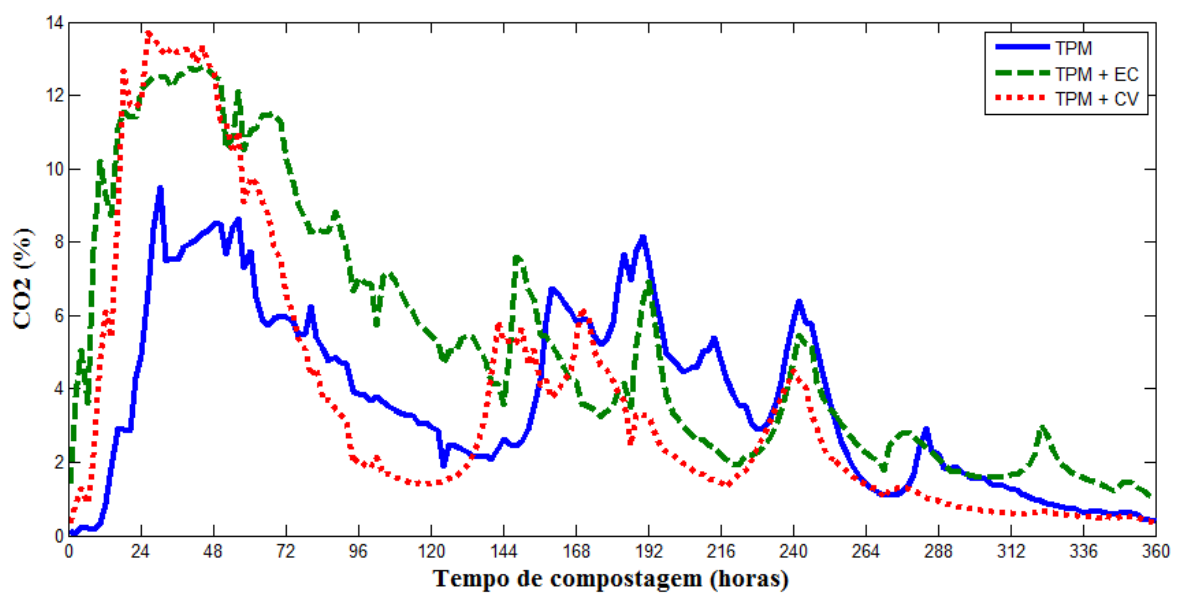


Figura 45. Variação do Gás Carbônico emitido (CO₂) dos tratamentos durante o tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

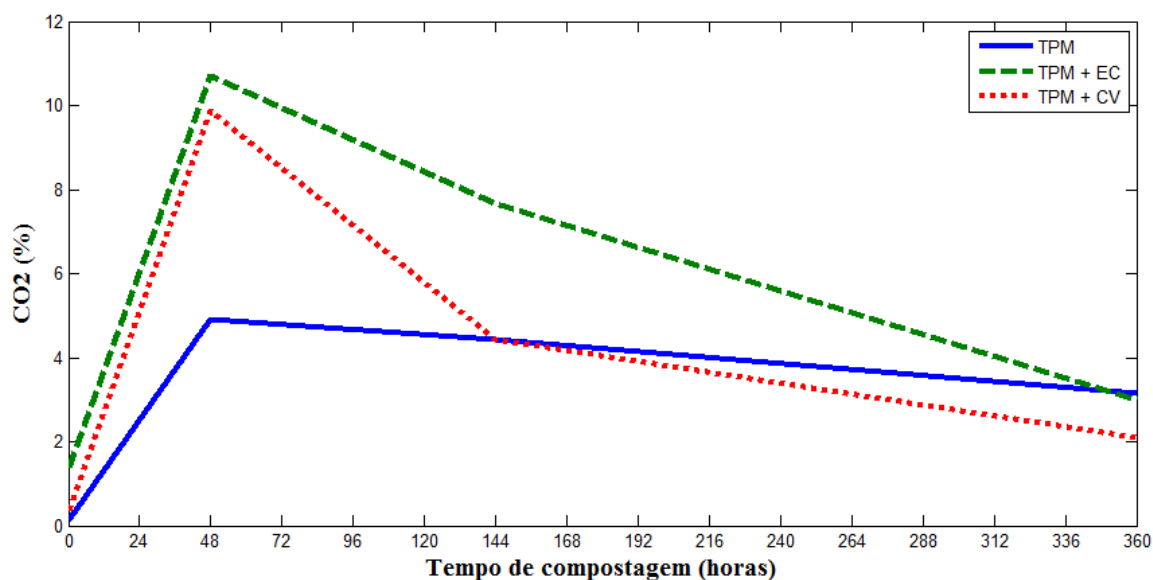


Figura 46. Gás carbônico emitido acumulado por hora (CO₂/h), por período de compostagem (0 a 48 h, 50 a 144 h e 146 a 360 h), nos tratamentos durante a compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

A dinâmica de O₂ é observada na figura 47.

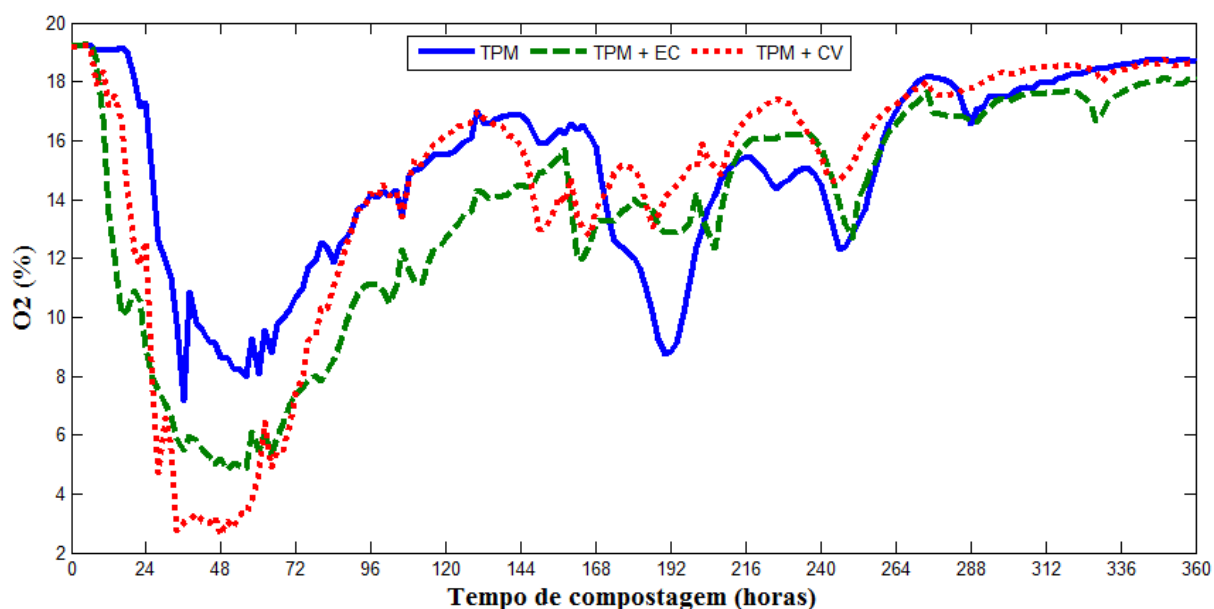


Figura 47. Variação do teor de oxigênio (O₂) dos tratamentos durante o tempo de compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão

Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

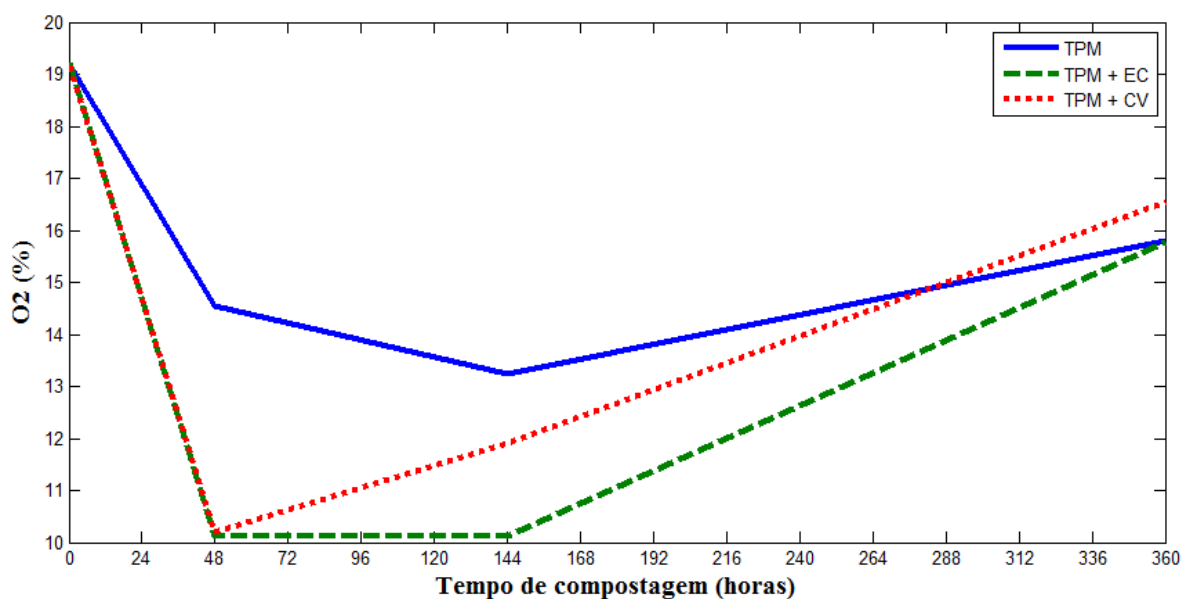


Figura 48. Teor de oxigênio acumulado por hora (O_2/h), por período de compostagem (0 a 48 h, 50 a 144 h e 146 a 360 h), nos tratamentos durante a compostagem em biorreator de bancada. Tratamentos: TPM - Torta de Pinhão Manso; TPM; TPM+EC - Torta misturada com esterco de cavalos; TPM+CV - Torta misturada com composto de resíduos vegetais.

As dinâmicas de CO_2 e O_2 no presente trabalho se apresentam identicamente inversas: quando nas amostragens, a concentração da primeira é alta, a segunda é baixa e vice-versa. Esse fato se justifica pela relação explicitada por Lehninger (1975). Quando há consumo de O_2 , pela respiração aeróbia realizada pelos microrganismos, há consequente liberação de CO_2 .

Epstein (1997) relata que o aumento na temperatura durante a compostagem afeta a população microbiana levando a mudanças nos tipos de organismos, de mesofílicos a termofílicos e vice-versa. Durante esse processo, o oxigênio é consumido e o gás carbônico é formado junto com a água, ou seja, o CO_2 é diretamente proporcional a temperatura e indiretamente ao oxigênio.

Schultz (1960) foi um dos primeiros a estudar a relação entre O_2 e temperatura em um reator de pequeno porte com resíduos de lixo. Ele encontrou uma correlação

linear quando o gás foi representado em escala logarítima ao longo de uma semana, de maior atividade biológica.

O mesmo autor relatou que após uma semana de compostagem, o consumo de O_2 decaí concomitantemente com a temperatura.

As correlações entre gases emitidos, consumidos e a temperatura de cada tratamento são apresentados a seguir (**Figura 49** em diante).

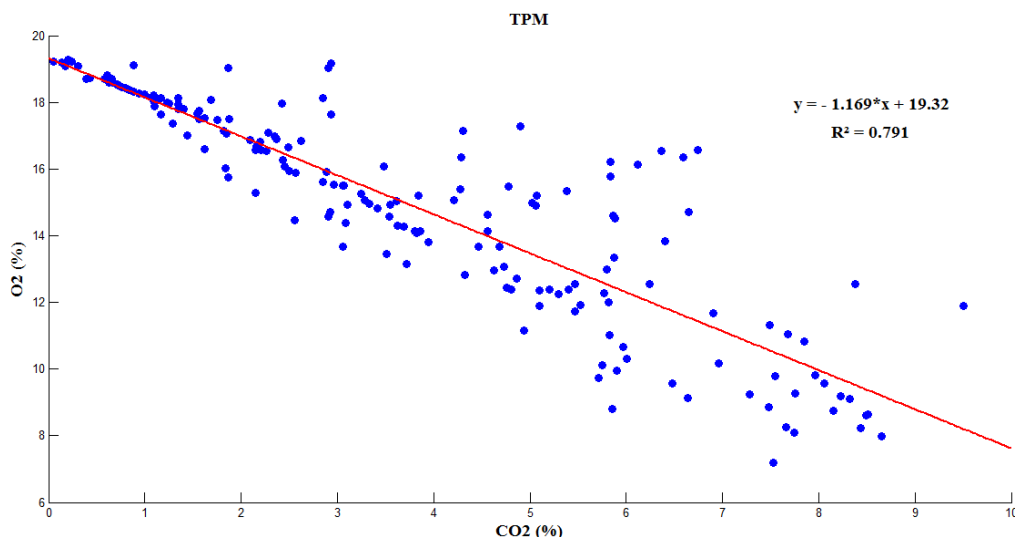


Figura 49. Correlação entre o teor de O_2 (%) e a emissão de CO_2 (%) do tratamento TPM – Torta de pinhão manso, ao longo do processo de compostagem em biorreatores de bancada.

O autor Epstein (1997) fala sobre uma relação bastante elevada entre o consumo de oxigênio (eixo Y) e a temperatura (eixo X) na fase inicial do processo de compostagem. Neste momento, a curva de temperatura é ascendente e reflete no aumento da atividade biológica de decomposição dos resíduos orgânicos.

Na correlação entre o teor de oxigênio (%) e a temperatura (°C) para o tratamento TPM – Torta de pinhão manso, na fase inicial da compostagem quando ocorre o aumento exponencial da temperatura, pode-se observar que quanto maior a temperatura, menor foi o teor de O_2 , ou maior a emissão de CO_2 pelos microrganismos (**Figura 50**).

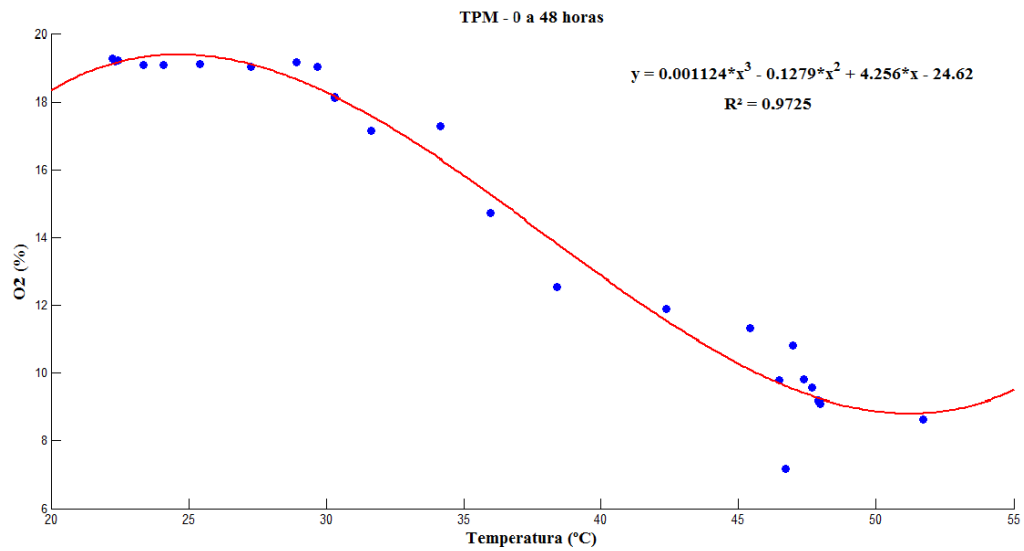


Figura 50. Correlação entre o teor de O₂ (%) e a temperatura (°C) do tratamento TPM-Torta de pinhão manso na fase inicial do processo, entre 0 e 48 horas, de compostagem em biorreatores de bancada.

Este mesmo efeito foi observado nos tratamentos com esterco (TPM + EC) e com composto de vegetais (TPM + CV) (**Figuras 51 e 52**).

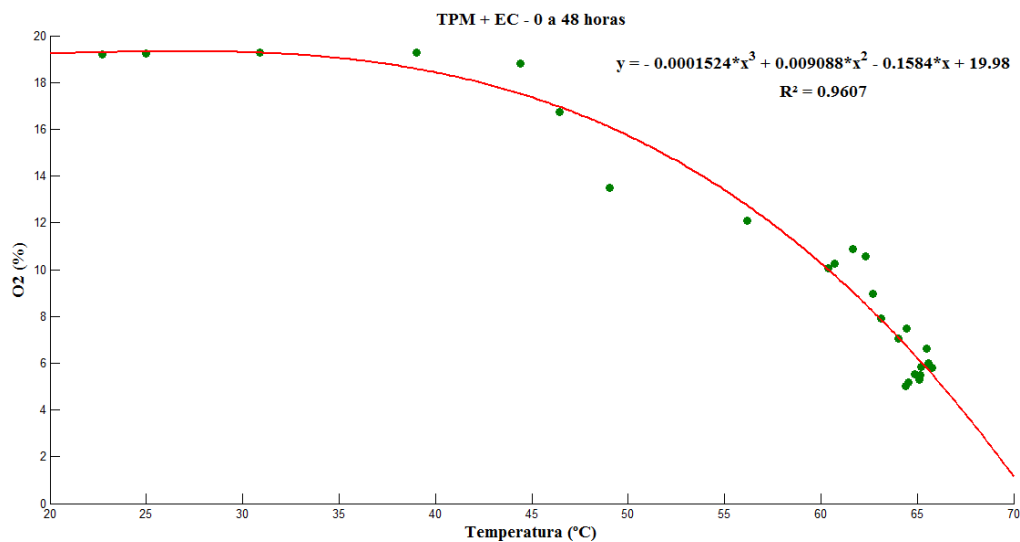


Figura 51. Correlação do teor de O₂ (%) e a temperatura (°C) do tratamento TPM + EC – Torta misturada com esterco de cavalos entre os tempos 0 e 48 horas, de compostagem em biorreatores de bancada.

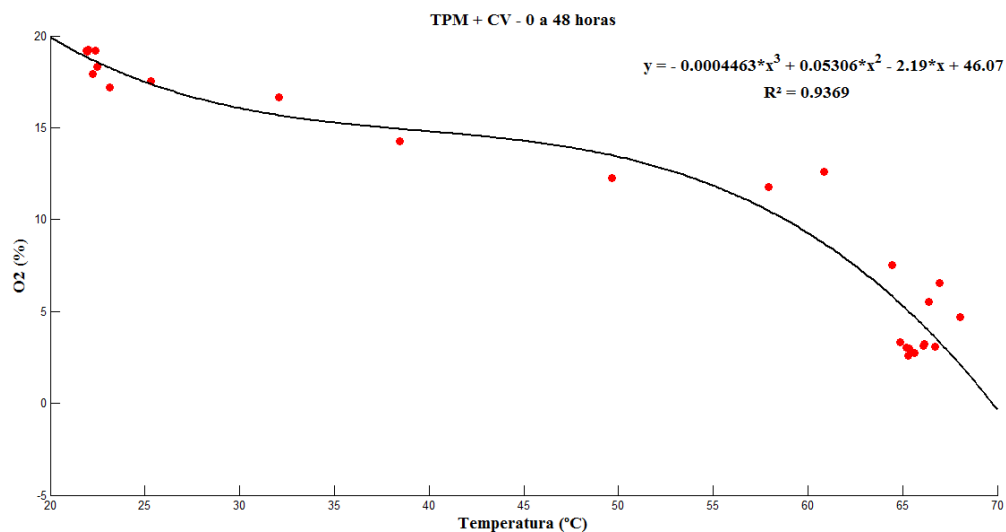


Figura 52. Correlação entre o teor de O₂ (%) e a temperatura (°C) do tratamento TPM + CV – Torta de pinhão manso misturada com composto de resíduos vegetais entre os tempos 0 e 48 horas de compostagem em biorreatores de bancada.

O resumo dos resultados das correlações está apresentado em forma de tabela com os dados das equações de regressão e coeficientes de determinação, R² (**Tabela 17**).

Tabela 17. Resumo das correlações entre as concentrações de gases e temperatura do processo de compostagem em bancada, das equações de regressão e dos coeficientes de determinação (R^2).

Tratamento	Tempo (horas)	Correlação	Equação de regressão	R^2
TPM	0 a 48	CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,001x^3 + 0,046x^2 - 0,858x + 1,979$	0,97
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = 0,0551x^3 - 0,8392x^2 + 2,134x + 18,62$	0,92
	50 a 144	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,00042x^3 - 0,07086x^2 + 3,374x - 32,53$	0,76
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0005x^3 + 0,0792x^2 - 3,754x + 58,06$	0,77
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -1,45x + 19,68$	0,94
	146 a 360	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0001x^3 + 0,0063x^2 - 0,3004x + 23,36$	0,76
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0001x^3 - 0,00743x^2 + 0,3931x - 5,402$	0,59
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -1,026x + 19,05$	0,73
	0 a 360	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0003x^3 - 0,0340x^2 + 1,186x + 6,338$	0,74
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,1899x - 3,954$	0,57
TPM + EC	0 a 48	CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,242x - 3,216$	0,93
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -0,0130x^3 + 0,1116x^2 - 0,4316x + 19,86$	0,94
	50 a 144	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0485x^3 + 8,759x^2 - 526,4x + 0,0001$	0,06
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,6537x - 33,29$	0,10
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -1,228x + 19,54$	0,93
	146 a 360	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0002x^3 - 0,331x^2 + 16,8x - 262$	0,58
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,1782x - 5,951$	0,57
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -0,8384x + 18,28$	0,50
	0 a 360	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0002x^3 + 0,02265x^2 - 0,8417x + 29,47$	0,66
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0005x^3 - 0,0614x^2 + 2,276x - 23,98$	0,66
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -0,998x + 18,78$	0,81
TPM + CV	0 a 48	CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0005x^3 - 0,0794x^2 + 3,936x - 51,84$	0,96
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -0,0226x^3 + 0,3267x^2 - 1,519x + 20,14$	0,86
	50 a 144	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0001x^3 - 0,02024x^2 + 0,7862x + 7,544$	0,97
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0002x^3 - 0,02368x^2 + 0,9549x - 11,07$	0,93
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = 0,0147x^3 - 0,2762x^2 + 0,0834x + 16,04$	0,86
	146 a 360	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = 0,0004x^3 - 0,0446x^2 + 1,434x + 4,268$	0,70
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0004x^3 + 0,0418x^2 - 1,317x + 13,39$	0,55
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -0,0209x^3 + 0,3975x^2 - 2,602x + 19,86$	0,83
	0 a 360	O ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0003x^3 + 0,0367x^2 - 1,464x + 36,8$	0,87
		CO ₂ (%) x Temperatura (°C)	$y = -0,0004x^3 - 0,0398x^2 + 1,55x - 18,12$	0,78
		O ₂ (%) x CO ₂ (%)	$y = -1,065x + 18,47$	0,77

Métodos respirométricos baseados no teor de O₂ (%) são os mais aceitos para a determinação da atividade biológica de um material (ADANI et al., 2001, 2003, GEA et al., 2004, BARRENA et al., 2005). Sua principal desvantagem é que eles precisam de uma instrumentação mais específica e um trabalho mais qualificado. As características dos principais métodos de respirometria incluem o tipo de condições de ensaio, tal como a temperatura no momento da medição. Iannotti et al. (1993) e Lasaridi e Stentiford (1998) adotaram as temperaturas de 37 e 30 graus, respectivamente, como ideais para melhor representarem os índices de respiração.

A correlação negativa para este intervalo ótimo de temperatura, citada pelos autores, resultou em uma regressão linear de $R^2 = 0,97$, ou seja, existe uma correlação muito forte entre esses gases nestas temperaturas. Quase todo oxigênio consumido era emitido na forma de gás carbônico, fato justificado também por outros pesquisadores (LEHNINGER, 1975 e EPSTEIN, 1997) (**Figura 53**).

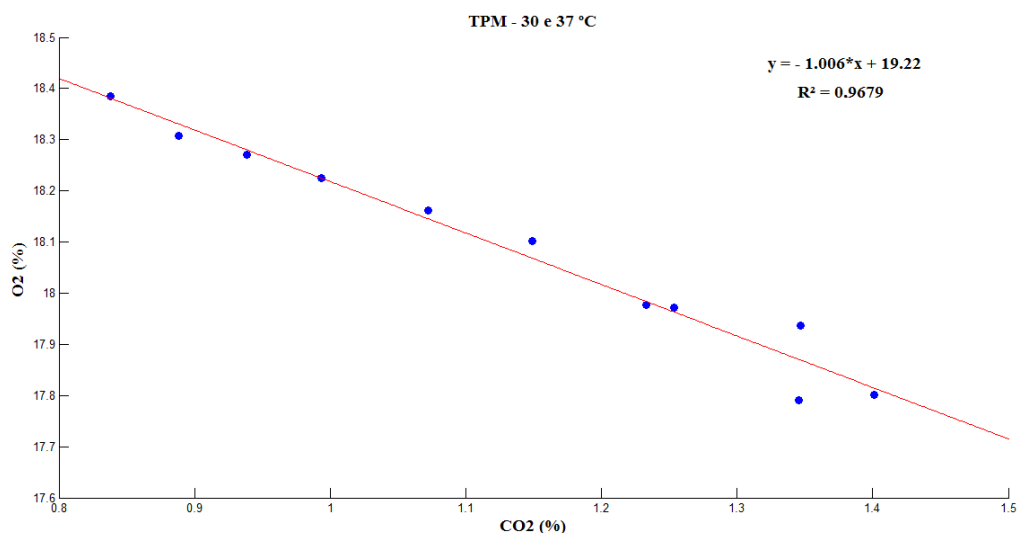


Figura 53. Correlação do teor de O₂ (%) e emissão de CO₂ (%) do tratamento TPM – Torta de pinhão manso nas temperaturas de 30 e 37 °C.

Os autores Becker (1997) e Jourdan (BGK, 1998) correlacionam as taxas de consumo do gás O₂ com a temperatura e com o nível de maturação de compostos orgânicos. Segundo eles, um composto ainda fresco, ou seja, não pronto, apresentariam temperaturas entre 40 e 60 °C, e respectivamente um consumo de O₂ entre 8 – 40 %, e entre 50 – 80 %. Um composto maduro (ou estabilizado) apresentaria temperaturas entre 30 e 40 °C ou abaixo, e respectivamente um consumo de oxigênio entre 6 – 16 % ou abaixo e entre 20 – 30 % ou abaixo disso.

Já Brinton et al. (1995) e Körner et al. (2003) correlacionam as taxas de CO₂ e O₂ com os níveis de estabilidade de um composto e temperatura e indicam que um resíduo completamente maduro se relaciona com uma emissão de CO₂ entre 0 – 2 % e 2 – 8 % e consumo de O₂, menor que 20 % ou entre 20 – 30 %, respectivamente para as faixas de temperatura entre 0 e 10 °C e entre 10 – 30 °C, respectivamente.

De acordo com os primeiros dois autores, somente os compostos produzidos pelos tratamentos com apenas torta e com composto estariam maturados aos 15 dias (360 horas) de processo de compostagem, já que TPM em 328 h estava com 0,8 % CO₂ e 18,4 % O₂, TPM+CV em 294 h, estava com 0,8 % CO₂ e 18,1 % O₂, condição não atingida por TPM+EC. Já de acordo com os dois últimos autores, nenhum tratamento teria seus resíduos maturados, justamente pela temperatura final em que eles se encontravam, acima dos 30 °C. O tratamento com esterco, que às 360 horas apresentava taxa respiratória moderadamente baixa (acima de 2 e abaixo de 8 %), ainda apresentava uma temperatura muito elevada, correspondente a fase termofílica,

indicando intensa atividade biológica, correspondendo a um resíduo ainda em decomposição (fresco).

6. CONCLUSÃO

A compostagem da torta de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.), realizada em biorreatores de bancada em laboratório e consorciada com outros resíduos orgânicos, conseguiu eliminar os equivalentes de ésteres de forbol em duas semanas de processo.

Em apenas dois dias de experimento (48 horas), o tratamento com esterco de cavalos já havia reduzido a concentração dos equivalentes de ésteres de forbol em quase a metade da inicial. Atingindo as maiores temperaturas termofílicas e umidades de todos os tratamentos, e aos 15 dias (360 horas) de compostagem, este já havia conseguido eliminar todas as concentrações dos ésteres, enquanto que os demais, TPM e TPM + CV conseguiram reduzir suas concentrações a níveis considerados não tóxicos.

De forma geral, o sistema de compostagem em bancada com resíduos de torta de pinhão manso, esterco de cavalos e composto de vegetais manteve-se predominantemente aeróbio, com concentrações médias do gás O₂, durante a maior parte do processo de compostagem acima de 10 %.

A correlação entre o consumo de oxigênio (%) e a temperatura (°C) para todos os tratamentos, nas fases termofílicas, relatou uma relação muito forte entre essas variáveis, ou seja, quanto maior a temperatura, menor a emissão, ou maior o consumo deste gás.

Em relação à dinâmica da temperatura, a mesma obteve um comportamento similar em relação aos tratamentos. Todos os tratamentos conseguiram atingir temperaturas altas, corroborando fases termofílicas, porém o tratamento com esterco obteve esta fase mais predominante, (83 % de todo o processo de compostagem), inclusive ao final dos experimentos, este tratamento ainda possuía temperaturas altas, indicando intensa atividade biológica.

Os valores finais de pH se encontram dentro da faixa alcalina normal para compostos orgânicos e as relações C/N pouco variaram, não permitindo avaliar o grau de maturação dos resíduos.

Nenhum tratamento diminuiu suas concentrações de fósforo ao final do processo. E assim se perpetuou aos demais nutrientes: potássio, cálcio, magnésio e nitrogênio, exceto o tratamento com composto vegetal.

Apenas os compostos produzidos pelos tratamentos com torta somente e torta com composto vegetal estariam maturados aos 15 dias de processo de compostagem.

A metodologia de compostagem em biorreatores de bancada pode ser utilizada e adaptada para o monitoramento de diferentes processos de compostagem em bancada

em diferentes escalas, desde que se aprofunde o conhecimento sobre a sistemática de medição, isto é, a determinação da quantidade de amostragens, o intervalo de medições, a temperatura, para obtenção de resultados mais precisos etc.

Mesmo preliminarmente espera-se que estudos futuros sobre a compostagem em bancada da torta de pinhão manso considerem: a influência da atividade biológica no ataque e posterior degradação dos compostos ésteres de forbol; a ecologia microbiana envolvida nesse processo e posteriores técnicas genéticas de conhecimento das espécies ou gêneros envolvidos.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, F. **Alternative by-products from *Jatropha***. In: International Consultation on Pro-poor *Jatropha* Development. 10–11 April 2008, Rome. IFAD. Disponível em: <http://www.ifad.org/events/jatropha/>; www.ifad.org/events/jatropha/harvest/F_Abreu.ppt. Acesso em 03/08/2015.

ACHTEN, W. M. J., VERCHOT, L., FRANKEN, Y. J. ***Jatropha* bio-diesel production and use**. Biomass and Bioenergy, v. 32, p. 1063 – 1084, 2008.

ADANI, F., LOZZI, P. & GENEVINI, P. **Determination of biological stability by oxygen uptake on municipal solid waste and derived products**. Compost Science & Utilization, v. 9, p. 163–178, 2001.

ADANI, F., GIGLIOTTI, G., VALENTINI, F. & LARAIA, R. **Respiration index determination: a comparative study of different methods**. Compost Science & Utilization, v. 11, p. 144–151, 2003.

ADANI, F., CONFALONIERE, R., TAMBONE, F. **Dynamic Respiration Index as a Descriptor of the Biological Stability of Organic Wastes**. Journal of Environmental Quality, vol. 33: p.1866-1876, 2004.

AHMAD, S., SULTAN, S. M. **Physiological Changes in the Seeds of *Jatropha curcas* L. at Different Stages of Fruit Maturity**. Brazilian Archives of Biology and Technology, vol.58, n.1, p. 118-123, 2015.

AHMED, W. A., SALIMON, J. **Phorbol ester as toxic constituents of tropical *Jatropha curcas* seed oil**. European Journal of Scientific Research, v. 31, p. 429-436, 2009.

AKUTSU, J., MARTINS, J. E. M. P., CASTILHO, G. S., RENÓFIO, A., ISA, M. M. **Avaliação e Controle Operacional de Processo de Compostagem de Resíduos Sólidos através de Método Respirométrico**. In: XVI SIMPEP - Simpósio de Engenharia de Produção, 2009, Bauru. Anais... Bauru: SIMPEP, 2009.

ALBRECHT, L. P., et al. **Qualidade fisiológica das sementes de soja RR em resposta ao uso de diferentes tratamentos contendo glyphosate em aplicação sequencial.** Biosc. J., v. 27, n. 2, p. 211-220, 2011a.

ALBRECHT, L. P., et al. **Desempenho da soja roundup ready sob aplicação de glyphosate em diferentes estádios.** Planta Daninha, v. 29, n. 3, p. 558-590, 2011b.

ALBUQUERQUE, J. A., McCARTNEY, D., YU, S., BROWN, L., LEONARD, J. J. **Air Space in Composting Research: A Literature Review.** Compost Science & Utilization, v.16, n. 3, p. 159-170, 2008.

ALEXANDER, M. **Introduction to Soil Microbiology**, 2. Ed., New York, John Wiley & Sons, 1977. 467p.

AMELLAL N., PORTAL J. M., VOGEL, T. & BERTHELIN, J. **Distribution and location of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) and PAH-degrading bacteria within polluted soil aggregates.** Biodeg, v. 12, p. 49–57, 2001.

AREGHEORE, E. M., BECKER, K., MAKAR, H. P. S. **Detoxification of a toxic variety of *Jatropha curcas* L. using heat and chemical treatments, and preliminary nutritional evaluation with rats.** South Pacific Journal of Nature Science, Suva, Fiji, v. 21, p. 50 - 56, 2003.

ATKINSON, C. F., JONES, D. D., GAUTHIER, J. J. **Putative anaerobic activity in aerated composts.** J. Ind. Microbiol., 16: p. 182-188, 1996c.

BALIEIRO, F. De CARVALHO., INÁCIO, C. De Teves., MAGALHAES, A., MANZATTO, C. V. **Centro tecnológico de apoio ao desenvolvimento e difusão da compostagem e produção de adubos orgânicos para suporte ao empreendedorismo social.** (Relatório Técnico: Processo nº 112.077/2008, Faperj), Rio de Janeiro, RJ: Embrapa Solos, 2010.

BARBEE, J. M. **A preliminary investigation of the risks associated with applying non-composted *Jatropha curcas* seed cake as a fertilizer** - Including recommendations for handling raw fertilizer. Masters Project Report. Mortenson Center

in Engineering for Developing Communities (MCEDC), Environmental Engineering, University of Colorado Boulder, 2012. 37 p.

(https://mcedc.colorado.edu/sites/default/files/John_Barbee_MS_Report_Jatropha_Fertilizer_Risks.pdf, Acesso em 23/07/2015).

BARR, D. P., & AUST, S. D. **Mechanisms white-rot fungi use to degrade pollutants.** Environmental Science and Technology, v. 28, p. 78 - 87, 1994.

BARRENA GÓMEZ, R., VÁZQUEZ LIMA, F., GORDILLO BOLASELL, M. A., GEA, T. & SÁNCHEZ FERRER, A. **Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process.** Bioresource Technology, v. 96, p. 1153 – 1159, 2005.

BECKER, G. **Der Rottegrad als Gewährleistungskriterium für Kompostierungsanlagen.** Dissertation, Universität-Gesamthochschule Essen, Fachgebiet Bauwesen, Essen, Germany, 1997.

BECKER, K., MAKKAR, H. P. S. **Effect of phorbol esters in carp *Cyprinus carpio* L.** Veterinary and Human toxicology, Manhattan, v. 40, p. 82 – 86, 1998.

BELEWU, M. A., BELEWU, K. Y. & OGUNSOLA, F. O. **Nutritive value of dietary fungi-treated *Jatropha curcas* kernel cake: Voluntary intake, growth and digestibility coefficient of goat.** Agriculture and Biology Journal of North America, v. 1(2); p. 135–138, 2010.

BERENCHTEIN, B., ABDALLA, A. L., PAIM, T. do P., SBARDELLA, M., LOUVANDINI, H., FILHO, A. L. A., DHANASEKARAN, D., SANTOS, P. P. dos. **Effects of detoxified *Jatropha curcas* kernel meal in finishing pig diets on their performance, carcass traits, meat quality and intoxication.** Livestock Science, vol.165, p. 100-103, 2014.

BERTOLDI, M. De., VALLINI, G., PERA, A., ZUCCONI, F. **Technological aspects of composting including modelling and microbiology.** In: Gasser J.K.R., Ed., **Composting of Agricultural and Other Wastes.** Elsevier Applied Science, London, p. 27-41, 1985.

BGK. **Methodenbuch zur Analyse von Kompost**. Bundesgutegemeinschaft Kompost. Verlag Abfall Now. e.V., Stuttgart, Germany, 1998.

BORÉM, A., SANTOS, F. R. **Biorremediação**. In: BORÉM, A.; SANTOS, F.R. (Eds) *Biotechnologia Simplificada*. Universidade Federal de Viçosa, MG, p. 179-187, 2004.

BREMMER, J. M. **Total Nitrogen. Methods of soil analysis Part 2- Chemical and Microbiological Properties**, number 9 in the series Agronomy, American Society of Agronomy, Inc., Publisher USA, p. 1149-1178, 1965.

BRINTON, W. F., EVANS, E., DROFFNER, M. L. & BRINTON, R. B. **A standardized Dewar test for evaluation of compost self-heating**. Dewar Test - Biocycle Report, 1995.

BROWN, K. W., EVANS, Jr. G. B. & FRENTROP, B. D. (Eds.) **Hazardous Waste Land Treatment**. Butterworth Publishers, Boston, Massachusetts, USA, 1983. 682p.

CHATURVEDI, S., KUMAR, A., SINGH, B., NAIN, L., JOSHI, M. & SATYA, S. **Bioaugmented composting of *Jatropha* de-oiled cake and vegetable waste under aerobic and partial anaerobic conditions**. Journal of Basic Microbiology, v. 53, p. 327–335, 2013.

CHIES, V. **Microrganismos para cadeia do biodiesel**. Agroenergia em Revista, Brasília, 2012, 23p.

CHIUMENTI, A., CHIUMENTI, R., DIAZ, L. F., SAVAGE, G. M., EGGERTH, L. L. AND GOLDSTEIN, N. **Modern composting technologies**. JG Press, Emmaus, PA, 2005.

CHIVANDI, E., ERLWANGER, K. H., MAKUZA, S. M., READ, J. S. & MTIMUNI, J. P. **Effects of dietary *Jatropha curcas* meal on percent packed cell volume, serum glucose, cholesterol and triglyceride concentration and alpha-amylase activity of weaned fattening pigs**. Research Journal of Animal and Veterinary Sciences, v.1, n.1, p.18-24, 2006.

CLEEF, E. H. C. B., JÚNIOR, A. P. N., PARDO, R. M. P., FILHO, J. C. S., NETO, P. C. & FRAGA, A. C. **Composição Química e Limitações da Utilização da Torta de Pinhão Manso (*Jatropha curcas*) na Alimentação Animal**. In: IV Congresso Brasileiro de plantas oleaginosas, óleos, gorduras e biodiesel. Varginha, p. 1271-1275, 2007.

COLODETTI, T. V., CHRISTO, L. F., MARTINS, L. D., RODRIGUES, W. N., AMARAL, J. F. T. do., LAVIOLA, B. G., TOMAZ, M. A. **Differential growth of genotypes of physic nut conditioned by nitrogen fertilization**. American Journal of Plant Sciences, vol. 5, p. 2154-2162, 2014.

CRONJÉ, A. L., TURNER, C., WILLIAMS, A. G., BARKER A. J. & GUY, S. **The respiration rate of composting pig manure**. Compost Science & Utilization, v. 12, p. 119 – 129, 2004.

CUNHA, B. C. A. **Compostagem de Lixo Orgânico doméstico – Comunidade Chapéu Mangueira**. Relatório Final de Estágio Supervisionado (Graduação em Agronomia). Instituto de Agronomia, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2013. 44p

DAS, M., UPPAL, H. S., SINGH, R., BERI, S., MOHAN, K. S., GUPTA, V. C., ADHOLEYA, A. **Co-composting of physic nut (*Jatropha curcas*) deoiled cake with rice straw and different animal dung**. Bioresource Technology, v. 102, p. 6541–6546, 2011.

DELHOMENIE, M. C., BIBEAU, L. & HEITZ, M. **A study of the impact of particle size and adsorption phenomena in a compost-based biological filter**. Chem Eng Sci v. 57, p.4999–5010, 2002.

DEVAPPA, R. K., DARUKESHWARA, J., RATHINARAJ, K., NARASIMHAMURTHY, K., SAIABABA, P. & BHAGYA, S. **Toxicity studies of detoxified *Jatropha* meal (*Jatropha curcas*) in rats**. Food and Chemical Toxicology, v. 46, p. 3621 - 3625, 2008.

DEVAPPA, R. K., MAKKAR, H. P. S. & BECKER, K. **Biodegradation of *Jatropha curcas* phorbol esters in soil.** Journal of the Science of Food and Agriculture, v. 90, n. 12, p. 2090 - 2097, 2010.

DEVAPPA, R. K., MAKKAR, H. P. S. & BECKER, K. ***Jatropha* toxicity - A review.** Journal of Toxicology and Environmental Health, Part B, v. 13, n. 6, p. 476 - 507, 2010.

DEVAPPA, R. K., MAKKAR, H. P. S. & BECKER, K. ***Jatropha* Diterpenes: a review.** Journal of the American Oil Chemists' Society, v. 88, p. 301– 322, 2011a.

DEVAPPA, R. K., MAKKAR, H. P. S. & BECKER, K. **Localisation of antinutrients and qualitative identification of toxic components in *Jatropha curcas* seed.** Journal of the Science of Food and Agriculture. In press, 2011b.

DEVAPPA, R. K., SANJAY, K. R., VIKAS, K., MAKKAR, H. P. S., BECKER, K. **Activities of *Jatropha curcas* phorbol esters in various bioassays.** Ecotoxicology and Environmental Safety, v. 78, p. 57–62, 2012.

DEVAPPA, R. K., BINGHAM, J. P., KHANAL, S. K. **High performance liquid chromatography method for rapid quantification of phorbol esters in *Jatropha curcas* seed.** Industrial Crops and Products, v. 49, p. 211– 219, 2013.

DIANIKA, L., MULDER, J., SANDERS, P. M. ***Jatropha* seed protein functional properties for technical applications.** Biochemical Engineering Journal; v. 53, p. 297– 304, 2011.

DOMMERGUES, Y. & MANGENOT, F. **Écologie microbienne du sol.** Paris, Masson et Cia., 1970. 766p.

DURÃES, F. O. M., LAVIOLA, B. G., SUNDFELD, E., MENDONÇA, S., BHERING, L. L. **Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação em pinhão manso para produção de biocombustíveis.** Brasília, DF: Embrapa Agroenergia, 2009. 28 p. (Documento, 01, Embrapa Agroenergia; ISSN 2177-4439)

ENVIRONMENTAL RESEARCH AND TECHNOLOGY, Inc. **Land Treatment practices in the petroleum industry**. American Petroleum Institute, 1983.

EPSTEIN, E. **The science of composting**. Boca Raton, FL: CRC Press, 1997.

EVANS, F. J. **Environmental hazards of diterpene esters from plants**. CRC Press, Boca Raton, FL. p.1-31, 1986.

FAO. **Biofuel co-products as livestock feed - Opportunities and challenges**. Rome, Italy, 2012. 553 p.

FERREIRA, D. F. **SISVAR – Sistema para análise de variância para dados balanceados**. Lavras: UFLA, 1992. 79p.

FERNANDES, F., SILVA, S. M. C. P. Da. **Manual prático para a compostagem de bio sólidos**. Rio de Janeiro: ABES, 1999.

FOGARTY, A. M., TUOVINEN, O. H. **Microbial degradation of pesticides in yard waste composting**. Microbiol. Rev., 55(2): p. 225-233, 1991.

FRANCO, P. F., LIMA, L. M., POLETTO, C. M., MENDES, T. D., SALUM, T. F. C., FÁVARO, L. C. L., ALMEIDA, J. R. M. **Prospecção e melhoramento de microrganismos para produção de etanol lignocelulósico**. Congresso Brasileiro de recursos genéticos. Belém, 2012.

GAIND, S., NAIN, L. **Biodegradation** 18, p. 495 – 503, 2007.

GAUR, A. C., SADASHIVAM, K. V., MATHUR, R. S., MAGU, S. P. **Role of mesophilic fungi in composting**. Agric Wastes, v. 4, n. 6, p. 453 – 460, 1982.

GANDHI V. M., CHERIAN K. M. & MULKY M. J. **Toxicological Studies on Ratanjyot Oil**. Food Chem. Toxic., v.33, n.I, p. 39-2, 1995.

GEA, T., BARRENA, R., ARTOLA, A. & SÁNCHEZ, A. **Monitoring the biological activity of the composting process: oxygen uptake rate (OUR), respirometric index**

(RI) and respiratory quotient (RQ). Biotechnology Bioengineering, v. 88, p. 520 – 527, 2004.

GOEL G., MAKKAR H. P. S., FRANCIS G. & BECKER K. **Phorbol Esters: structure, biological activity, and toxicity in animals.** International Journal of Toxicology, v. 26, n. 4, p. 279-288, 2007.

GOLUEKE, C. G. **Principles of composting.** In: The Staff of Biocycle Journal of Waste Recycling. **The Art and Science of Composting.** The JG Press Inc., Pennsylvania, USA, p. 14-27, 1991.

GOMES, F. P. **A estatística moderna na pesquisa agropecuária.** Piracicaba, POTAFOS, 1985. 160 p.

GÓMEZ, R. B., LIMA, F. V., FERRER, A. S. **The use of respiration indices in the composting process: a review.** Waste Management & Research, v. 24, p. 37– 47, 2006.

GONÇALVES, S. B., MENDONÇA, S., LAVIOLA, B. G. **Substâncias Tóxicas, Alergênicas e Antinutricionais Presentes no Pinhão manso e seus Derivados e Procedimentos Adequados ao Manuseio.** Brasília, DF: Embrapa Agroenergia, 2009. 5 p. (Circular Técnica, 01, Embrapa Agroenergia).

GRIMSBY, L. K., FJORTOFT, K., AUNE, A. B. **Nitrogen mineralization and energy from anaerobic digestion of jatropha press cake.** Energy for Sustainable Development, v. 17, p. 35–39, 2013.

GÜBITZ, G. M., MITTELBAACH, M., TRAGIIBITZ, M., TRABI, M. **Exploitation of the tropical oil seed plant *Jatropha curcas* L.** Bioresource Technology; v. 67, p. 73– 82, 1999.

GUEDES, R. E., CRUZ, F. de A., LIMA, M. C de., SANT'ANA, L. D'O., CASTRO, R. N., MENDES, M. F. **Detoxification of *Jatropha curcas* seed cake using chemical treatment: Analysis with a central composite rotatable design.** Industrial Crops and Products, vol. 52, p. 537-543, 2014.

- HANSON, K. G., et al. **A rapid and simple screening technique for potential crude oil degrading microorganisms.** Biotechnology Techniques, v. 7, p. 745-748, 1993.
- HAAS, W., STERK, H., MITTELBAACH, M. **Novel 12-Deoxy-16-hydroxyphorbol Diesters Isolated from the Seed Oil of *Jatropha curcas*.** J. Nat. Prod. v. 65, p. 1434-1440, 2002.
- HAUG, R. T. **The practical handbook of compost engineering.** CRC-Press, 1993.
- HELLER, J. **Physic nut *Jatropha curcas* L. promoting the conservation and use of underutilized and neglected crops.** International Plant Genetic Resources Institute, 1996. 66p.
- HESNAWI, R. M., MCCARTNEY, D. M. **Impact of compost amendments and operating temperature on diesel fuel bioremediation.** Journal of Environmental Engineering and Science, v. 5, p. 37–45, 2006.
- HOGAN, J. A., MILLER, F. C., AND FINSTEIN, M. S. **Physical Modeling of the Composting Ecosystem.** Applied and Environmental Microbiology, 55 (5): p. 1082 - 1092, 1989.
- INÁCIO C. T., MILLER P. R. M. **Compostagem: ciência e prática para a gestão de resíduos orgânicos.** Rio de Janeiro. Embrapa Solos, 2009. 156 p.
- IANNOTTI, D. A., PANG, T., TOTH, B. L., ELWELL, D. L., KEENER, H. M. & HOITINK, H. A. J. **A quantitative respirometric method for monitoring compost stability.** Compost Science & Utilization, 1, 52–65, 1993.
- JEKINSON, D. S. & LADD, J. N. **Soil Biochemistry.** In: PAUL, E. A. & LADD, J. N., eds. New York, Marcel Dekker v.5. p. 415 – 471, 1981.
- JONES, J. B. Jr. & V. W. CASE. **Sampling, handling, and analyzing plant tissue samples.** In: R.L. Westerman (ed), Soil testing and plant analysis. 3rd ed. Soil Sci. Soc. Am., Inc. Madison, WI. p. 389–447, 1990.

KASUYA, M. C. M., LUZ, J. M. R. da., PEREIRA, L. P. da S., SILVA, J. S. da., MONTAVANI, H. C., RODRIGUES, M. T. **Bio-Detoxification of Jatropha Seed Cake and Its Use in Animal Feed**. Biodiesel - Feedstocks, Production and Applications, Viçosa, Minas Gerais, p. 309 – 330, 2013.

KIEHL, E. J. **Fertilizantes orgânicos**. Piracicaba: Agronômica Ceres, 1985.

KIEHL, E. J. **Manual de Compostagem: Maturação e Qualidade do Composto**. São Paulo: Edmar José. Kiehl, 1998. 171 p.

KING, A. J., HE, W., CUEVAS, J. A., FREUDENBERGER, M., RAMIARAMANANA, D. & GRAHAM, I. A. **Potential of *Jatropha curcas* as a source of renewable oil and animal feed**. Journal of Experimental Botany, 60: p. 2897–2905, 2009.

KÖRNER, I., BRAUKMEIER, J., HERRENKLAGE, J., LEIKAM, K., RITZKOWSKI, M., SCHLEGELMILCH, M. & STEGMANN, R. **Investigation and optimization of composting process –test systems and practical examples**. Waste Management, v. 23, p. 17–26, 2003.

KUMAR, A. & SHARMA, S. **An evaluation of multipurpose oil seed crop for industrial uses (*Jatropha curcas* L.): A review**. Industrial Crops and Products, v. 28, p. 1–10, 2008.

LASARIDI, K. E. & STENTIFORD, E. I. **A simple respirometric technique for assessing compost stability**. Water Research, v. 32, p. 3717–3723, 1998.

LASARIDI, K. E., STENTIFORD, E. I. & EVANS, T. **Windrow composting of wastewater biosolids: process performance and product stability assessment**. Water Science and Technology, 42, p. 217–226, 2000.

LASARIDI, K., LOANNA, P., KOTSOU M, P., THAKIS, M.G. **Quality assessment of composts in the greek market: the need for standards and quality assurance**. Journal of Environmental anagement, London, v. 80, p. 58-65, 2006.

LAVIOLA, B. G., BHERING, L. L., MENDONÇA, S., ALBRECHT, J. C., ROSADO, T. B., MARANA, J. C., RIBEIRO, J. A. de A. **Caracterização morfo-agronômica do banco de germoplasma de pinhão manso: resultados do 1º ano de avaliação.**

Brasília, DF: Embrapa Agroenergia, 2010 a. 8 p. (Comunicado Técnico, 03, Embrapa Agroenergia; ISSN 2177-4447) (Disponível em:

http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/18393/1/cot_03-1.pdf. Acesso em 03/08/2015)

LAVIOLA, B. G., MENDONÇA, S., RIBEIRO, J. A. de A. **Caracterização de acessos de pinhão manso quanto à toxidez.** CONGRESSO BRASILEIRO DE MAMONA, 4 & SIMPÓSIO INTERNACIONAL DE OLEAGINOSAS ENERGÉTICAS, 1, 2010, João Pessoa. Inclusão Social e Energia: Anais... Campina grande: Embrapa Algodão, 2010 b. p. 1617-1622.

LEHNINGER, A. L. **Biochemistry**, 2. ed., New York, Wort Publishers, 1975. 770p.

MAGALHÃES, P. C., GAMA, E. E. G., MAGNAVACA, R. **Efeito de diferentes tipos de despendoamento no comportamento e produção de alguns genótipos de milho.** Sete Lagoas: EMBRAPA/CNPMS, 1993. 4p.

LUZ, J. M. R. da., PAES, S. A., TORRES, D. P., NUNES, M. D., SILVA, J. S. da., MANTOVANI, H. C., KASUYA, M. C. M. **Production of edible mushroom and degradation of antinutritional factors in *Jatropha* biodiesel residues.** LWT - Food Science and Technology, vol. 50, p. 575-580, 2013.

MAGHULY, F., LAIMER, M. ***Jatropha curcas*, a biofuel crop: Functional genomics for understanding metabolic pathways and genetic improvement.** Biotechnology Journal, vol. 8, p. 1172-1182, 2013.

MAGHULY, F., JANKOWICZ-CIESLAK, J., PABINGER, S., TILL, B. J., LAIMER, M. **Geographic origin is not supported by the genetic variability found in a large living collection of *Jatropha curcas* with accessions from three continents.** Biotechnology Journal, vol. 10, p. 536-551, 2015.

MARTINS, A., et al. **Biorremediação**. III Fórum de Estudos Contábeis, Faculdades Integradas Claretianas, Rio Claro, SP 2003. Disponível em: www.ceset.unicamp.br/lte/artigos/3fec2401. Acesso em: 13 jan. 2013.

MARTINS, L. D., RODRIGUES, W. N., CHRISTRO, L. F., COLODETTI, T. V., BRINATE, S. B., TEIXEIRA, J. F. A., TOMAZ, M. A., LAVIOLA, B. G. **Simultaneous selection of physic nut genotypes (*Jatropha curcas* L.) for efficient absorption and utilization of N and P**. Australian Journal of Crop Science, vol. 9, n. 3, p. 248-255, 2015.

MAKKAR, H. P. S., ADERIBIGBE, A. O., BECKER, K. **Comparative evaluation of non-toxic and toxic varieties of *Jatropha curcas* for chemical composition, digestibility, protein degradability and toxic factors**. Food Chemistry; 62(2):207–15, 1997.

MAKKAR, H. P. S., BECKER, K. **Nutritional studies on rats and fish carp (*Cyprinus carpio*) fed diets containing unheated and heated *Jatropha curcas* meal of a non-toxic provenance**. Plant Foods Hum. Nutr. v. 53, p. 183–192, 1999.

MAKKAR, H. P. S., FRANCIS, G., BECKER, K. **Protein concentrate from *Jatropha curcas* screw-pressed seed cake and toxic and antinutritional factors in protein concentrate**. Journal of the Science of Food and Agriculture, v. 88, p. 1542–8, 2008.

MAKKAR, H. P. S., MAES, J., DEGREYT, W., BECKER K. **Removal and degradation of phorbol esters during pre-treatment and transesterification of *Jatropha curcas* oil**. J. Am. Oil Chem. Soc. v. 86, p. 173–18, 2009.

MAKKAR, H. P. S., KUMAR, V., OYELEYE, O., AKINLEYE, O., ANGULO-ESCALANTE, A., BECKER, K. ***Jatropha platyphylla*, a new non-toxic *Jatropha* species: Physical properties and chemical constituents including toxic and antinutritional factors of seeds**. Food Chemistry; 125: 63–71, 2011.

MALAVOLTA, E., et al. **Micronutrientes, uma visão geral**. In: FERREIRA, M. E., CRUZ, M. C. **Micronutrientes na Agricultura**. Piracicaba: POTAFOS / CNPq, p. 1-33, 1989.

MARTÍNEZ-HERRERA, J., SIDDHURAJU, P., FRANCIS, G., DÁVILAORTÍZ, G. & BECKER, K. **Chemical composition, toxic/antimetabolic constituents, and effects of different treatments on their levels, in four provenances of *Jatropha curcas* L. from Mexico.** Food Chemistry, v. 96, p. 80 - 89, 2006.

MASON, I. G., MILKE, M. W. **Physical modeling of the composting environment: A review. Part 1: Reactor systems.** Waste Management v. 25, p. 481–500. 2005.

MASON, I. G., MILKE, M. W. **Physical modeling of the composting environment: A review. Part 2: Simulation performance.** Waste Management, v. 25, p. 501-509. 2005b.

MENDONÇA, S., LAVIOLA, B. G. **Uso potencial e toxidez da torta de pinhão manso.** Brasília, DF: Embrapa Agroenergia, 2009. 8 p. (Comunicado Técnico, 01, Embrapa Agroenergia)

MENDONCA, S., LAVIOLA, B. G., RODRIGUES, C. M. **Pesquisa e desenvolvimento para aproveitamento da torta de pinhão-manso na alimentação animal.** Folder, Embrapa Agroenergia. 2012. Disponível em: <http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/61930/1/Folder-destoxificacao-pinhao-manso-2012.pdf>. Acesso em 03/08/2015.

MICHEL, JR. F. C., REDDY, C. A., FORNEY, L. J. **Microbial degradation and humification of the lawn care pesticide 2, 4-dichlorophenoxyacetic acid during the composting of yard trimmings.** Applied and Environmental Microbiology, v. 61, p. 2566– 2571, 1995.

MILLER, F. C. **Composting as a process base on the control of ecologically selective factors.** In: METTING, F. B. (Ed.). Soil microbial ecology: application in agricultural and environmental management. New York. Marcel Dekker Inc, p.515 – 541, 1993.

MOLINA-BARAHONA, L. et al. **Diesel removal from contaminated soils by biostimulation and supplementation with crop residues.** Applied Soil Ecology, v. 27, p. 65-175, 2004.

NAJJAR, A., ABDULLAH, N., SAAD, W. Z., AHMAD, S., OSKOUKIAN, E., ABAS, F., GHERBAWY, Y. **Detoxification of toxic phorbol esters from Malaysian *Jatropha curcas* L. kernel by *Trichoderma* spp. and Endophytic fungi.** Int. J. Mol. Sci., vol. 15, p. 2274-2288, 2014.

NAKAGAWA, A. R. & ANDRÉA, M. M. **Efeito de alterações nas características do solo sobre a degradação de hexaclorobenzeno.** Revista Brasileira de Ciência do Solo, v. 30, p. 575-582, 2006.

NAKAO, M., HASEGAWA, G., YASUHARA, T., ISHIHARA, Y. **Degradation of *Jatropha curcas* phorbol esters derived from *Jatropha* oil cake and their tumor-promoting activity.** Ecotoxicology and Environmental Safety, vol. 114, p. 357-364, 2015.

NEIVA JÚNIOR, A. P., CLEEF, E. H. C. B. V., PARDO, R. M. P., SILVA FILHO JOSÉ CLETO, CASTRO NETO, P., FRAGA, A. C. **Subprodutos Agroindustriais do Biodiesel na Alimentação de Ruminantes.** In: II CONGRESSO DA REDE BRASILEIRA DE TECNOLOGIA DO BIODIESEL. **Anais...** Brasília, Programa Nacional de Produção e Uso de Biodiesel. 2007.

NIKOLOVA, N., NENOV, V. **BTEX degradation by fungi.** Water Science & Technology, v. 51, n. 11, p. 87-93, 2005.

NORRIS, D. J. **Landspreading of oily and biological sludges in Canada.** Proc. 35th Industrial Waste Conf., Purdue University, Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor, Michigan, USA, p 10-14, 1980.

NUNES, C. F. **Caracterização de frutos, sementes e plântulas e cultivo de embriões de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.).** Dissertação - Mestrado em fitotecnia – Universidade Federal de Lavras. Lavras, MG, 2007. 78p.

NUNES, M. D., LUZ, J. M. R. da., PAES, S. A., TORRES, D. P., KASUYA, M. C. M. ***Jatropha* seed cake supplementation for improved fungal growth and later use as**

animal feed. African journal of Microbiology Research, vol. 8, n. 38, p. 3457-3462, 2014.

OLIVEIRA, V. M., MANFIO, G. P. **Molecular approaches for the screening of novel enzymes.** In: Jean-Louis Reymond. (Ed.). Enzyme Assays: High-throughput screening, genetic selection and fingerprinting. p. 221-238, 2006.

PALMISANO, A. C., MARUSCIK, D. A., RITCHIE, C. J., SCHWAB, B. S., RAPAPORT, R. A. **A novel bioreactor simulating composting of municipal solid waste.** J Microb Methods, v. 18, p. 99-112, 1993.

PARAWIRA, W. **Biodiesel production from *Jatropha curcas*: A review.** Scientific Research and Essays, v. 5, p. 1796-1808, 2010.

PEIXOTO, R. T. dos G. **Compostagem: opção para o manejo orgânico do solo.** Londrina: IAPAR, Circular 57, 1988. 48 p.

PEIXOTO, R. T. dos G. **Compostagem: princípios, práticas e perspectivas em sistemas orgânicos de produção.** In: **Agroecologia: Princípios e Técnicas para uma Agricultura Orgânica Sustentável.** Editores técnicos, Adriana Maria de Aquino, Renato Linhares de Assis. 1 ed. Brasília, DF : Embrapa Informação Tecnológica, p. 387- 422, 2005.

PEIXOTO, R. T. dos G. **Métodos para análise de compostos orgânicos.** Adaptação de TMECC Methods (2001/2002). Método 04.11 (Test Methods for the Examination of Composting and Compost – Joint Project of the United States Department of Agriculture and the United States Composting Council), RJ, 2008.

PEIXOTO, R. T. dos G. **Compostagem.** In: **Sistema de produção de alface orgânico.** Pelotas, RS: Embrapa Clima Temperado, 2012.

PEREIRA NETO, J. T. **Manual de compostagem: processo de baixo custo.** Belo Horizonte: UNICEF, 1996.

- PETIOT, C., DE GUARDIA, A. **Composting in a laboratory reactor: a review.** Compost Science & Utilization, v.12, p. 69–79, 2004.
- PROGRAMA DE PESQUISA EM SANEAMENTO BÁSICO. **Metodologias e técnicas de minimização, reciclagem e reutilização de resíduos sólidos urbanos.** Rio de Janeiro: ABES, 1999. 65 p.
- ROACH, J., DEVAPPA, R. K., MAKKAR, H. P. S., BECKER, K. **Isolation, characterization, stability and bioactivity of *Jatropha curcas* phorbol esters.** Fitoterapia v. 83, p. 586–592, 2012.
- RUSSO, M. A. T. **Tratamento de resíduos sólidos.** Coimbra: Universidade de Coimbra, 2003.
- RYCKEBOER, J., MERGAERT, J., COOSEMANS, J., DEPRINS, K., SWINGS, J. **Microbiological aspects of biowaste during composting in a monitored compost bin.** J. Appl. Microbiol., 94(1): p. 127-137, 2003.
- RYNK, R. **On-farm composting handbook.** Ithaca, NY: NRAES, 1992, 186p.
- SANZ, E., PRATS, D., RODRÍGUEZ, M., CAMACHO, A. **Effect of temperature and organic nutrients on the biodegradation of linear alkylbenzene sulfonate (LAS) during the composting of anaerobically digested sludge from a wastewater treatment plant.** Waste Management 26, p. 1237–1245, 2006.
- SATO, M., BUENO, O. de C., ESPERANCINI, M. S. T., FRIGO, E. P. **A cultura do pinhão manso (*Jatropha curcas* L.): Uso para fins combustíveis e descrição agrônômica.** Revista Varia Scientia, v. 07, n. 13, p. 47-62, 2009.
- SATURNINO, H. M., PACHECO, D. D., KAKIDA, J.; TOMINAGA, N., GONÇALVES, N. P. **Cultura do pinhão-manso (*Jatropha curcas* L.).** Informe Agropecuário, EPAMIG, Belo Horizonte - MG, v. 26, n. 229, p. 44 – 78, 2005.
- SCAGLIA, B., ERRIQUENS, F. G., GIGLIOTTI, G., TACCARI, M., CIANI, M.,

GENEVINI, P. L., ADANI, F. **Precision determination for the specific oxygen uptake rate (SOUR) method used for biological stability evaluation of compost and biostabilized products.** Università degli Studi di Milano, Università di Perugia, Università Politecnica delle Marche, p. 0-8, 2005.

SCHULTZ, K. L. **Rate of oxygen consumption and respiratory quotients during aerobic decomposition of a synthetic garbage.** Compost Science, p. 38 – 40, 1960.

SHARMA, D. K., PANDEY, A. K., LATA. **Use of *Jatropha curcas* hull biomass for bioactive compost production.** Biomass Bio-energy, v. 33, p. 159 – 162, 2009.

SRINOPHAKUN, T., TITAPIWATANAKUN, B., SOOKSATHAN, I., PUNSUVON, V. **Prospect of deoiled *Jatropha curcas* seedcake as fertilizer for vegetables crops – A case study.** Journal of Agricultural Science, v. 4, n. 3, 2012.

TIQUIA, S. M., TAM, N. F. Y., HODGKISS, I. J. **Microbial activities during composting of spent pig-manure sawdust litter at different moisture contents.** Bioresour. Technol.; 55: p. 201-206, 1996.

TMECC. **Test methods for the examination of composting and compost.** 03.09-A Total solids and moisture, 2001.

TMECC. **Test Methods for the Examination of Composting and Compost.** 04.11 Eletrometric pH determinations for compost, 2002.

TOSIN, M., DEGLI-INNOCENTI, F., BASTIOLI, C. **Effect of the composting substrate on biodegradation of solid materials under controlled composting conditions.** J of Environ Polymer Degrad, v. 4, n. 1, p. 55-63, 1996.

VISCHI, M., RARANCIUC, S., BALDINI, M. **Evaluation of genetic diversity between toxic and non toxic *Jatropha curcas* L. accessions using a set of simple sequence repeat (SSR) markers.** African Journal of Biotechnology, v. 12, n.3, p. 265-274, 2013.

YI, C., REDDY, C., VARGHESE, K., BUI, T. N. H., ZHANG, S., KALLATH, M., KUNJACHEN, B., RAMACHANDRAN, S., HONG, Y. **A New *Jatropha curcas* Variety (JO S2) with Improved Seed Productivity.** Sustainability, vol. 6, p. 4355-4368, 2014.