



Polímeros: Ciência e Tecnologia

ISSN: 0104-1428

abpol@abpol.org.br

Associação Brasileira de Polímeros

Brasil

Campos, Adriana de; Marconato, José C.; Franchetti, Sandra M. M.

Biodegradação de filmes de PP/PCL em solo e solo com chorume

Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 20, núm. 4, 2010, pp. 295-300

Associação Brasileira de Polímeros

São Paulo, Brasil

Disponível em: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=47018756002>

- Como citar este artigo
- Número completo
- Mais artigos
- Home da revista no Redalyc

redalyc.org

Sistema de Informação Científica

Rede de Revistas Científicas da América Latina, Caribe , Espanha e Portugal
Projeto acadêmico sem fins lucrativos desenvolvido no âmbito da iniciativa Acesso Aberto

Biodegradação de Filmes de PP/PCL em Solo e Solo com Chorume

Adriana de Campos, José C. Marconato, Sandra M. M. Franchetti
Departamento de Bioquímica e Microbiologia, UNESP

Resumo: Filmes de blenda de poli(ϵ -caprolactona) (PCL) e polipropileno (PP) foram obtidos por moldagem por compressão. O estudo da biodegradação de filmes de blendas de PP/PCL em solo e solo com chorume foi obtido pela evolução de CO₂, perda de massa, ângulo de contato, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e calorimetria exploratória diferencial (DSC). As análises de evolução de CO₂ mostraram que a biodegradação da blenda de PP/PCL em solo com chorume foi maior que a dos homopolímeros, sugerindo que os polímeros na blenda são mais suscetíveis à degradação, o que se deve à não interação entre PP e PCL. Os resultados também mostraram que os microrganismos do solo com chorume provocaram uma erosão superficial. Verificou-se que a biodegradação do PCL é inibida pelos microrganismos do chorume adicionados no solo.

Palavras-chave: Polímeros sintéticos, polímeros biodegradáveis, solo, polipropileno, poli(caprolactona).

Study of Biodegradation of PP/PCL Films in Soil and Soil with Leachate Landfill

Abstract: Blend films of polycaprolactone (PCL) and polypropylene (PP) have been obtained by melt-pressing of both components. The biodegradation of PP/PCL blend films in soil and soil with leachate landfill has been assessed with measurements of evolution of CO₂, weight loss, contact angle, scanning electronic microscopy (SEM) and differential scanning calorimetry (DSC). The respirometric tests showed that the PP/PCL biodegradation in the soil with leachate was higher than the homopolymers, suggesting that the polymers in the blend are more susceptible to biodegradation owing to the lack of interaction between PP and PCL. The results also showed that biodegradation due to microorganisms in the soil with leachate occurred by surface erosion. It was found that the PCL biodegradation is inhibited by the leachate microorganisms added in the soil.

Keywords: Synthetic polymers, biodegradable polymers, soil, polypropylene, poly(caprolactone).

Introdução

A grande quantidade de resíduos produzidos pela sociedade é um crescente problema ambiental que tem de ser conduzido de forma a alcançar uma sociedade mais sustentável^[1]. Os resíduos plásticos são derivados principalmente de materiais de embalagem, tais como sacos de lixo, filmes agrícolas, embalagens e recipientes alimentares, que são bastante resistentes ao ataque microbiano. Durante os últimos anos, polímeros biodegradáveis com propriedades físicas e mecânicas adequadas têm recebido atenção especial para substituir polímeros à base de petróleo^[2]. Dentro eles se destaca a poli(caprolactona) (PCL), um poliéster alifático sintético com propriedades semelhantes a polímeros à base de petróleo e facilmente biodegradável. O PCL é um polímero semicristalino com um ponto de fusão (T_m) entre 59 e 64 °C, dependendo do conteúdo cristalino, e uma temperatura de transição vitrea (Tg) em torno de -60 °C^[3]. Devido à sua biocompatibilidade, capacidade de formar blendas e copolímeros compatíveis com uma vasta gama de outros polímeros, tem sido utilizado para melhorar as propriedades mecânicas, processabilidade e permeabilidade dos materiais, expandindo as suas aplicações^[3,4]. O PCL é importante pela sua grande aplicação industrial e forma sistemas miscíveis com diversos polímeros sintéticos, inclusive com o PVC^[5].

O PP é um termoplástico semicristalino do grupo das poliolefinas, com Tg de 4-12 °C e T_m de 165-175 °C. Possui alta cristalinidade, 60-70%, o que produz um material rígido e resistente^[6]. É importante a mistura de um polímero sintético com um biodegradável para minimizar o efeito do descarte deste material na natureza. Este trabalho pretende contribuir para o desenvolvimento da área de biodegradação deste tipo de blenda e na redução do custo do PCL. Além disso, existem poucos trabalhos de blendas de PP com outros polímeros, sendo que em um deles constatou-se que a separação de fases do polímero favorece a biodegradação^[7].

Blendas de PP/PCL-poli(etíleno glicol) (PEG) foram estudadas por Tjong et al.^[8], que verificaram a imiscibilidade do sistema, com separação de partículas do copolímero PCL-PEG na matriz de PP. Esses autores utilizaram um compatibilizante (anidrido maleico) para melhorar a miscibilidade da blenda e suas propriedades mecânicas.

O objetivo deste trabalho foi investigar o comportamento dos polímeros PP e PCL na blenda de PP/PCL 1:1, quando em contato com os microrganismos do solo e do chorume, através da evolução de CO₂, de perda de massa e de ângulo de contato, DSC e MEV.

Materiais e Métodos

Os polímeros, utilizados na forma de pó, foram: poli(ϵ -caprolactona) (PCL da Solvay – K-6800, com massa molar média (M_w) 85.000 g.mol⁻¹, temperatura de transição vitrea (Tg) -71 °C, temperatura de fusão (T_m) 60 °C, entalpia de fusão (ΔH_f) 58 J.g⁻¹^[3] e polipropileno isotáctico (iPP) da Suzano Petroquímica S.A. (TS6100, com M_w 145.000 g.mol⁻¹, Tg 4-12 °C, T_m 165-175 °C, ΔH_f 69 J.g⁻¹ e entalpia de cristalização (ΔH_c) 68,9 J.g⁻¹.

Preparo dos filmes

Os filmes de PP, PCL e PP/PCL (1:1 w/w) foram obtidos por moldagem de compressão, utilizando-se pressão hidráulica de 89,10 kgf.cm⁻², a 180 °C, durante 5 minutos. Os homopolímeros em pó foram pesados (0,2 g no total) e colocados entre películas de teflon, obtendo filmes cerca de 100 µm de espessura^[7]. As blendas foram obtidas a partir de 0,1 g de cada polímero.

Autor para correspondência: Sandra M. M. Franchetti, Universidade Estadual Paulista, Caixa Postal 199, CEP: 13506-900, Rio Claro, SP, Brasil.
E-mail: samaramf@rc.unesp.br

Preparação do solo

O solo de jardim foi obtido próximo do Departamento de Bioquímica e Microbiologia da Unesp de Rio Claro, SP e foi peneirado em uma peneira de 2 mesh. A capacidade de campo do solo utilizado nos experimentos foi de 60%, ideal para o crescimento microbiano^[9]. O solo e o solo com chorume não foram esterilizados, com a finalidade de manter os microrganismos vivos para atuar sobre os filmes poliméricos^[10]. O chorume foi coletado de aterro sanitário, apresentando um pH de 7.0 e contendo uma grande diversidade de microrganismos e metais pesados, porém os últimos não foram determinados por análises qualitativas.

O solo foi analisado quimicamente pelo método padrão do IAC (Instituto Agronômico de Campinas)^[11]. O solo original continha 227 g/cm³ de matéria orgânica, 39% de areia, 45% de silte e 16% de argila, com pH 5.9, sendo este favorável ao crescimento microbiano^[9,12].

Preparo das colunas de solo

As amostras de filmes, em duplicatas, foram incubadas em colunas de solo (garrafas de PET transparentes para favorecer a entrada de luz), com altura de 25 cm e diâmetro de 13 cm e dois furos na base. Estes furos permitiram a umidificação do sistema por capilaridade, mantendo a média de 48% de umidade, durante os 120 dias de experimento. Amostras de 8 cm de diâmetro, foram enterradas no topo da coluna, que continha 17 cm de solo úmido e cobertura de 2 cm de terra, para permitir a ação dos microrganismos aeróbios. As colunas tinham aproximadamente 40 furos distribuídos uniformemente, nas suas paredes, para a oxigenação de seu interior. As amostras de filmes foram enterradas nas colunas de solo contendo chorume, nas mesmas condições de trabalho.

Os filmes foram removidos do solo para análise após 30, 45, 60, 90 e 120 dias de tratamento. Após o tratamento microbiano, os filmes foram lavados com água destilada, secos com papel filtro e mantidos por 48 horas em dessecador à vácuo.

Testes respirométricos

Os filmes de PP, PCL e PP/PCL 1:1, de aproximadamente 100 µm de espessura e 0.2 g em massa, foram enterrados no solo de jardim e no solo com chorume não-estéril, dentro de um respirômetro Bartha (em triplicata) à 28 °C durante 120 dias, segundo a norma técnica da NBR 14283 – ABNT^[13]. Uma descrição detalhada dos testes de biodegradação, utilizando o método respirométrico, é dada por Campos et al.^[10].

Caracterização

Medidas de massa

Medidas de perda de massa dos filmes foram obtidas em escala analítica após os biotratamentos. A degradação microbiana pode ser expressa como porcentagem de perda de massa (Equação 1)^[14]:

$$\text{Perda de massa (\%)} = \left[\frac{(W_0 - W_1)}{W_0} \right] \times 100\% \quad (1)$$

onde W_0 e W_1 são massas dos filmes antes e após o biotratamento, respectivamente.

Medidas de ângulo de contato

As amostras de filmes antes e após o biotratamento foram colocadas em lâminas de vidro liso, onde uma gota (20 µm) de água destilada foi depositada. A gota foi iluminada e sua imagem ampliada e projetada em uma tela branca onde o ângulo de contato foi medido. O procedimento foi repetido 3 vezes e o desvio médio foi calculado a partir destas medições^[10].

Calorimetria exploratória de varredura (DSC)

As curvas e os parâmetros de DSC foram obtidas utilizando amostras de 6 mg de massa, medidas em um calorímetro diferencial (TA Instruments DSC2910), a partir de 25 a 250 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, em uma atmosfera de nitrogênio 50 mL/min. O calorímetro foi devidamente calibrado utilizando o padrão de Índio ($T_m = 159,11$ °C; $\Delta H_m = 30,66$ J.g⁻¹).

O grau de cristalinidade da blenda foi calculado considerando os seguintes valores de ΔH : para o PCL 100% cristalino 136 J.g⁻¹^[15] e para iPP 100% cristalino ΔH_m de 190 J.g⁻¹^[16].

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia dos filmes foi examinada em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Carl Zeiss DSM 940-A, à 5 kV e 200× de aumento (ESALQ-USP-Piracicaba). Os filmes originais e após o tratamento microbiano foram recortados e acoplados nos *stubs* com fita dupla face de carbono e recobertos com ouro, em câmara de vácuo, utilizando o metalizador Bal-Tec SC SCD050, com *sputtering*.

Resultados e Discussão

Os filmes de 100 µm de espessura apresentaram-se com partes transparentes e partes opacas, em toda sua extensão.

Testes respirométricos

As análises de evolução de CO₂ dos filmes de PCL, PP e blenda PP/PCL são apresentadas na Figura 1.

Verificou-se a tendência da evolução de CO₂ acumulativa durante 120 dias, observando-se que o filme de PCL e da blenda de PP/PCL apresentaram evolução de CO₂ similar, porém o filme de PP apresentou menor evolução de CO₂ quando comparado com o CO₂ liberado do solo sem o filme. O homopolímero inibe de certa forma a atividade microbiana do solo, agindo como um controle negativo (efeito modulador ou controlador) da evolução de CO₂, tal como o polietileno, citado na norma D-5338-98^[17] (Figura 1a). No caso da adição de chorume, as curvas de evolução de CO₂ são muito próximas, devido à variedade da população microbiana adaptada à presença de materiais orgânicos persistentes neste ambiente (Figura 1b).

Medidas de perda de massa

Filmes de PCL e PP/PCL apresentaram diminuição de massa após o tratamento microbiano. Os filmes de PCL sofreram grande diminuição de massa em 30 e 60 dias de tratamento, chegando a 67% quando tratados em solo e 89% quando tratados em solo com chorume (Tabela 1). Observou-se que após 30 dias de tratamento em solo com chorume, os filmes de PCL apresentaram maior perda de massa em relação ao filme tratado somente em solo, sugerindo a adaptação dos microrganismos do chorume em relação ao solo e ao polímero. O filme de PCL com 90 dias de tratamento em solo e solo com chorume estava muito degradado, o que impossibilitou a pesagem e análise do mesmo. A blenda de PP/PCL 1:1 apresentou grande diminuição de massa, após o tratamento microbiano com solo, porém menor quando se adicionou chorume. Estas variações com o passar do tempo, se devem à variação da população microbiana no solo e no solo com chorume.

As perdas de massa dos filmes de PP/PCL em solo e solo com chorume são bem menores que as dos filmes de PCL, a partir de 45 dias, (considerando a correção de massa para o PCL na blenda). Esta diferença de perda de massa sugere que o PP tem efeito modulador sobre o PCL (o PP controla a rápida biodegradação

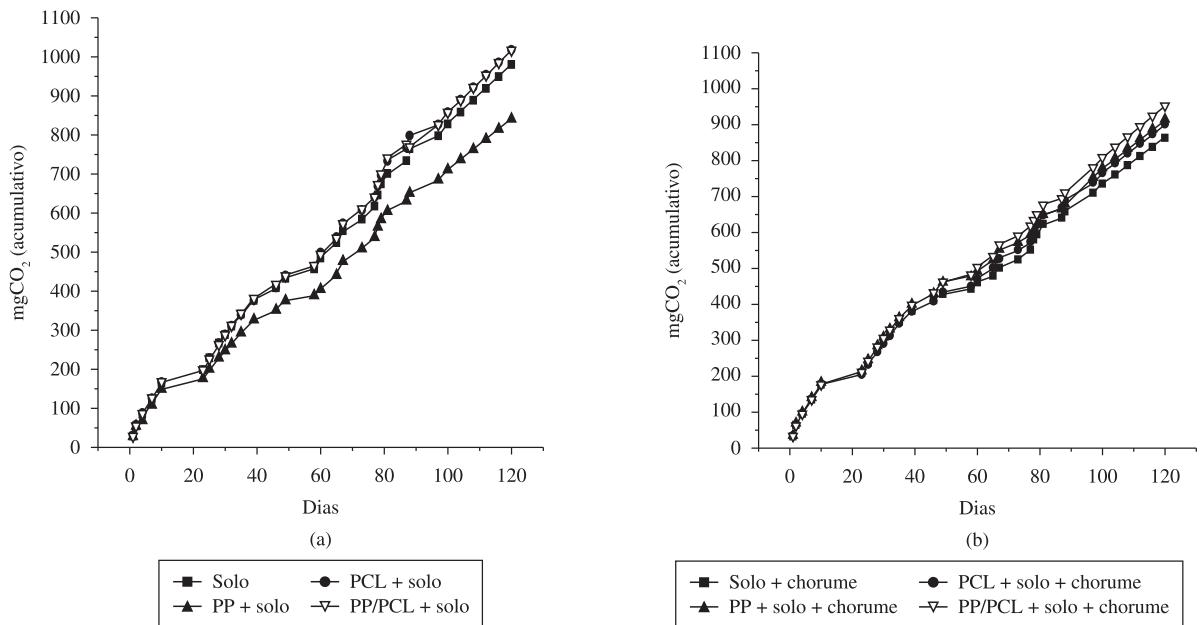


Figura 1. Produção acumulada de CO_2 durante 120 dias de incubação: a) solo; b) solo com chorume.

Tabela 1. Medidas de perda de massa dos filmes de PP, PCL e após o tratamento microbiano.

Filmes	Solo (% de perda de massa)	Solo com chorume (% de perda de massa)	Desvio padrão
PP 120 dias	0	0	-
PCL 30 dias	24,9	15,4	$\pm 0,6$
PCL 45 dias	53,6	70,7	$\pm 0,8$
PCL 60 dias	66,8	88,6	$\pm 0,5$
PP/PCL 120 dias	48,5	33,7	$\pm 0,5$

Observação: Considerando a correção de massa na blenda tratada por 120 dias em solo e solo com chorume e ressaltando que todo o PCL havia sido degradado em 120 dias, nos dois casos.

de PCL, inibindo-a). Isto indica que a biodegradação ocorre nas interfaces de PP e PCL (nas áreas de contato entre os dois polímeros diferentes, regiões menos ordenadas), tal como visto em Gonçalves et al.^[7].

Medidas de ângulo de contato dos filmes tratados em coluna de solo

As medidas de ângulo de contato dos filmes originais e tratados são apresentadas na Tabela 2. Diminuição do ângulo de contato indica que a superfície polimérica tornou-se mais hidrofílica, devido à ação microbiana (adesão e erosão)^[18]. Quando há adesão de diferentes materiais orgânicos presentes no meio, a superfície pode se tornar hidrofóbica.

Os filmes de PCL não foram analisados por apresentarem muitos orifícios após os tratamentos microbianos.

O filme de PP apresentou o ângulo de contato semelhante ao do filme original. O filme tratado em solo com chorume teve aumento no ângulo de contato, mostrando que o mesmo se tornou mais hidrofóbico. O PCL não foi recuperado do solo, degradou

Tabela 2. Medidas de ângulo de contato dos filmes de PP e PP/PCL.

Filmes	Original	solo	Solo com chorume	Desvio padrão
PP	57°	56,6°	67,5°	$\pm 0,5$
PCL	60,7°	-	-	-
PP/PCL	58,7°	48°	63,7°	$\pm 0,7$

completamente, não sendo possível efetuar as medidas de ângulo de contato. No caso da blenda tratada em solo, o ângulo de contato diminuiu em relação ao filme original, enquanto que para a blenda tratada em solo com chorume, o ângulo de contato aumentou, tornando o filme mais hidrofóbico.

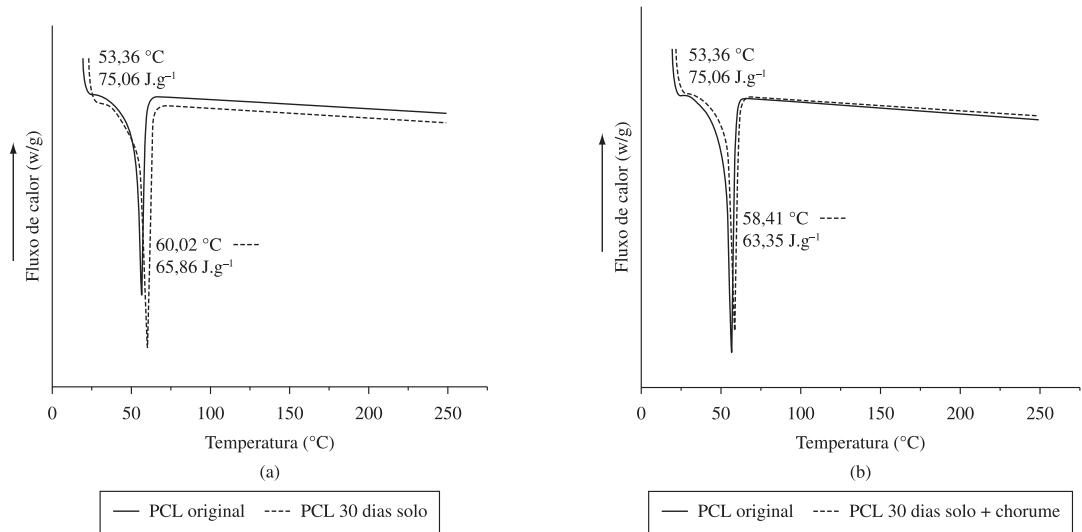
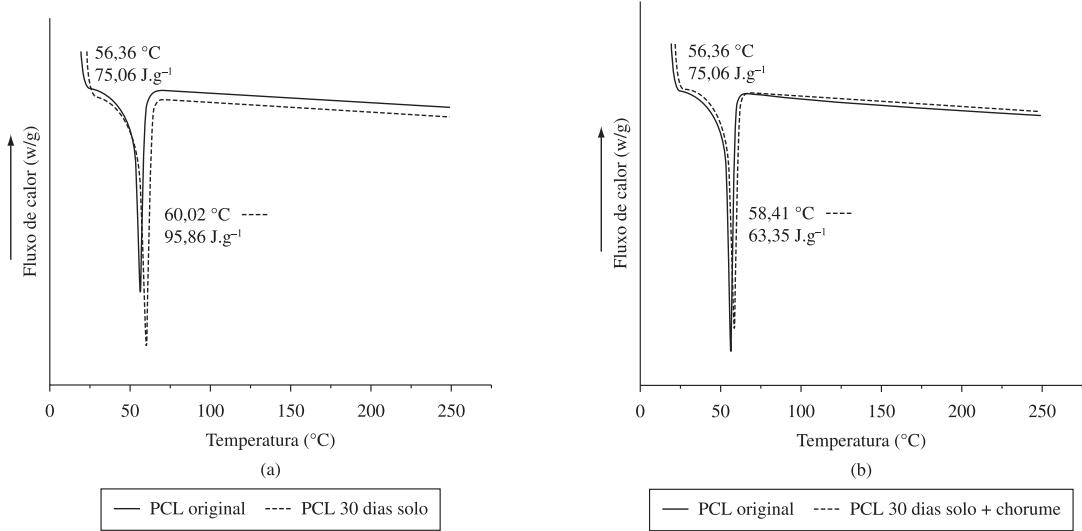
Isto sugere que a biodegradação do PCL na blenda é influenciada pela presença de PP, ocorrendo a biodegradação nas interfaces de PP e PCL. Além disso, existem evidências na literatura^[18] que a superfície do PP pode ser colonizada por determinados microrganismos, tais como *Pseudomonas* e *Vibrio* sp.^[19]. Os resultados são difíceis de serem interpretados devido à heterogeneidade da blenda e presença de interfaces, bem como do sistema microbiano presente no solo com chorume. Para melhor compreender as mudanças ocorridas nos filmes, foram feitas análises de DSC.

Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

As curvas de DSC são apresentadas nas Figuras 2 a 4 e os parâmetros dos termogramas na Tabela 3.

O filme de PCL após 30 dias de tratamento microbiano em solo apresentou aumento da temperatura de fusão (Figura 2a) e aumento da cristalinidade (Tabela 3). Estas mudanças indicam reorganização das lamelas e aumento de sua espessura, respectivamente, após a degradação da fase amorfa. Este filme, quando tratado em solo com chorume (Figura 2b), teve sua cristalinidade diminuída, devido à erosão em toda a extensão do filme (fases amorfa e cristalina).

Filmes de PP semicristalino quando tratados em solo e solo com chorume (Figura 3a e b) apresentaram diminuição da cristalinidade (Tabela 3).

**Figura 2.** Curvas de DSC de filmes de PCL original e após 30 dias de tratamento microbiano: a) solo e b) solo + chorume.**Figura 3.** Curvas de DSC de filmes de PP original e após 120 dias de tratamento microbiano: a) solo e b) solo + chorume.**Tabela 3.** Parâmetros obtidos dos termogramas das amostras de PCL, PP e PP/PCL 1:1, T_m (°C) = temperatura de fusão, X_{DSC} = porcentagem de cristalinidade obtido por DSC.

Amostra	T_m (°C)	ΔH_m (J·g⁻¹)	X_{DSC} (%)
PCL original	56,36	75,06	55
PCL solo	60,02	95,86	70,5
PCL solo + chorume	58,41	63,35	47
PP original	161,60	97,99	52
PP solo	161,77	88,44	46,5
PP solo + chorume	162,52	89,45	47
PP/PCL original	59,85	35,35	37
	161,90	47,94	50,5
PP/PCL solo	(PCL) 59	9,53	10 (PCL)
	(PP) 161,71	65,62	69 (PP)
PP/PCL solo + chorume	(PCL) 58,39	17,40	18 (PCL)
	(PP) 161,37	72,07	76 (PP)

Referência: PCL 100% cristalino, $\Delta H_m = 136 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ ^[12], PP 100% cristalino, $\Delta H_m = 190 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ ^[10].

Filmes de PP/PCL 1:1 tratados em solo e solo com chorume (Figura 4a) apresentaram 2 picos de fusão, indicativos de 2 fases na blenda. O 1º pico se refere à fusão do PCL e o 2º pico à fusão do PP. Observou-se que os filmes originais de PP tem cristalinidade maior que o PP na blenda PP/PCL. Segundo Chun et al.^[20], filmes de PP homopolímero tem cristalização mais acelerada do que na blenda de PP/PCL, o que se deve ao aumento na razão de nucleação e orientação das cadeias. Após os tratamentos, observou-se diminuição da cristalinidade do 1º pico (PCL) e aumento de cristalinidade no 2º pico (PP), sugerindo a degradação do PCL inclusive de finais de cadeias, na fase cristalina e reorganização das cadeias do PP^[14]. Segundo Gonçalves et al.^[7], o aumento de cristalinidade do PP pode ser causado devido a formação de novos cristais na fase amorfica ou a incorporação de moléculas em cristais pré existentes (Figura 4a e b). Essas mudanças ocorrem nas interfaces (PP-PCL) da blenda heterogênea e são consideradas como parte do processo biodegradativo. Isto sugere que a heterogeneidade (separação de fase), neste caso, favorece a biodegradação da blenda.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O filme de PCL obtido por fusão (Figura 5a) apresentou superfície lisa, com alguns relevos. Os filmes de PCL tratados em solo, durante 30 dias, (Figura 5b) apresentaram orifícios e a presença de estruturas diferenciadas. No tratamento de 45 dias e 60 dias (Figura 5c e d), o filme tornou-se mais deteriorado, com a presença de crateras em toda sua extensão.

Os filmes de PCL tratados em solo com chorume (Figura 5e, f e g) apresentaram grande mudança superficial, com orifícios, decorrentes da erosão da superfície e estruturas diferenciadas, sugerindo adesão microbiana. Os filmes tratados em solo com chorume apresentaram-se semelhantes aos filmes tratados somente em solo.

O PP obtido por fusão (Figura 6a) apresentou relevos em sua superfície. Quando tratado em solo (Figura 6b), e em solo com chorume (Figura 6c), verificou-se um aumento das estruturas em relevo com maior aglomeração das mesmas.

O PP é resistente à decomposição por microrganismos, no entanto, mudanças morfológicas podem ocorrer, mudanças essas causadas por contração das camadas da superfície, como consequência da queimí-crystalização^[7]. Essas mudanças morfológicas também podem indicar ataque microbiano na superfície polimérica, assim como observado por Arkatkar et al.^[18], que constataram a adesão de *Bacillus* na superfície de filmes de PP.

As micrografias da blenda apresentadas na Figura 7 mostraram que a microscopia do filme original apresentou estruturas alongadas (Figura 7a), que se modificaram, isto é: sofreram erosão (Figura 7b). A erosão se deveu à presença do PCL na blenda, bastante suscetível ao ataque microbiano. A blenda biotratada em solo com chorume (Figura 7c) apresentou a superfície alterada, com estruturas alongadas, diferentes da blenda original. Não ocorreu erosão tão intensa como no caso dos filmes de PCL, sugerindo o efeito inibidor do PP sobre a biodegradação do PCL.

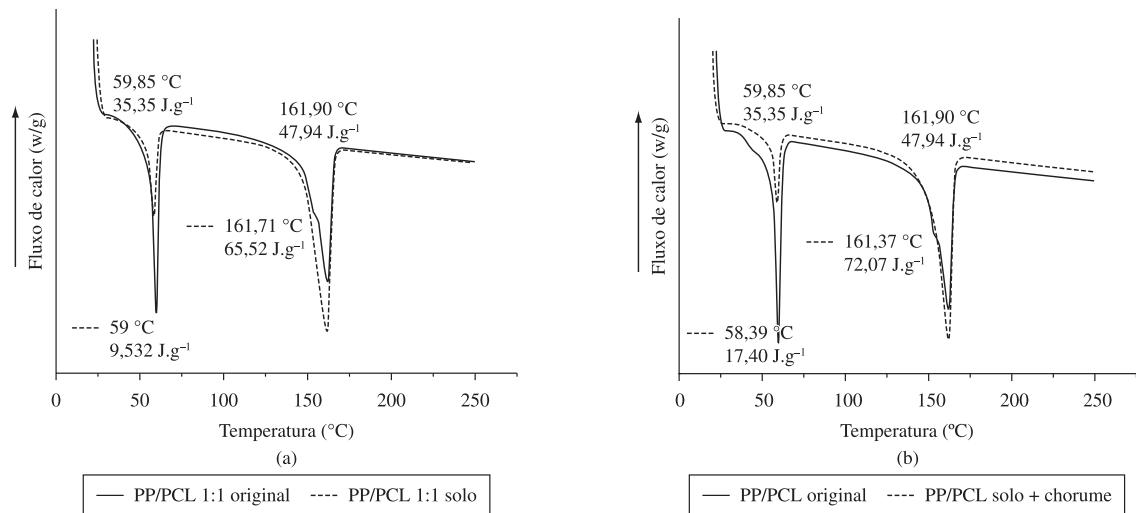


Figura 4. Curvas de DSC de filmes de PP/PCL original e após 120 dias de tratamento microbiano: a) solo e b) solo + chorume.

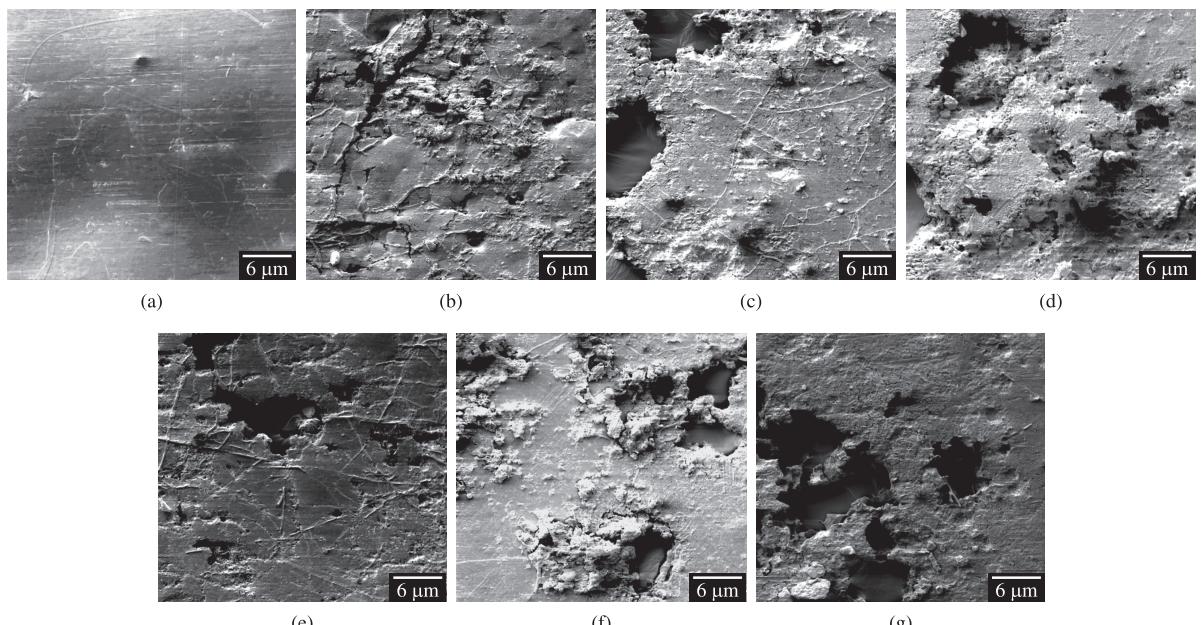


Figura 5. MEV de filmes de PCL: a) original; b) solo 30 dias; c) solo 45 dias; d) solo 60 dias; e) solo + chorume 30 dias; f) solo + chorume 45 dias e g) solo + chorume 60 dias.

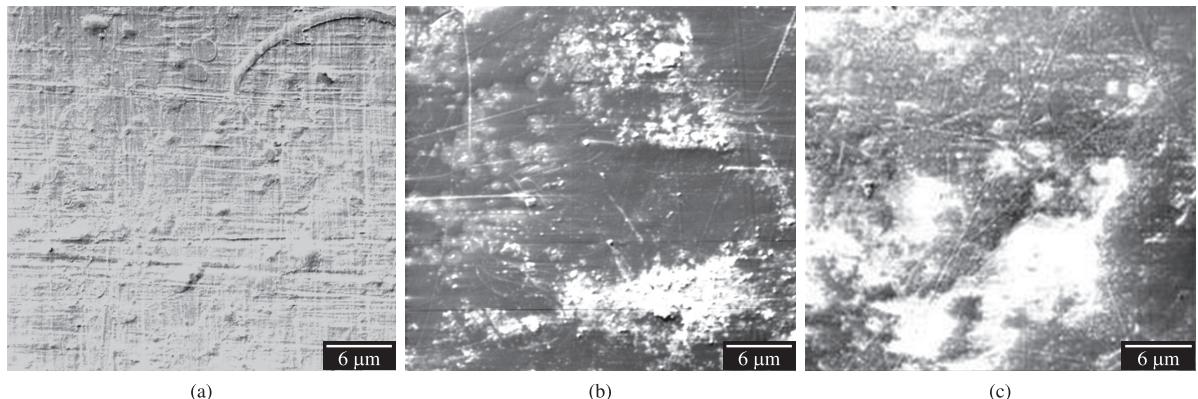


Figura 6. MEV de filmes de PP: a) original; b) solo e c) solo + chorume.

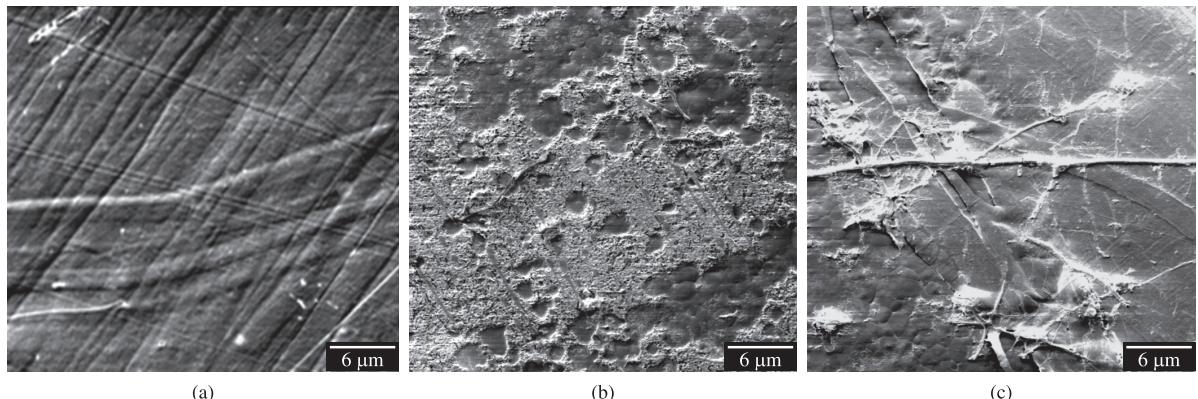


Figura 7. MEV de filmes de PP/PCL: a) original; b) solo e c) solo + chorume.

A biodegradação pode ocorrer preferencialmente na fase onde se encontra o PCL, ou na interfase dos dois polímeros, assim como observado por Gonçalves et al.^[7], em blendas de PP com PHBV.

Conclusões

Filmes de PCL são biodegradados em grande extensão por microrganismos do solo e do solo com chorume.

A adição de chorume ao solo inibe a biodegradação do PCL devido à modificação do sistema microbiano presente no solo e adição de diferentes microrganismos.

A erosão na blenda é menos intensa devido às presença do PP

A heterogeneidade da blenda de PP/PCL limita o processo da biodegradação que, neste caso, ocorre nas interfases de PP e PCL.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP pela bolsa de doutorado (Processo no. 04/14381-7).

Referências Bibliográficas

1. Lucas, N.; Bienaime, C.; Belloy, C.; Queneudec, M.; Silvestre, F. & Navascuado, J. E. - *Chemosphere*, **73**, p. 429 (2008).
2. Shah, A. A.; Hasan, F.; Hameed, A. & Ahmed, S. - *Biotechnol. Adv.*, **26**, p.246 (2008).
3. Peña, J.; Corrales, T.; Izquierdo-Barba, I.; Doadrio, A. L. & Vallet-Regi, M. - *Polym. Degrad. Stabil.*, **91**, p.1424 (2006).
4. Elzein, T.; Nassar-Eddine, M.; Delaite, C.; Bistac, S. & Dumas, P. J. - *Colloid Interface Sci.*, **273**, p.381 (2004).
5. Amass, W. Amass, A. & Tighe, B. - *Polym. Intern.*, **47**, p.89 (1998).
6. Manrich, S. - "Processamento de Termoplásticos: rosca única, extrusão e matriz, injeção e moldes", Artliber, São Paulo (2005).
7. Gonçalves, S. P. C.; Chinaglia, D. L. & Martins-Franchetti, S. M. J. - *Polym Environ.*, **17**, p.280 (2009).
8. Tjong, S. C.; Xu, Y.; Meng, Y. Z. - *Polymer*, **40**, p.3703 (1999).
9. Companhia de Tecnologia e Saneamento Ambiental - CETESB. - "Solos – Determinação biodegradação de resíduos – Método respirométrico de Barth", São Paulo (1990).
10. Campos, A.; Martins-Franchetti, S. M.; Marconato, J. C.; Agnelli, J. A. M. & Monteiro, M. R. - *Res. J. Biotech.*, **2** (2007).
11. Raij, B.; Andrade, J. C.; Cantarella, H. & Quaggio, J. A. - "Análise química para avaliação da fertilidade de solos", Instituto Agronômico (2001).
12. Lopes Filho, L.; Silva, W. T. L.; Milori, D. M. B. P. & Simões, M. L. - "Monitoramento químico e físico do processo de compostagem de diferentes resíduos orgânicos", Embrapa, São Carlos (2005).
13. Associação Brasileira de Normas Técnicas. - "Resíduos em solo - Determinação da biodegradação pelo método respirométrico. Norma NBR 14283", São Paulo (1999).
14. Darwis, D.; Mitomo, H.; Enjoji, T.; Yoshii, F. & Makuuchi, K. - *Polym. Degrad. Stabil.*, **62**, p.259 (1998).
15. Kesel, C.; Vander Wauven, C. & David, C. - *Polym. Degrad. Stabil.*, **55**, p.107 (1999).
16. Otaguro, H.; Artel, W. H.; Parra, D. F.; Cardoso, E. C. L.; Lima, L. F. C. P. & Lugão, A. B. - *Polímeros*, **14**, 2 (2004).
17. ASTM. - "ASTM D-5338-98: Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials under Controlled Composting Conditions" (1998).
18. Arkatkar, A.; Arutchelvi, J.; Bhaduri, S.; Uppara, P. V. & Doble, M. - *Intern. Biodegrad. Biodegrad.*, **63**, p.106 (2009).
19. Cacciari, I.; Quatrini, P.; Zirletta, G.; Mincione, E.; Vinciguerra, V.; Lupattelli, P. & Giovannozzi Sermann, G. - *Appl. Environ. Microbiol.*, **59**, p. 3695 (1993).
20. Chun, Y. S.; Han, M.; Park, J. & Kim, W. N. - *Korea-Australia Rheology J.*, **12**, p.101 (2000).

Enviado: 24/10/09

Reenviado: 23/02/10

ACEITO: 03/05/10

DOI: 10.1590/S0104-14282010005000039