

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

LEONARDO MATIAS DE OLIVEIRA FILHO

Avaliação da codigestão de resíduos da indústria cafeeira e cervejeira em reator
EGSB visando a produção de biogás

São Carlos

2025

LEONARDO MATIAS DE OLIVEIRA FILHO

Avaliação da codigestão de resíduos da indústria cafeeira e cervejeira em reator
EGSB visando a produção de biogás

Monografia apresentada ao Curso de
Engenharia Ambiental, da Escola de
Engenharia de São Carlos da Universidade de
São Paulo, como parte dos requisitos para
obtenção do título de Engenheiro Ambiental

Orientadores: Profa. Dra. Maria Bernadete Amâncio Varesche
Dra. Caroline Varella Rodrigues

São Carlos
2025

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO,
POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS
DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Prof. Dr. Sérgio Rodrigues Fontes da
EESC/USP com os dados inseridos pelo(a) autor(a).

F478a Filho, Leonardo Matias de Oliveira
Avaliação da codigestão de resíduos da
indústria cafeeira e cervejeira em reator EGSB visando
a produção de biogás / Leonardo Matias de Oliveira
Filho; orientador Maria Bernadete Amâncio Varesche;
coorientadora Caroline Varella Rodrigues. São Carlos,
2025.

Monografia (Graduação em Engenharia Ambiental) --
Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de
São Paulo, 2025.

1. Águas resíduárias. 2. Dejeto bovino. 3.
Digestão anaeróbica. 4. Resíduo sólido. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato(a): **Leonardo Matias de Oliveira Filho**

Data da Defesa: 24/10/2025

Comissão Julgadora:

Resultado:

Caroline Varella Rodrigues (Orientador(a))

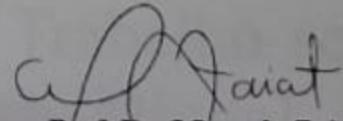
Aprovado

Guilherme Henrique Duarte de Oliveira

Aprovado

André do Vale Borges

Aprovado



Prof. Dr. Marcelo Zaiat

Coordenador da Disciplina 1800091- Trabalho de Graduação

*Este trabalho é dedicado às crianças adultas que,
quando pequenas, sonharam em se tornar cientistas.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pela força, sabedoria e perseverança que me permitiram chegar até aqui, iluminando meu caminho diante das dificuldades e me dando serenidade para seguir em frente.

Aos meus pais, que sempre foram meu alicerce, agradeço o amor incondicional e apoio constante. Às minhas orientadoras, Caroline Varella e Maria Bernadete, expresso minha sincera gratidão pela paciência, dedicação e orientação ao longo de todo este percurso. Sua confiança, críticas construtivas e incentivo foram fundamentais para meu crescimento acadêmico e pessoal.

À minha namorada, Beatriz, agradeço o companheirismo, paciência e incentivo em todos os momentos desta caminhada. Sua compreensão diante das minhas ausências, suas palavras de apoio e sua presença constante foram fundamentais para que eu não desistisse e seguisse confiante.

Aos professores e funcionários da Engenharia Ambiental (EESC-USP), agradeço pelo conhecimento compartilhado e pela contribuição direta ou indireta em minha formação. Aos colegas e amigos que estiveram presentes durante essa caminhada, dividindo momentos de estudo, aprendizados e também de descontração, meu muito obrigado.

Não poderia deixar de agradecer à minha família e às pessoas queridas que compreenderam minhas ausências, apoiaram meus esforços e celebraram comigo cada conquista.

Por fim, agradeço a todos que, de alguma forma, contribuíram para que este trabalho se tornasse realidade. Cada gesto de apoio foi essencial para que eu alcançasse este objetivo.

"A vida é como andar de bicicleta. Para manter o equilíbrio, você precisa continuar se movimentando."

(Albert Einstein)

RESUMO

OLIVEIRA FILHO, Leonardo Matias de Oliveira. **Avaliação da codigestão de resíduos da indústria cafeeira e cervejeira em reator EGSB visando a produção de biogás.** 2025. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2025.

Excedentes de resíduos do processamento do café, como água residuária e resíduos sólidos (polpa e casca), além de resíduos da cadeia produtiva da indústria cervejeira são gerados anualmente. A possibilidade de reaproveitamento destes e a possível reinserção na cadeia produtiva, explorando o conceito de economia circular, faz com que estes resíduos sejam considerados substratos excelentes para a digestão anaeróbia envolvendo recuperação energética. Este trabalho teve como objetivo avaliar a codigestão anaeróbia das águas residuárias do processamento do café e da cervejaria, bem como a polpa e casca do café, em um reator Anaeróbio de Leito Granular Expandido (*Expanded Granular Sludge Bed – EGSB*) para a geração de metano. Para isso, foi utilizada como fonte de inóculo a mistura de dejetos bovinos e lodo granular proveniente de um reator de Manta de Lodo Anaeróbio de Fluxo Ascendente (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket - UASB*) do tratamento de águas residuárias do abatedouro de aves a fim de ser aumentado o potencial da recuperação energética ainda disponível nos resíduos líquidos e sólidos. A primeira fase de operação do EGSB (1) foi executada em TDH de 72 horas ($1,08 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$), a segunda (2) em TDH de 48 horas ($2,21 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$) e a terceira (3) em TDH de 24 horas ($4,22 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$), no qual todas as fases apresentavam $5,5 \text{ g DQO L}^{-1}$ e $1,7 \text{ g carboidratos L}^{-1}$ e pH 7,0. Para a primeira fase, a máxima remoção de matéria orgânica atingiu 97,41% ($4,72 \pm 0,20 \text{ g L}^{-1}$ removidos), para carboidratos totais foi verificado 98,29% de remoção ($1,61 \pm 0,02 \text{ g L}^{-1}$ removidos), além de 75,60% de fenóis totais removidos ($0,103 \pm 0,10 \text{ g L}^{-1}$) durante a operação, onde os valores de alcalinidade e pH foram 0,30 AI/AP (relação alcalinidade intermediária e parcial) e $8,28 \pm 0,34$, respectivamente, sendo alcançado o rendimento de $201 \text{ mL CH}_4 \text{ g}^{-1} \text{ DQO}_{\text{removida}}$. Na segunda fase, as remoções de matéria orgânica e carboidratos totais foram de 96,04% ($4,73 \pm 0,17 \text{ g L}^{-1}$) e 97,62% ($1,62 \pm 0,04 \text{ g L}^{-1}$ removidos) respectivamente, sendo que os valores de alcalinidade e pH foram de 0,62 AI/AP e 7,75, respectivamente, sendo removidos ao final da operação 29,5% de compostos fenólicos totais ($0,032 \pm 0,03 \text{ g L}^{-1}$), além de ser obtido um rendimento de $124,5 \pm 32,79 \text{ mL CH}_4 \text{ g}^{-1} \text{ DQO}_{\text{removido}}$. Para a 3^a fase foram observadas as remoções de matéria orgânica, carboidratos e fenóis de 95,70%, 98,29% e 54,38%, respectivamente. Os valores de alcalinidade e pH foram de 0,65 e 8,0, respectivamente, sendo alcançado o rendimento de 113,8

$\pm 10,23 \text{ CH}_4 \text{ g}^{-1} \text{ DQO}_{\text{removida}}$. A taxonomia foi realizada pelo sequenciamento do gene 16S rRNA na plataforma Illumina HiSeq. A relação sintrófica entre os microrganismos *Syntrophohabclus*, *Syntrophobacter* e *Pseudomonas* com os metanogênicos hidrogenotróficos *Methanomassiliicoccus*, *Methanospirillum* e *Methanobacterium* favoreceram a remoção de compostos fenólicos acima de 50%. Este estudo forneceu informações sobre a possibilidade de remoção de compostos orgânicos e tóxicos provenientes de águas residuárias além de resíduos sólidos de processos industriais além de indicar o potencial da aplicação do reator EGSB em baixos TDHs a fim de otimizar a produção de CH₄.

Palavras-chave: Águas residuárias; Dejeto bovino; Digestão anaeróbia; Resíduo sólido.

ABSTRACT

OLIVEIRA FILHO, Leonardo Matias de Oliveira. **Evaluation of co-digestion of waste from the coffee and beer industries in an EGSB reactor aiming at biogas production.** 2025. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2025.

Excess waste from coffee processing, such as wastewater and solid waste (pulp and husk), as well as waste from the production chain of the brewing industry, are generated annually. The possibility of reusing these and the possible reinsertion in the circular economy makes these residues considered excellent substrates for anaerobic digestion involving energy recovery. This work aimed to evaluate the anaerobic co-digestion of wastewater from coffee processing and brewery, as well as coffee pulp and husk, in an Expanded Granular Sludge Bed (EGSB) anaerobic reactor for the generation of methane. For this, a mixture of cattle manure and granular sludge from an Upflow Anaerobic Sludge Blanket - UASB reactor from the poultry slaughterhouse wastewater treatment was used as an inoculum source to increase the energy recovery potential still available in liquid and solid waste. The first phase of operation of the EGSB (1) was performed in HRT of 72 hours ($1,08 \text{ kg COD/m}^3 \text{ d}^{-1}$), the second (2) in HRT of 48 hours ($2,21 \text{ kg COD m}^{-3} \text{ d}^{-1}$) and the third (3) in HRT of 24 hours ($4,22 \text{ kg COD/m}^3 \text{ d}^{-1}$), in which all phases had $5,5 \text{ g COD L}^{-1}$ and $1,7 \text{ g carbohydrates L}^{-1}$ and pH 7,0. For the 1st phase, the maximum removal of organic matter reached 97,41% ($4,72 \pm 0,20 \text{ g L}^{-1}$ removed), for total carbohydrates it was verified 98,29% of removal ($1,61 \pm 0,02 \text{ g L}^{-1}$ removed), in addition to 75,60% of total phenols removed ($0,103 \pm 0,10 \text{ g L}^{-1}$) during the operation, where the alkalinity and pH values were 0,30 AI/AP (intermediate alkalinity ratio and partial) and $8,28 \pm 0,34$, respectively, reaching a yield of $201 \text{ mL CH}_4 \text{ g}^{-1}$ COD removed. In the 2nd phase, the removals of organic matter and total carbohydrates were 96,04% ($4,73 \pm 0,17 \text{ g L}^{-1}$) and 97,62% ($1,62 \pm 0,04 \text{ g L}^{-1}$ removed) respectively, with the alkalinity and pH values being 0,62 AI/AP and 7,75, respectively, with 29,5% of total phenolic compounds being removed at the end of the operation ($0,032 \pm 0,03 \text{ g L}^{-1}$), in addition to obtaining a yield of $124,5 \pm 32,79 \text{ mL CH}_4 \text{ g}^{-1}$ COD removed. For the 3rd phase, removals of organic matter, carbohydrates and phenols of 95,70%, 98,29% and 54,38%, respectively, were observed. The alkalinity and pH values were 0,65 and 8,0, respectively, reaching a yield of $113,8 \pm 10,23 \text{ CH}_4 \text{ g}^{-1}$ COD removed. Taxonomy was performed by sequencing the 16S rRNA gene on the Illumina HiSeq platform. The syntrophic relationship between the microorganisms *Syntrophohabclus*, *Syntrophobacter* and *Pseudomonas* with the hydrogenotrophic methanogens *Methanomassiliicoccus*,

Methanospirillum and *Methanobacterium* favored the removal of phenolic compounds above 50%. This study provided information on the possibility of removing organic and toxic compounds from wastewater in addition to solid waste from industrial processes, also investigating the potential for applying the EGSB reactor at low HRTs in order to optimize CH₄ production.

Keywords: Anaerobic digestion; Cattle manure; Solid waste; Wastewater.

Lista de Figuras

Figura 1. Esquema referente às vias de processamento do grão de café.....	28
Figura 2. Aumento de cervejarias registradas no Brasil.....	29
Figura 3. Fluxograma do processo e produção de cerveja.....	30
Figura 4. Esquema simplificado do processo de digestão anaeróbia.....	32
Figura 5. Fluxograma Experimental.....	39
Figura 6. Configuração do reator EGSB.....	42
Figura 7. Remoção de matéria orgânica ao longo da operação do reator EGSB.....	50
Figura 8. Remoção de carboidratos totais ao longo da operação do reator EGSB.....	52
Figura 9. Evolução dos valores de pH durante a operação do reator EGSB.....	55
Figura 10. Evolução da relação AI/AP durante a operação do reator EGSB.....	57
Figura 11. Evolução da concentração de compostos fenólicos totais durante a operação do reator EGSB.....	60
Figura 12. Geração de biogás ao longo da operação do reator EGSB.....	63
Figura 13. Rendimento de CH ₄ (mL g ⁻¹ DQO _{removida}) ao longo da operação do reator EGSB.....	64
Figura 14. Evolução de ácidos e álcoois referentes à 1 ^a fase de operação do reator EGSB.....	66
Figura 15. Evolução de ácidos e álcoois referentes à 2 ^a fase de operação do reator EGSB.....	67
Figura 16. Evolução de ácidos e álcoois referentes à 3 ^a fase de operação do reator EGSB.....	68
Figura 17. Gêneros identificados para os domínios Bacteria e Archaea durante a 1 ^a fase de operação do EGSB.....	69
Figura 18. Gêneros identificados para os domínios Bacteria e Archaea durante a 2 ^a fase de operação do EGSB.....	70
Figura 19. Gêneros identificados para os domínios Bacteria e Archaea durante a 3 ^a fase de operação do EGSB.....	71

Lista de Tabelas

Tabela 1: Estudos envolvendo a codigestão de resíduos da cafeicultura.....	34
Tabela 2: Operação do reator EGSB	44
Tabela 3: Composição de fibras da polpa e a casca do processamento de café.....	47

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AGVs	Ácidos Graxos Voláteis
ASVs	<i>Amplicon Sequence Variants</i>
AI/AP	Relação alcalinidade intermediária e parcial
C/N	Carbono/nitrogênio
CH ₄	Metano
CO ₂	Dióxido de Carbono
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio
DQO	Demanda Química de Oxigênio
EGSB	Expanded Granular Sludge Bed
FID	Detector de ionização de chama
H ₂	Hidrogênio
KEGG	<i>Kyoto Encyclopedia of Genes and Genomes</i>
NaHCO ₃	Bicarbonato de sódio
PCR	Reação em cadeia da polimerase
pH	Potencial hidrogeniônico
rRNA	Ácido Ribonucleico Ribossômico
ST	Sólidos totais
STV	Sólidos totais voláteis
TCD	Detector de condutividade térmica
TDH	Tempo de Detenção Hidráulica
UASB	Upflow Anaerobic Sludge Blanket

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	23
2.	OBJETIVOS E HIPÓTESES	25
2.1.	Objetivo Geral.....	25
2.2.	Objetivos Específicos	25
2.3.	Hipótese Geral	25
2.4.	Hipóteses Específicas	25
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	26
3.1.	Resíduos da cafeicultura	26
3.2.	Resíduos de cervejaria na produção energética	28
3.3.	Digestão anaeróbia.....	31
3.4.	Codigestão anaeróbia envolvendo os resíduos de café	33
3.5.	Reatores anaeróbios na produção de biogás	36
3.6.	Biorrefinaria e economia circular	36
4.	MATERIAL E MÉTODOS	39
4.1.	Substratos.....	40
4.1.1.	Polpa e Casca do café.....	40
4.1.2.	Água resíduária da cafeicultura.....	40
4.1.3.	Água resíduária de cervejaria.....	40
4.2.	Inóculos.....	41
4.3.	Reator EGSB	41
4.3.1.	Alimentação do reator.....	42
4.3.2.	Inoculação do Reator.....	43
4.3.3.	Fases de operação do EGSB	43
4.3.4.	Adaptação.....	44
4.3.5.	1 ^a , 2 ^a e 3 ^a fases.....	44
4.4.	Análises físico-químicas e cromatográficas.....	45
4.5.	Análise da comunidade microbiana	45
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
5.1.	Caracterização da Polpa e Casca.....	47
5.2.	Operação do reator EGSB.....	48
5.2.1.	Remoção de matéria orgânica	48
5.2.2.	Remoção de carboidratos	51
5.2.3.	pH e alcalinidade	53
5.2.4.	Fenóis Totais	58
5.2.5.	Geração de Biogás.....	61

5.2.6.	Ácidos e Álcoois	65
5.2.7.	Análise da comunidade microbiana	69
6.	CONCLUSÃO	75
7.	REFERÊNCIAS	76

1. INTRODUÇÃO

A busca por maneiras eficientes, rentáveis e sustentáveis quanto ao manejo de resíduos industriais tem atraído pesquisas para o gerenciamento, envolvendo o reaproveitamento e geração de energia na chamada economia circular. Processos biológicos, como a digestão anaeróbia, apresenta ser uma alternativa promissora para a gestão de matéria orgânica, sendo metabolizada por microrganismos anaeróbios a fim de se gerar biogás (Silva *et al.*, 2018).

Os processos anaeróbios para o gerenciamento de resíduos agroindustriais têm sido amplamente utilizados em instalações em grande escala a fim de serem convertidos biomassa em bioenergia, nas chamadas biorrefinarias. Nesse contexto, os resíduos do processamento do café são gerados em elevadas concentrações em áreas tropicais, como o Brasil, embora apenas recentemente tenham sido considerados para a produção de biogás (Passos *et al.*, 2018). Os resíduos sólidos como polpa e casca do café são dotados de elevada concentração de matéria orgânica e carboidratos (70%), sendo que a composição do material lignocelulósico como a celulose e a hemicelulose, podem ser encontrados na faixa de 16-43% e 7-29%, respectivamente. A água residuária proveniente desta atividade industrial pode ser gerada em elevados volumes (cerca de 5.000 a 15.000 L para cada tonelada de café processado), sendo rica em matéria orgânica (17.244 mg L⁻¹), considerações estas que caracterizam este resíduos como um substrato interessante para os processos anaeróbios na geração de metano (Montoya *et al.*, 2020).

A fim de ser alcançada a eficiência de remoção de matéria orgânica e geração de biogás, os processos de codigestão possibilitam a presença de nutrientes complementares importantes para as atividades anaeróbias, possibilitando um ambiente adequado que incluem a diluição de matéria orgânica e compostos tóxicos, melhorando a metabolização dos substratos em questão (Kampioti; Komilis, 2022; Lei *et al.*, 2019). Assim, águas residuárias de cervejaria, proveniente de diferentes estágios de fabricação da cerveja, lavagem de contêineres e limpeza de tanques, compreendem em excelentes co-substratos para a digestão anaeróbia com resíduos do processamento do café, uma vez que contém matéria orgânica reduzida além do que são gerados em elevadas concentrações, em que para cada 1 tonelada de cerveja produzida, são consumidos cerca de 10 – 30 m³ de água e geram cerca de 10 – 20 m³ de água residuária (Song *et al.*, 2020).

O dejeto bovino é considerado um excelente inóculo devido à presença de microrganismos autóctones essenciais para a digestão anaeróbia, como bactérias e fungos, além de bactérias celulolíticas e archaeas metanogênicas. Essa fonte de inóculo propicia o equilíbrio

na relação de nutrientes do sistema, principalmente entre carbono e nitrogênio, diminuindo a concentração de compostos tóxicos, possibilitando um menor tempo de metabolização da matéria orgânica por meio da elevada quantidade de microrganismos anaeróbios previamente presente nos dejetos, favorecendo sobremaneira esse consórcio microbiano, a metabolização dos substratos e produção de biogás (Silva, 2014). A viabilidade da mistura de inóculos, como lodo granular anaeróbio, aumenta o potencial de recuperação energética, beneficiando a produção de metano (Yangin-Gomec; Ozturk, 2013).

Dentre as alternativas para o ajuste das configurações do sistema, tem-se os reatores anaeróbios que são ferramentas para auxiliar no contato envolvendo a massa microbiana com a mistura de resíduos de maneira mais eficiente. Das possibilidades, o reator EGSB (*Expanded Granular Sludge Bed*) possui características favoráveis para a metabolização das águas residuárias e materiais sólidos (polpa e casca do café) de uma maneira mais eficiente, levando em conta propriedades do reator como presença de recirculação de efluente, velocidade ascensionais elevadas, sendo possível uma melhor interação do resíduo com a comunidade microbiana do reator, aumentando a superfície de contato, além de possibilitar uma maior diluição envolvendo a presença de componentes tóxicos para os microrganismos (Moura, 2017).

Para tanto, o seguinte trabalho buscou investigar a metabolização dos resíduos do processamento de café (água residuária, casca e polpa) e água residuária de cervejaria em reator EGSB com diferentes TDHs utilizando um consórcio envolvendo dejetos bovinos e lodo granular de reator UASB, sendo analisados os seguintes parâmetros: a emissão de biogás, particularmente no gás metano (CH_4), remoção de carboidratos e matéria orgânica, além das concentrações de fenóis totais.

2. OBJETIVOS E HIPÓTESES

2.1. Objetivo Geral

Avaliar a codigestão dos resíduos do processamento do café (polpa, casca e água residuária) e da indústria cervejeira (água residuária) na presença de consórcio misto formado por dejetos bovinos e lodo granular em reator EGSB para a geração de biogás.

2.2. Objetivos Específicos

- Avaliar a influência do TDH no desempenho do reator;
- Avaliar a influência do TDH na composição da comunidade microbiana do reator.

2.3. Hipótese Geral

A codigestão dos resíduos do processamento do café (polpa, casca e água residuária) com a água residuária de cervejaria, em reator EGSB inoculado com consórcio misto (dejetos bovinos + lodo granular) aumentará a qualidade do biogás (maior % de CH₄) e as eficiências de remoção de carboidratos totais e matéria orgânica, com atenuação dos efeitos inibitórios de compostos fenólicos e seleção de uma comunidade microbiana especializada.

2.4. Hipóteses Específicas

1. A % de CH₄ será maior em TDHs mais longos ($72 \geq 48 > 24$ h), devido a maior tempo para conversão de intermediários.
2. As eficiências de remoção (carboidratos totais e matéria orgânica e.g., DQO) crescem com o TDH ($72 \geq 48 > 24$ h).
3. As concentrações de compostos fenólicos no efluente diminuem com o aumento do TDH, por maior tempo de degradação/transformação e possível adsorção no lodo granular.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O tratamento de resíduos, sejam eles água residiária ou materiais sólidos, compreende numa estratégia interessante tanto ambientalmente quanto economicamente, já que produtos de valor agregado ou biogás podem ser obtidos destes processos. Resíduos orgânicos como os provenientes do processamento do café, bagaço de cana de açúcar, palha de trigo, palha de milho, resíduos de alimentos, melaço e efluente de cervejaria são compostos que podem agregar valor em seu tratamento por meio da utilização de microrganismos anaeróbios para a produção de CH₄ ou hidrogênio (H₂), como salientado por Liu & Wu, (2016). Estes materiais compreendem em fontes nutricionais para comunidades microbianas, os quais são convertidos potencialmente em ácidos graxos voláteis (AGVs), álcoois e biogás.

Visando a ideia da bioconversão de resíduos orgânicos com elevado potencial para a produção de biogás, é possível destacar os resíduos provenientes do processamento do café e da cervejaria, podendo ser águas residiárias além de resíduos sólidos (composto de materiais lignocelulósicos). Dessa forma, os processos de digestão anaeróbia representam um sistema de processamento efetivo para os resíduos anteriormente citados, visando à geração de biogás (He *et al.*, 2022b; Montoya, 2019).

3.1. Resíduos da cafeicultura

No Brasil, para 2025, espera-se que sejam produzidos cerca de 55,7 milhões de sacas de café, sendo sua produção associada a uma vasta fonte geradora de resíduos, podendo citar: a borra de café, a polpa, a casca e a água residiária vinda do processamento do grão de café (CONAB, 2025). Cerca de 45% do café beneficiado é descartado na forma polpa e casca, o que gera iniciativas para seu tratamento a fim de reduzir os impactos ambientais associados ao seu processamento (Franchi; Silva; Barbosa, 2022).

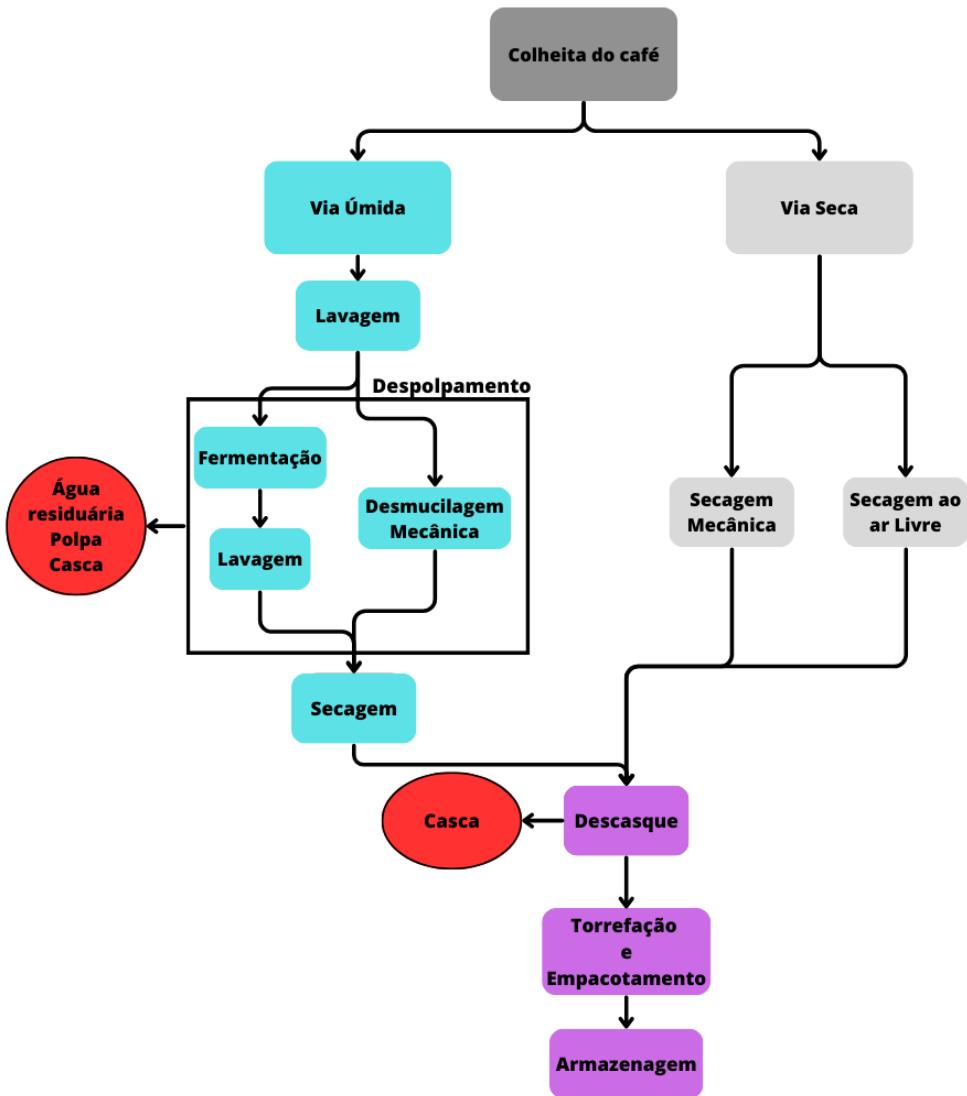
Para a comercialização do café, amplamente difundido e comercializado ao redor do mundo, é necessário o processamento do grão, que pode se dar por meio de duas fontes distintas: o processamento por via seca ou por via úmida (Montoya, 2019; Pin, 2018). Na via seca de processamento, os frutos são recolhidos e dispostos em um pátio limpo, tendo sua granulometria aproximada de 8 cm para cada grão, garantindo uma melhor homogeneidade. Ao longo dos dias, os grãos são secos dentro de 12 a 15 dias com condições de tempo ensolarado. Vale ressaltar a necessidade de um ambiente sem a presença de umidade, para não comprometer a qualidade do café, devido à possíveis contaminações por fungos que possa ocorrer devido a

presença de umidade, como anteriormente citado. Após o processo de secagem, os grãos são ensacados dentro de lotes de entrega prontos para serem comercializados (Pin, 2018).

Já para o processamento por via úmida, a polpa do café é removida, por um processo conhecido como desmucilagem, em que ocorre antes do processo de secagem dos grãos. O descasque é feito por um despolpador, onde parte da mucilagem é retirada, enquanto a outra parte permanece retida no grão, levando a necessidade de aplicação de uma fermentação natural em água, para a retirada completa da polpa. Sendo a fermentação um processo importante no que diz respeito à qualidade posterior do café líquido, se for realizado por um tempo prolongado, afetará na posterior coloração do grão, comprometendo o sabor e a qualidade da bebida, enquanto se for realizada em um curto espaço de tempo, leva à absorção de umidade pelo grão, o que pode comprometer também na qualidade do produto com a formação de fungos e mofos. O tempo de desmucilagem leva em torno de 24-36 horas para o término do processo. Este procedimento pode ser realizado por lavagens ou por processos mecânicos. Finalizando, a secagem dos grãos se dá tanto pela exposição ao sol quanto pela utilização de secadores. Dessa forma, dois resíduos principais são gerados neste processo: a água resíduária, e a polpa e a casca dos grãos de café (Montoya, 2019; Pin, 2018). Ambos os processos foram esquematizados (Figura 1).

A água resíduária da produção do café é rica em matéria orgânica e componentes nutricionais de elevado valor metabólico. Dessa forma, o descarte deste resíduo sem tratamento prévio se mostra inviável, devido ao fato de sua composição possuir um elevado potencial poluidor, sendo este também justificado considerando outras características, como o seu baixo pH, apresentar elevados teores de sólidos totais e elevada DBO (Demanda Bioquímica de Oxigênio). Entretanto, estas mesmas características são favoráveis para a implementação de tratamentos biológicos, diminuindo o potencial de poluição e possibilitando a geração de biogás, o que posteriormente pode ser convertido em energia, levando, portanto, a considerar como uma interessante alternativa a utilização destes resíduos, além de promover a remoção de componentes tóxicos para o meio ambiente (Chen *et al.*, 2019a; Pin, 2018).

Figura 1. Vias de processamento do grão de café.



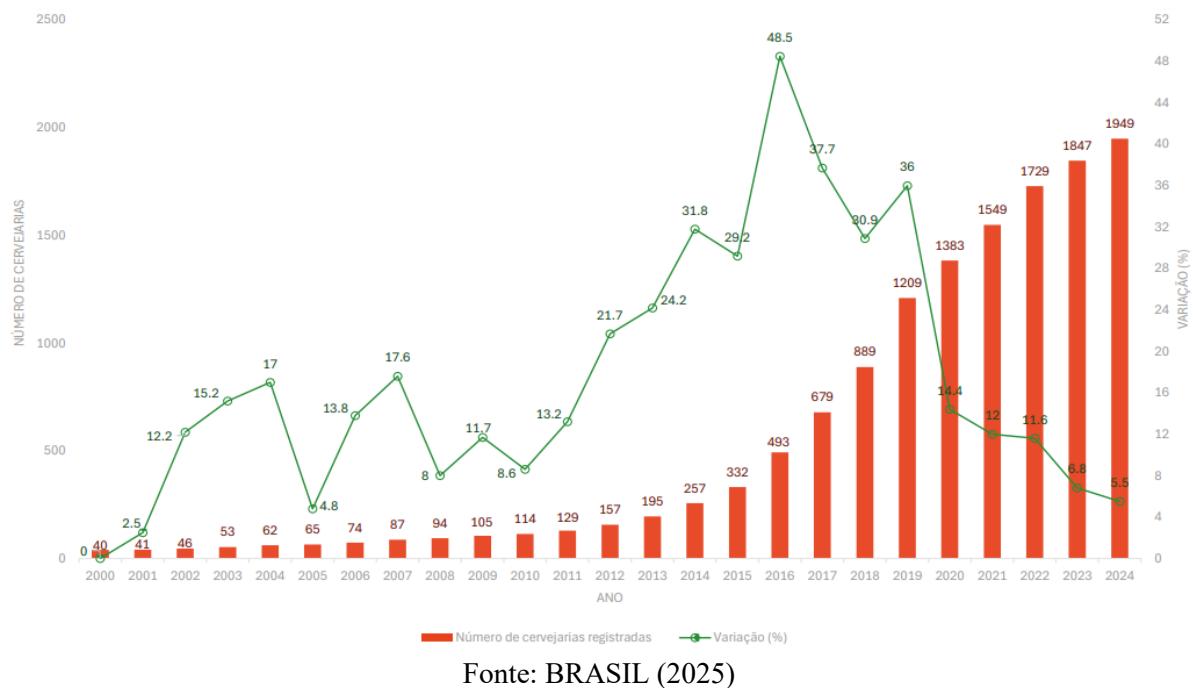
Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2. Resíduos de cervejaria na produção energética

O mercado cervejeiro fechou o ano de 2024 em alta no Brasil, apresentando um crescimento de 5,5% para o setor, o que representou um aumento de 1949 cervejarias registradas no país, com a abertura de 102 novos estabelecimentos de produção de cerveja (Figura 2). O Brasil compreende o terceiro maior produtor de cerveja do mundo, ficando somente atrás da China e dos EUA, tendo alcançado mais de 15 bilhões de litros do produto no ano de 2024 (BRASIL, 2025). Observando os dados ao longo dos anos é possível analisar o potencial de mercado do setor de produção cervejeira, em que demonstrou evoluções significativas ao longo do tempo, apesar dos empecilhos econômicos enfrentados devido à um

cenário altamente desafiador, com altas taxas de juros e expectativas negativas sobre a oscilação da inflação no decorrer do tempo (BRASIL, 2025).

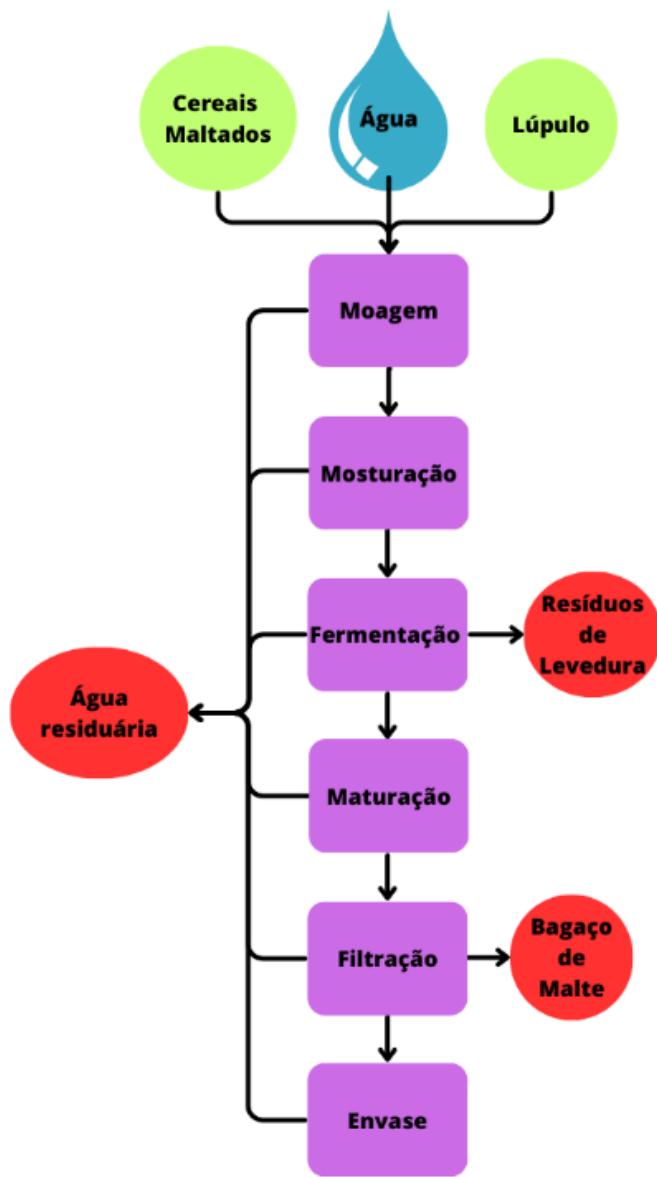
Figura 2. Aumento de cervejarias registradas no Brasil.



Fonte: BRASIL (2025)

Com este aumento da produção de cerveja, em razão da demanda comercial, a preocupação envolvendo a maior geração de resíduos também vem acompanhando este crescimento. O processo de produção da cerveja se resume no seguimento dos processos de moagem, mosturação, fermentação e maturação, filtração e envase (Figura 3). No processo de moagem, o malte é moído de modo a obter cascas inteiras e trincadas, facilitando a ação de enzimas que irão reagir com o amido. Posteriormente, a etapa de mosturação consiste no cozimento do malte moído; após isso, o processo segue para a fermentação e maturação, sendo a fermentação a utilização de leveduras, sendo importante o controle das condições como temperatura e pH para garantir a eficiência máxima da atividade enzimática das bactérias nos grãos. Em seguida, o “descanso” do líquido, em que ocorre mudanças no sabor, no aroma e na cor da bebida e finalizando o processo da cerveja no envase, em que, após o término da maturação da cerveja, o líquido resultante é filtrado e em seguida envasado, sendo incorporado o CO₂ na cerveja (CONSULTORIA, 2023; ESCM, 2023).

Figura 3. Fluxograma do processo e produção de cerveja



Fonte: Elaborado pelo autor.

Visto o processo de fabricação, alguns resíduos são gerados durante o processamento das matérias-primas, até a obtenção do produto (cerveja), sendo eles o bagaço de malte, resíduos de leveduras, além de outros resíduos sólidos oriundos do processo. Além destes, elevados volumes de água residuária são gerados, proveniente principalmente da lavagem dos diferentes equipamentos do processo fabril (Arantes *et al.*, 2020). É notória a preocupação envolvendo o descarte final destes resíduos, visto que, o efluente líquido do processo de produção de cerveja necessita de tratamento para sua disposição no meio ambiente, uma vez que contém elevadas

cargas orgânicas como ácidos graxos, amido, etanol e açúcares. Para cada litro de cerveja produzida é gerado cerca de 3 a 10 litros de água resíduária do processo, necessitando tratamento previamente ao descarte em corpos hídricos (Estevam *et al.*, 2018; Maria *et al.*, 2023; Olajire, 2020).

Tratamentos biológicos destes resíduos compreendem em abordagens interessantes para a redução destes, bem como geração de produtos de valor agregado além de biocombustíveis. Dessa forma, a composição nutricional heterogênea pode ser favorável para o desenvolvimento de comunidades microbianas aliadas à produção de biogás, vislumbrando a digestão anaeróbia uma alternativa à recuperação energética do processamento industrial (Estevam *et al.*, 2018; Maria *et al.*, 2023).

3.3. Digestão anaeróbia

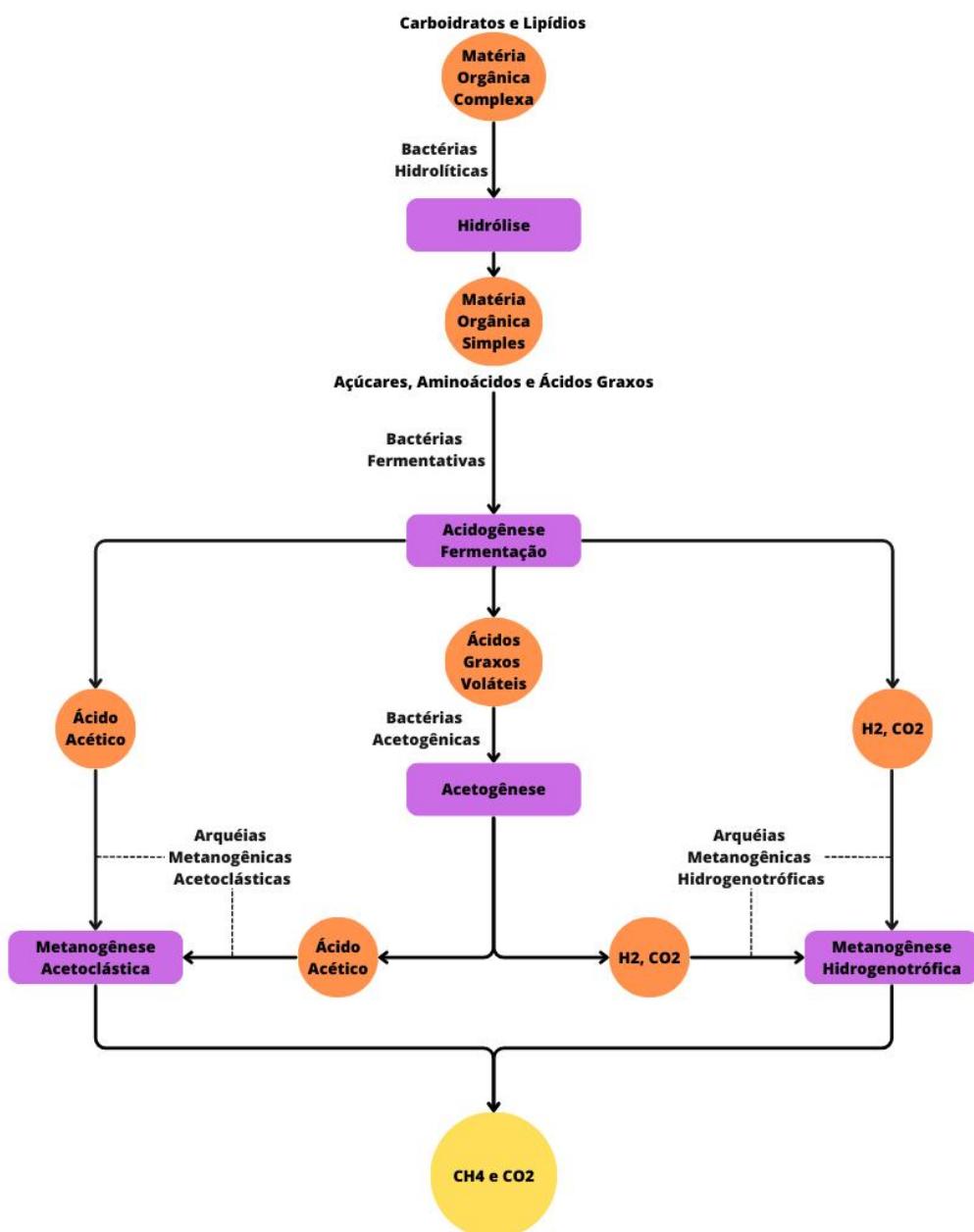
A digestão anaeróbia é uma excelente estratégia para o tratamento de resíduos (Jiang *et al.*, 2020). Este processo biológico possui várias vantagens como fácil manipulação de reatores anaeróbios, baixa produção de lodo microbiano, produção de biogás para a posterior produção energética, bem como a produção de biofertilizantes, com boa qualidade para o setor agroindustrial (De Mendonça; Otenio; De Paula, 2021).

A digestão anaeróbia consiste na metabolização de matéria orgânica por meio da interação entre diferentes comunidades microbianas. Assim, o ser humano utiliza deste mecanismo biológico para transformá-lo em tecnologia para desfrutar dos bens que ela pode oferecer, como a estabilização de componentes biodegradáveis, redução de gases poluentes, e produção de energia renovável. No processo anaeróbio, autores sugerem a divisão do mesmo em somente duas etapas principais, a acidogênese e a metanogênese, porém pode ser subdividida ainda em 4 subprocessos, sendo eles, a hidrólise, acidogênese, acetogênese e metanogênese (Figura 4) (Long *et al.*, 2023; Pin, 2018; Wang *et al.*, 2023).

Primeiramente, na etapa de hidrólise ocorre a degradação de compostos complexos de alta massa molecular, como carboidratos, proteínas e lipídios, transformando-os em substâncias mais simples e solúveis (monômeros). Partindo para a acidogênese, estes compostos simples são utilizados como substrato para os diferentes microrganismos anaeróbios e facultativos, degradando-os a ácidos orgânicos de cadeia curta, como ácidos acético, butírico e propiônico, álcoois, H₂, CO₂. Seguindo na fase de acetogênese, as bactérias acetogênicas fazem o processo de conversão de ácidos de cadeia longa para ácidos de cadeia curta com apenas 1 ou 2 átomos

de carbono (fórmico ou acético). Finalizando, na metanogênese, as arqueias metanogênicas são subdivididas em acetoclásticas, que utilizam o acetato e o convertem em metano, ou hidrogenotróficas, que convertem o CO₂ e H₂ em metano, portanto, o processo se resume na utilização de substratos advindos de processos anteriores à metanogênese, que realizam seu metabolismo anaeróbio, produzindo metano no processo (Kunz, Steinmetz, Do Amaral, 2019; Pin, 2018).

Figura 4. Esquema simplificado do processo de digestão anaeróbia.



Fonte: Elaborado pelo Autor.

3.4. Codigestão anaeróbia envolvendo os resíduos de café

A produção de metano envolvendo a digestão de resíduos orgânicos se mostra uma proposta biotecnológica versátil e promissora, agregando valor ao processo anaeróbio (ZAN *et al.*, 2022). A codigestão pode ser definida como reações do metabolismo microbiano cujo objetivo consiste em tratar 2 ou mais diferentes substratos (Li, 2022). A utilização deste processo possui algumas vantagens frente à monodigestão, sendo elas: melhor balanço do conteúdo nutricional envolvendo o equilíbrio C/N (carbono/nitrogênio), diluição de componentes tóxicos de outros substratos, diminuição dos efeitos negativos envolvendo a presença de inibidores, além de promover a suplementação de compostos nutricionais. A combinação de diferentes substratos contribui positivamente na estabilização do processo e no aumento da produção de biogás comparada com a digestão anaeróbia (Li, 2022; Montoya, 2019; Wei *et al.*, 2022). A eficiência e estabilidade do metabolismo metanogênico na geração de CH₄ está diretamente atrelada à comunidade microbiana e à interação biomassa-substrato. Essa interação pode ser caracterizada através da razão inóculo-substrato, em que, quanto maior for esta relação, melhor será a eficiência da metabolização da matéria orgânica repercutindo na eficiência de produção de CH₄ (Liang *et al.*, 2023)

A escolha de substratos que possuem efeitos sinérgicos é de suma importância para garantir a eficiência de produção de biogás para os processos anaeróbios (Restrepo *et al.*, 2019). Na literatura, foi investigada a viabilidade da codigestão de resíduos de café juntamente com outras substâncias orgânicas para a geração de biogás utilizando para isso resíduos de café, resíduos alimentares, dejeto bovino e lodo granular anaeróbio. Dessa forma, os autores observaram o favorecimento da produção de biogás quando estes resíduos foram combinados entre si, uma vez que resíduos do café contém componentes inibitórios e tóxicos à atividade microbiana, como por exemplo a cafeína, fenóis livres e taninos, e que, a combinação com outros resíduos, propiciaram a diluição destes componentes, aumentando a geração de biogás (Kampioti; Komilis, 2022). Portanto, a utilização de outros substratos se mostra necessária para a obtenção de resultados satisfatórios na diluição de compostos tóxicos, que provê uma melhor distribuição nutricional, melhorando a atividade microbiana (Almeida, 2021). Outras referências foram consultadas para melhor analisar os benefícios envolvendo a geração de CH₄ através da degradação de matéria orgânica utilizando diferentes substratos, sendo compilados os dados observados na Tabela 1.

Corro *et al.* (2013) avaliaram a codigestão de polpa de café com dejeto bovino, os autores verificaram que a mistura de ambos os substratos favoreceu uma maior proporção de

metano ($52,48\% V_{CH_4}/V_{biogás}$) em relação à monodigestão destes ($22,16\%$ e $11,27\% V_{CH_4}/V_{biogás}$, respectivamente). Campos *et al.* (2019) verificaram a produção de biogás de $219 \text{ mL g}^{-1} \text{ SV}$ a partir da codigestão da casca de café, misturada com rama de mandioca. Também foi-se verificado o desempenho da codigestão utilizando resíduos de café com dejeto bovino, a partir de um pré-tratamento álcali (Selvankumar *et al.*, 2017) e utilizando manipueira para a codigestão de tais resíduos (Leite *et al.*, 2021). Os autores verificaram uma melhor condição, feito o pré-tratamento álcali, de $144 \text{ mL CH}_4 \text{ kg}^{-1}$ de substrato consumido, enquanto a codigestão com manipueira, atingiu $419,30 \text{ mL}$ de CH_4 produzidos (valor absoluto), em condições ótimas (40 mL de manipueira; 95 mL de casca de café; 40 mL de esterco bovino e $\text{pH } 6$).

Tabela 1. Estudos envolvendo a codigestão de resíduos da cafeicultura.

Reator	Substrato	Inóculo	Condições	Produção de Biogás	Fonte
Batelada	Polpa e Dejeto bovino	Dejeto bovino	relação biomassa dejeto:polpa:água 0,8:0,0,2; 0,0:8,0,2; 0,4:0,4,0,2 a 35°C	$11,27\% -$ $52,48\%$ ($V_{CH_4}/V_{biogás}$)	(Corro <i>et al.</i> , 2013)
Batelada	Ramos de mandioca e cascas de café	Lodo Anaeróbio de reator de indústria de cervejaria	2 mL de lodo, 3,7 mL de resíduo de diferentes granulometrias, 14,3 mL de água destilada a 30°C	219,1; 86,9; 212,5 mL de biogás $\text{g}^{-1} \text{ SV}$	(Campos; Anjos; Cammarota, 2019)
Batelada	Polpa com pré-tratamento álcali e dejeto bovino	Dejeto bovino	Polpa com pré-tratamento álcali, 1:3 (polpa:dejeto) a 40°C	144 mL de $CH_4 \text{ kg}^{-1}$	(Selvankumar <i>et al.</i> , 2017)
CSTR	Borras de cereal e café com chorume de porco	Dejeto bovino	3 cenários (chorume:borra): 0,9:0,1; 0,8:0,2; 0,7:0,3) a $36,9^\circ\text{C}$	$692 \text{ mL L}^{-1} \text{ reator dia}^{-1}$ de CH_4 na melhor fase (0,7:0,3)	(Sousa, 2016)
Batelada	Água residuária da cafeicultura com microalgas	Lodo coletado de uma lagoa coberta de tratamento de suinocultura	4 g $SV_{substrato} \text{ L}^{-1}$ para as diferentes condições, 2:1 de relação inóculo:substrato a 35°C	65%-75% na relação $V_{CH_4}/V_{biogás}$	(Nascimento, 2022)
Batelada	Manipueira, Casca de café e dejeto bovino	<i>Escherichia fergusonii</i> e <i>Bacillus cereus</i>	DCCR	$81,15-419,30 \text{ cm}^3 \text{ de } CH_4$	(Leite <i>et al.</i> , 2021)
Biorreator de membrana anaeróbia	Água residuária do café e lodo ativado	Lodo ativado	$50 \text{ g L}^{-1} \text{ ST, } 4,25 \text{ g DQO L}^{-1} \text{ d}^{-1}$, $TDH = 10 \text{ d, } 55^\circ\text{C}$	$0,28 \text{ L } CH_4 \text{ g}^{-1} DQO_{removido}$	(Chen <i>et al.</i> , 2019b)

CSTR	Casca do café e biomassa de algas, ambos submetidos ao pré-tratamento térmico	Lodo anaeróbio do tratamento de esgoto	0,50 g SV _{substrato} g ⁻¹ SV _{inóculo} , 35 °C	129 mL CH ₄ g ⁻¹ SV	(Passos <i>et al.</i> , 2018)
Reator do tipo tanque agitado	Água residiária do café e lodo de esgoto	Lodo de esgoto	12 L (80 % lodo anaeróbio e 20 % de água residiária do café), 0,94 g SV L _{reactor.dia⁻¹} , TDH = 17 d, 55 °C	276 mL CH ₄ g ⁻¹ SV	(Carvalho <i>et al.</i> , 2017)
Batelada	Resíduo do pó de café usado codigerido com resíduos de alimentos, alga marinha, lodo ativado e soro de leite	Lodo anaeróbio do tratamento de esgoto e resíduo alimentar	80 mL de lodo, 20 mL da mistura de substratos (resíduo do café com 25, 50, 75 e 100 % de cada resíduo), 35 °C	0,344 CH ₄ L g ⁻¹ SV _{inóculo}	(Kim <i>et al.</i> , 2017)

Fonte: Elaborado pelo autor.

Sousa (2016) avaliou a mistura de borras de cereal e café com chorume de porco. O autor constatou uma produção volumétrica de 692 mL CH₄ L⁻¹ reator d⁻¹, confirmando a viabilidade da aplicação da codigestão de tais resíduos na proporção ótima verificada (70% de chorume e 30% de borra). Nascimento (2022), por outro lado, utilizou algas como substrato para a codigestão de água residiária da cafeicultura, no qual verificou-se uma contribuição na relação AI/AP quando adicionadas as microalgas, apesar da codigestão não ter contribuído em uma melhora efetiva de rendimento de metano, quando comparada com a monodigestão da água residiária da cafeicultura.

Chen *et al.* (2019b) utilizaram lodos ativados codigeridos em água residiária do café para a geração de CH₄. Carvalho *et al.* (2017) se beneficiaram do lodo de esgoto e resíduos de café para a geração de metano. Passos *et al.* (2018) verificaram aumento de 17 % de CH₄ utilizando casca do café e biomassa de algas. Kim *et al.* (2017) investigaram a viabilidade da codigestão de resíduos do café com outros resíduos orgânicos, separadamente, como resíduos de alimentos, alga marinha, lodos ativados e soro de leite, em diferentes proporções, para a geração de CH₄. Os autores concluíram que a mistura dos substratos influenciou significativamente na geração de biogás quando comparada à monodigestão do resíduo de café. O aproveitamento dos efluentes industriais compreende em excelente plataforma para o gerenciamento de resíduos focado no amplo conceito de biorrefinaria (Banu *et al.*, 2020).

3.5. Reatores anaeróbios na produção de biogás

Os reatores anaeróbios podem ser classificados de acordo com as características de seu escoamento e das condições de mistura, podendo ser operados de forma descontínua (reatores em batelada) e contínua. Nos reatores em batelada, o conteúdo interno é depositado no início da operação, sendo a variação dos seus componentes decorrente dos processos de transformações bioquímicas. Os reatores contínuos são marcados pela alimentação contínua do substrato, ocorrendo as transformações no decorrer da operação do reator (Badino Junior; Cruz, 2017).

A utilização de reatores anaeróbios tem se difundido para o tratamento de resíduos sólidos e líquidos, ao mesmo tempo em que são gerados compostos de interesse, sendo eles metabólitos secundários e biogás. Dessa forma, a digestão anaeróbia pode agregar valor aos resíduos a serem tratados (Feng *et al.*, 2020; Nguyen; Khanal, 2018).

O reator EGSB (*Expanded Granular Sludge Bed*) é eficientemente usado para substratos de elevada carga orgânica, com a utilização de recirculação, que é responsável pela diluição de compostos tóxicos (Cruz-Salomón *et al.*, 2017; Moura, 2017). Ainda pensando nas utilidades vantajosas deste tipo de reator, sua configuração propicia o aumento do contato substrato-biomassa, expandindo o leito do lodo, ocasionando numa melhor mistura hidráulica, garantindo a metabolização de compostos recalcitrantes (Cruz-Salomón *et al.*, 2017; Ijanu; Kamaruddin; Norashiddin, 2020).

3.6. Biorrefinaria e economia circular

O modelo econômico atual se trata de um modo de produção linear em que, de um ponto de vista empresarial, é vantajoso somente a redução de custos de produção, não sendo disseminada a geração de valores mais eficiente. Entretanto, objetivando-se a extração máxima de valor da matéria-prima, nos dias atuais, somente cerca de 40% deste valor é aproveitado pelo ser humano (CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDUSTRIA, 2018).

Para atingir a sustentabilidade e a inovação, através deste aproveitamento máximo das matérias-primas, é necessário sair deste modelo econômico atual. Modelo este focado no processo, com uma visão de escassez de matéria-prima e de benefícios a curto-prazo. Para uma economia baseada em uma visão sistêmica, objetiva-se a maior eficiência de processo possível e um melhor gerenciamento de produção, consumo e descarte dos resíduos, assim, tendo em mente uma visão sustentável, economicamente viável pautada em benefícios gerados dentro de

um médio/longo prazo (CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDUSTRIA, 2018). A economia circular alia todos estes fatores, sendo ela uma ideia de modelo de produção sustentável embasado na aliança entre o crescimento econômico visando o longo prazo, juntamente com um ciclo de desenvolvimento positivo contínuo, atrelado à preservação dos recursos naturais, otimizando os métodos de produção, diminuindo a possibilidade de riscos sistêmicos (CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDUSTRIA, 2018).

Aplicando esta metodologia sustentável de produção, Silva; Morais (2021) sugere 3 métodos para a aplicação deste modelo econômico circular através de medidas de logística reversa envolvendo um melhor gerenciamento de resíduos sólidos, particularmente aplicado em uma indústria cervejeira, sendo as alternativas, VFT (*Value Focused Thinking*), *Flexible and Interactive Tradeoff* e valor *Shapley*. Com a aplicação destes 3 métodos os autores concluíram a viabilidade na transição do modelo de produção linear para o circular na cervejaria, além de salientarem também a viabilidade de transição de modelo econômico em outros empreendimentos, sugerindo o compartilhamento de responsabilidade envolvendo a gestão dos resíduos sólidos, sendo observado através da metodologia do valor *Shapley*, que é mais viável economicamente. Dessa forma, as empresas podem compartilhar desta responsabilidade, salientando os incentivos para a adoção da medida no gerenciamento dos seus resíduos sólidos (Silva; Morais, 2021).

Na indústria cafeeira, a possibilidade de recuperação energética através da digestão anaeróbia dos resíduos apresenta um potencial para a rede elétrica. Velasquez-Pinas *et al.* (2023) verificaram que para cada tonelada de resíduos orgânicos da indústria de café, são gerados 137,26 Nm³ biogás e 89,22 Nm³ de CH₄, com uma produção energética máxima de 113.68 MWh/a de eletricidade e 163.99 MWh/a de calor produzido, representando 2,20% da energia total utilizada na empresa e 1,10% de todo o calor utilizado. O estudo concluiu que a valorização dos resíduos de café geraram um retorno energético de 17,53% para a empresa (Velasquez-Pinas *et al.*, 2023).

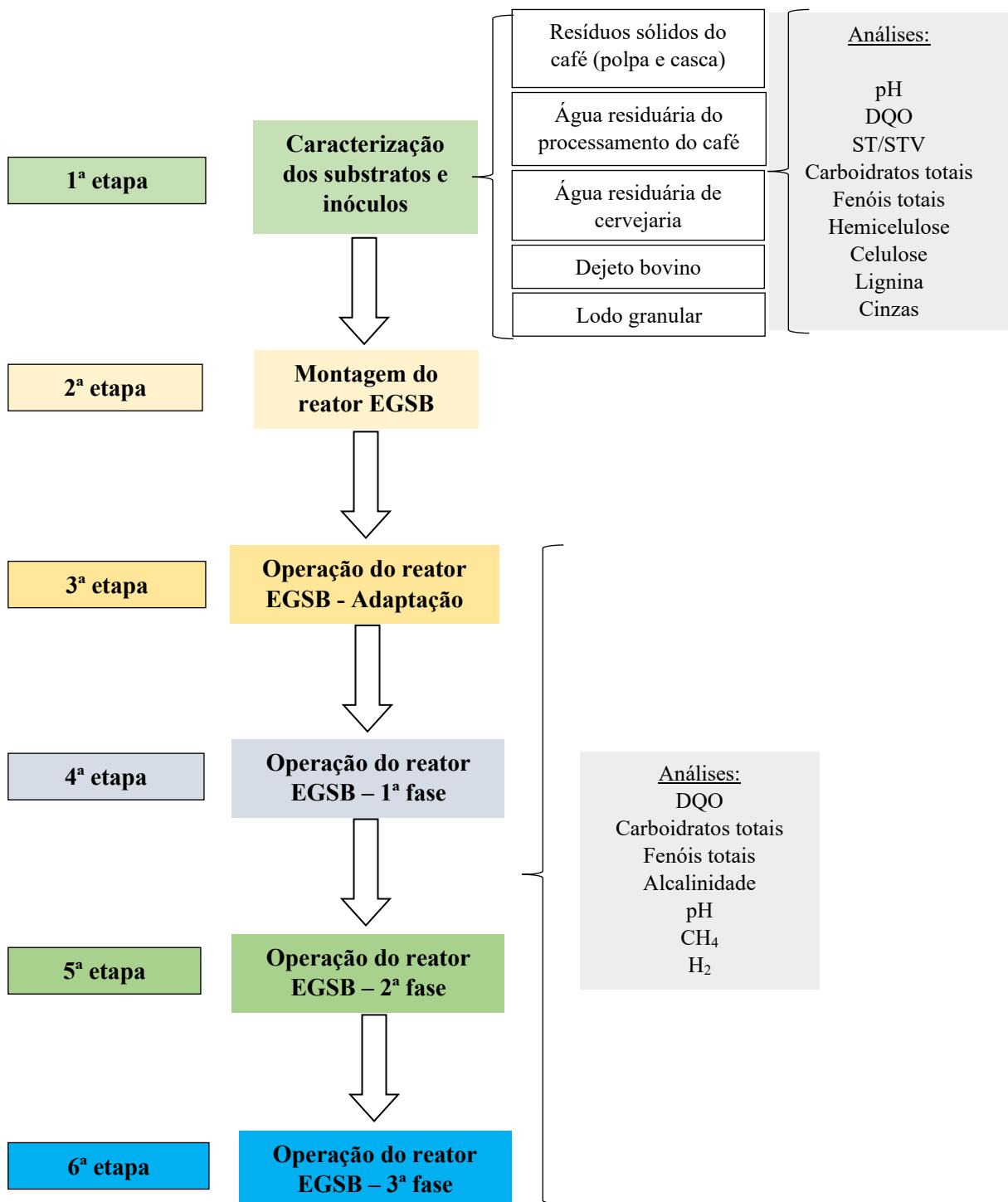
A aplicação de medidas que tenham como base a metodologia da economia circular deixou de ser simplesmente uma medida mais interessante, do ponto de vista socioeconômico, para uma necessidade, em que a escassez de matérias-primas leva a humanidade o desenvolvimento sustentável e consciente. Assim, a aplicação de tecnologias no contexto de biorrefinarias para a valoração de resíduos passa a ser abordada neste estudo (CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDUSTRIA, 2018; Kumar *et al.*, 2023). A geração de biogás por meio da codigestão anaeróbia dos resíduos orgânicos das indústrias de cervejaria e

cafeicultura apresentam potencial para gerar valor econômico ao processo de tratamento e recuperação, trazendo benefícios para a cadeia produtiva, já que o biogás produzido pode ser convertido em energia e abastecer a indústria.

4. MATERIAL E MÉTODOS

O planejamento dos experimentos segue detalhado no fluxograma abaixo (Figura 5).

Figura 5. Fluxograma Experimental



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.1. Substratos

Os substratos utilizados para a operação do EGSB, sendo eles os resíduos do processamento do café como a água residuária, polpa e a casca, além da água residuária de cervejaria.

4.1.1. Polpa e Casca do café

Os resíduos do processamento do café foram coletados da fazenda “Da lagoa” (Pedregulho – SP/Brasil). Os resíduos sólidos, caracterizados pela polpa e casca, foram levados a um forno à 60°C em bandejas de alumínio e mantidos até a eliminação total da umidade. Os resíduos secos foram mantidos em freezer (-10°C) em bolsas plásticas (MONTOYA *et al.*, 2019).

A composição de fibras (material lignocelulósico) da polpa e da casca foi caracterizada por métodos gravimétricos, adaptado por Romero *et al.*, (2010), Barbosa *et al.*, (2015) e Geron *et al.*, (2014). Os primeiros extractivos (proteínas e gorduras, por exemplo) foram removidos em um soxhlet com um ciclo de lavagem de 8 horas com ciclohexano e etanol (1:1 v/v) e depois, mais 3 lavagens com água. Após isso, a análise de fibras utilizando detergente neutro foi realizada para a quantificação de conteúdo celular e o detergente ácido para a quantificação de hemicelulose, celulose, lignina e cinzas.

4.1.2. Água residuária da cafeicultura

A água residuária de cafeicultura foi coletada da mesma fazenda que o resíduo sólido e armazenada em freezer (-10°C) até o seu uso. Sua composição apresentava 55,40 g DQO L⁻¹, 50,24 g L⁻¹ de ST, 43,76 g L⁻¹ de STV, 39,32 g L⁻¹ de carboidratos totais, 3,24 g L⁻¹ de fenóis totais e pH de 4,83.

4.1.3. Água residuária de cervejaria

A água residuária de cervejaria foi coletada de uma indústria na cidade de Araraquara-SP/Brasil, sendo ela gerada pela lavagem de tanques de processamento de cerveja. Após sua coleta, ela foi armazenada em um freezer à -10°C até o seu uso. Sua composição era de 2,01 g

DQO L⁻¹, 0,50 g L⁻¹ de carboidratos totais, 509,00 mg L⁻¹ de carbono orgânico total e pH de 7,1.

4.2. Inóculos

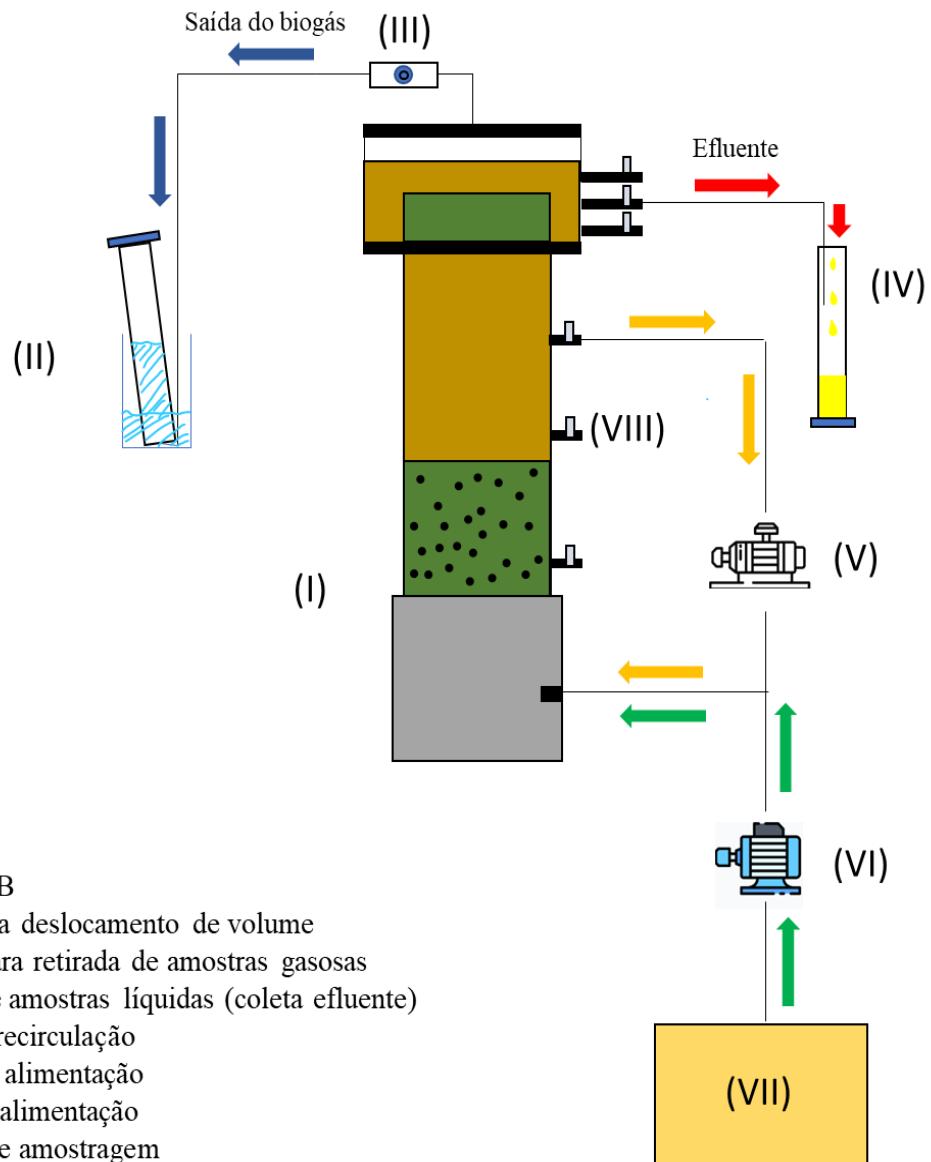
Um consórcio anaeróbio misto foi formado a partir de 2 fontes de inóculos distintas, sendo elas o dejetos bovinos, que foram coletados de uma fazenda local na cidade de Araraquara-SP/Brasil, e o lodo granular mesofílico, que foi coletado de um reator UASB (*Upflow Anaerobic Sludge Blanket*) do tratamento de água residuária de abatedouro de aves, obtido na cidade de Tietê-SP/Brasil.

Todos os inóculos foram mantidos sob refrigeração, separadamente, a 4°C antes de sua utilização. Os grânulos do lodo granular foram quebrados através do uso de um liquidificador doméstico, de acordo com Gomes *et al.*, (2021). O dejetos bovinos eram compostos por 194,35 g L⁻¹ de ST e 140,47 g L⁻¹ de STV, já o lodo continha 55,51 g L⁻¹ de ST e 48,29 g L⁻¹ de STV.

4.3. Reator EGSB

O reator EGSB foi confeccionado em material acrílico transparente com 69 cm de altura, 10 cm de diâmetro interno e volume útil de 3,8 L. O reator foi equipado com um distribuidor de fluxo em sua base, dispositivo na parte superior que garante a separação entre as fases (sólido, líquido e gasoso) e medidor de biogás. Os pontos de amostragem (3) foram distribuídos ao longo da altura do reator (Figura 6). O reator EGSB foi mantido em uma câmara a 37°C.

Figura 6. Configuração do reator EGSB.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.1. Alimentação do reator

Para a alimentação do reator, foi utilizada uma mistura de água resíduária de café contendo 5 g DQO L^{-1} e água resíduária de cervejaria contendo $0,5 \text{ g DQO L}^{-1}$, sendo utilizado o NaHCO_3 (bicarbonato de sódio) durante a 2^a e 3^a fases do reator, na concentração de 5 g L^{-1} , como alcalinizante a fim de garantir a estabilidade do pH.

4.3.2. Inoculação do Reator

O lodo granular mesofílico do reator UASB foi utilizado como inóculo. Para aplicação como leito granular, uma parte do lodo foi peneirada para obter a separação de grânulos com diâmetros entre 3,0 e 5,0 mm, para sua utilização como material suporte, para aderência e melhor adaptação da comunidade microbiana no meio.

Os grânulos adicionados ocuparam um volume de cerca de 30% do volume total do reator, como o reator apresentava um volume total de 3,8 L, os grânulos ocuparam 1,14 L (0,67 g STV g⁻¹).

Para o inóculo, 10% (v/v) (em relação ao volume do leito de 1,14 L) da mistura de inóculos foi adicionada ao reator, sendo ela composta pelo lodo granular triturado e o dejeto bovino, com proporções respectivas de 40% e 60%. Portanto, foi adicionado ao reator 46 mL de lodo granular triturado (2,2 g STV g⁻¹) e 68 mL de dejeto bovino (9,42 g STV g⁻¹).

A polpa e a casca do café foram adicionadas ao reator com a mistura anterior de inóculos, na concentração de 1 g L⁻¹.

A vazão de recirculação foi de aproximadamente 5 L h⁻¹, valor adotado de maneira empírica para garantir uma altura do leito expandido permanecesse entre 20 e 30% da altura do leito do reator sem expansão (De Menezes; Silva, 2019).

No início foi realizada a mistura dos materiais sólidos (polpa e a casca de café) com os inóculos para a constituição do leito, com suas respectivas proporções e suas quantidades anteriormente citadas. Após isso, foi adicionada a fração de resíduo líquido (águares residuárias de café e de cervejaria) até atingir o volume útil do reator. A recirculação do sistema foi iniciada, possibilitando a expansão do leito de material sólido (leito expandido). O sistema permaneceu fechado para garantir a anaerobiose, sendo juntamente monitorada a remoção de carboidratos pelo consórcio microbiano na fração líquida, ao ponto em que esta remoção permanecesse abaixo de 80% da concentração inicial.

4.3.3. Fases de operação do EGSB

A operação do reator EGSB foi realizada em 3 tempos de detenção hidráulica (TDH) diferentes a fim de observar o comportamento e as capacidades de adaptação microbiana decorrentes das alterações operacionais, sendo divididas em uma fase de adaptação seguido da

1^a, 2^a e 3^a fases, com seus respectivos TDHs de 72, 48 horas e 24 horas, sendo operados durante 49, 47, 102 e 100 dias, respectivamente (Tabela 3).

Tabela 2. Operação do reator EGSB.

Modo de operação	Fases de operação	TDH (h)	Recirculação (L h ⁻¹)	Alimentação (mL h ⁻¹)	NaHCO ₃ (g L ⁻¹)	Substratos	Taxas de carregamento (kg DQO/m ³ d ¹)
Batelada	Partida	-		-	10	5,5 (5 g DQO L ⁻¹ água)	-
Contínuo	Adaptação	72		35,5	10-1	residuária	1,05
	1 ^a	72		35,5	-	de café + 0,5 g DQO L ⁻¹ água	1,08
	2 ^a	48	5	71,0	5	residuária de cervejaria)	2,21
	3 ^a	24		142,0	5		4,22

Fonte: Elaborado pelo autor.

4.3.4. Adaptação

Após o ajuste envolvendo o consumo de carboidratos durante a fase de inoculação, a fase de adaptação do reator foi iniciada com o sistema tendo agora uma alimentação contínua com a mistura de alimentação anteriormente descrita. O TDH para esta fase foi de 72 horas (35,5 mL h⁻¹), sendo sua duração mantida até a estabilidade do sistema, de acordo com a eficiência na remoção de matéria orgânica e de carboidratos.

4.3.5. 1^a, 2^a e 3^a fases

Com a adaptação da comunidade microbiana através das condições nutricionais e hidrodinâmicas do sistema, foi iniciada a primeira fase do reator (TDH de 72 horas) de maneira contínua, com as concentrações de substratos anteriormente descritas para ambas as águas residuárias. As fases sequentes foram alteradas após estabilização da concentração de carboidratos e produção de metabólitos, ou seja, variação inferior a 10% nos resultados por dez dias consecutivos (Bernal; De Menezes; Silva, 2021). Durante a partida do reator, a alimentação do EGSB foi mantida com 10 g L⁻¹ de NaHCO₃. Na fase de adaptação, o NaHCO₃ foi gradualmente reduzido para 1 g L⁻¹ (do início ao dia 22 foram mantidos 10 g L⁻¹ de NaHCO₃;

do dia 23 ao dia 29 foi reduzido para 8 g L⁻¹; do dia 30 ao dia 38, 6 g L⁻¹; do dia 39 ao dia 44, 3 g L⁻¹ e do dia 45 ao 49, 1 g L⁻¹). A 1^a fase foi operada sem NaHCO₃. Doze dias após o início da 2^a fase, foram adicionados 5 g L⁻¹ do agente alcalinizante, que permaneceu até a 3^a fase de operação do reator EGSB.

4.4. Análises físico-químicas e cromatográficas

A determinação volumétrica do biogás foi realizada 3 a 2 vezes por semana pelo método de deslocamento de coluna com solução salina acidificada conforme Walker *et al.* (2009). A composição do biogás foi determinada em um cromatógrafo gasoso, sendo o modelo o Shimadzu GC-2014, equipado com detector de condutividade térmica (TCD) analisado pela coluna HP-PLOT/Q (30 m x 0,53 mm x 400 µm). O gás hidrogênio (H₂) foi utilizado como o gás de arraste. As amostras gasosas foram coletadas utilizando uma seringa hermética com trava, de 3 mL de conteúdo volumétrico (Penteado *et al.*, 2013).

Para as amostras líquidas (centrifugadas à 9000 rpm por 5 min) os parâmetros analisados na alimentação e na saída do reator foram pH, alcalinidade, DQO, carboidratos totais, fenóis totais, ácidos orgânicos e álcoois. As análises de DQO e pH foram realizadas entre 2 a 3 vezes por semana, de acordo com *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA, 2017). Os carboidratos totais solúveis e fenóis totais foram determinados de acordo com Dubois *et al.* (1956) e Buchanan, Nicell (1996), respectivamente. A alcalinidade foi determinada por titulação de acordo com Ripley *et al.* (1986).

Ácidos graxos voláteis (AGVs) e álcoois foram quantificados em um cromatógrafo gasoso (GC-2010 Shimadzu) equipado com um detector de ionização de chama (FID – *flame ionization detector*) e uma coluna HP INNOWAX (30m x 0.25mm x 0.25 µm) de acordo com Adorno (2014).

4.5. Análise da comunidade microbiana

O sequenciamento do gene 16S rRNA foi realizado com amostras coletadas no final de cada fase de operação. 2,0 mL de cada amostra foi coletada diretamente do reator EGSB para a extração de DNA e armazenadas à -20°C em um freezer. O Kit UltraClean Microbial DNA (Qiagen) foi utilizado para extrair o DNA genômico, de acordo com o protocolo informado pelo fabricante.

A caracterização microbiana foi realizada pela NGS “Soluções Genômicas” localizada em Piracicaba (SP – Brasil) (<https://ngsgenomica.com.br/>), na Plataforma *Illumina* HiSeq PE250. Os primers 341F/785R (Domínio Bacteria) e Ar915aF/Ar1386R (Domínio Archaea) foram utilizados na reação em cadeia da polimerase (PCR - *polymerase chain reaction*).

As sequências foram agrupadas e filtradas para a remoção de sequências com baixas qualidades de base ($QPhred \geq 33$), e também para detectar e remover quimeras via DADA2 pipeline (Callahan *et al.*, 2016) no ambiente R, como a classificação taxonômica envolvendo variantes de sequência amplicon (ASVs - *Amplicon Sequence Variants*), em que foram carreados para fora com sequências com similaridades de pelo menos 97%. A atribuição taxonômica foi realizada usando a versão 138 da base de dados SILVA (versão 10 de março, 2021) (Mclaren; Callahan, 2021). Dados sequenciais estão disponíveis no GenBank (www.ncbi.nlm.nih.gov) utilizando o número de acesso PRJNA990738.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização da Polpa e Casca

A composição lignocelulósica da polpa e a casca do café (Tabela 4) está de acordo com a literatura consultada, sendo que este material pode conter cerca de 7-29,7% de hemicelulose, 24,5-43% de celulose, 3-10,7% de cinzas e 9-30,2% de lignina (Dos Santos *et al.*, 2018).

Tabela 3. Composição da polpa e a casca do processamento de café

Material	Valores (%)
Conteúdo celular	60,13 ± 0,36
Hemicelulose	12,12 ± 2,50
Celulose	31,86 ± 0,34
Cinzas	1,36 ± 0,05
Lignina	15,39 ± 0,47

Fonte: Elaborado pelo autor

De acordo com Pandey *et al.*, (2000), a polpa e a casca do café são resíduos que são ricos em compostos polifenólicos, além desta presença também ser constatada nas águas residuárias utilizadas, provenientes do processamento do café. Vale salientar o desafio desta utilização nos processos anaeróbios, uma vez que são compostos tóxicos, apresentando efeitos negativos sobre as atividades microbianas, dependendo das concentrações e do nível de resistência destes microrganismos frente a estes materiais.

Montoya *et al.* (2020) utilizaram polpa e casca de café coletadas no mesmo local do presente estudo, mas de safras diferentes, para digestão anaeróbia, e os autores encontraram 18,70% de celulose, 13,90% de hemicelulose, 22,90% de lignina e 1,70% de cinzas. Segundo Chopra *et al.* (2021), a casca do café pode conter aproximadamente 57% de celulose e 22% de lignina. Essas diferenças encontradas para a composição dos materiais lignocelulósicos em comparação com outros estudos podem ser explicadas pelo tipo de café, tipo e tempo de armazenamento na fazenda cafeeira e, em alguns casos, pela degradação dos carboidratos desses materiais por microrganismos autóctones, conforme observado por Montoya *et al.* (2020).

5.2. Operação do reator EGSB

5.2.1. Remoção de matéria orgânica

A remoção de matéria orgânica, medida como DQO, foi analisada para cada fase ao longo da operação do reator, sendo apresentadas as concentrações de entrada e saída do meio líquido, bem como a porcentagem de remoção (Figura 7).

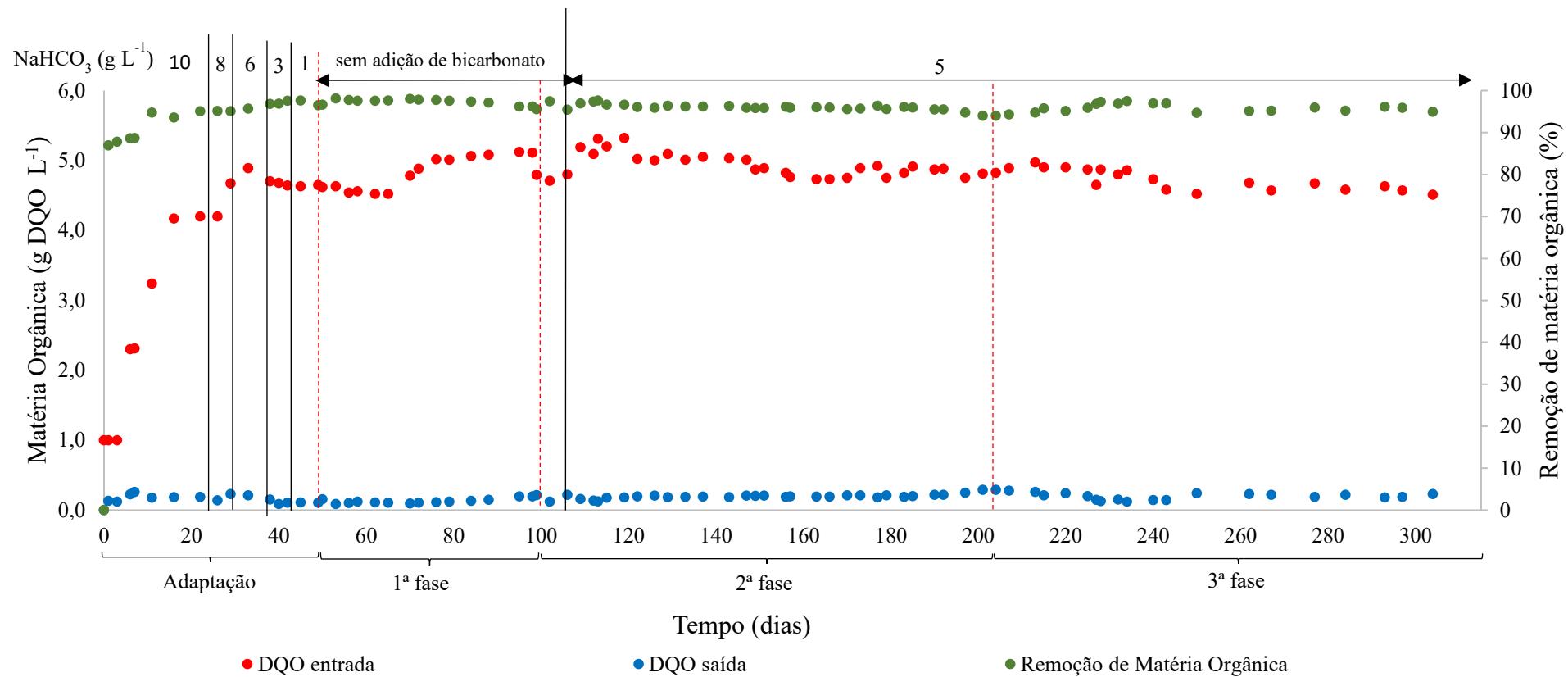
Para a fase de adaptação, variações na porcentagem de remoção de matéria orgânica foram verificadas (de $1,00 \text{ g DQO L}^{-1}$ a $4,67 \text{ g DQO L}^{-1}$), podendo ser atribuídas à adaptação dos microrganismos às condições em que foram inseridos, como por exemplo, a concentração de alcalinizante que variou ao longo da operação (de $10,00$ a $1,00 \text{ g L}^{-1}$), podendo ter interferido na metabolização da matéria orgânica. A estabilidade do sistema foi alcançada quando 95% da matéria orgânica foi removida, mostrando que o consórcio microbiano estava adaptado, podendo prosseguir para a primeira fase de operação.

Para a 1^a fase (TDH 72 horas) foi verificado um valor médio de $4,72 \pm 1,92 \text{ g DQO L}^{-1}$ removidos, equivalente a 97,41% de remoção; na 2^a fase (TDH 48 horas), $4,51 \pm 1,85 \text{ g DQO L}^{-1}$ removidos (96,04% de matéria orgânica removida) e na 3^a fase (TDH 24 horas), $4,74 \pm 1,37 \text{ g DQO L}^{-1}$ foram removidos, que corresponde à 95,63% de remoção de matéria orgânica. Estes valores foram estáveis podendo-se concluir que os TDHs de 72, 48 e 24 horas não provocaram alterações no sistema quanto à remoção de matéria orgânica, mostrando-se a comunidade microbiana junto à dinâmica do reator adaptáveis às condições impostas. Entretanto, em relação à porcentagem de remoção de matéria orgânica, em que foram levados em consideração as cargas de entrada e saída do reator, a 1^a fase de operação apresentou ser a melhor quando comparada à 2^a e 3^a fases.

Analizando outros trabalhos na literatura, foi constatado uma faixa para a remoção de matéria orgânica de 59 a 97%, sendo, portanto, uma confirmação a respeito da eficiência de remoção do reator, em que na sua melhor fase (1^a fase = 97,41% de remoção média) obteve um valor acima deste parâmetro (Bruno; Oliveira, 2008; Can; Gengec; Kobya, 2019; Garcia Jr *et al.*, 1988). Campbell *et al.* (2022) atingiram 93,5% de remoção de matéria orgânica em 117 dias de operação do EGSB com resíduos de cafeicultura; Can; Gengec; Kobya (2019) verificaram 97% de matéria orgânica removida utilizando um processo de eletro-oxidação, em que fora utilizado pré-tratamento dos efluentes da produção de café e derivados para a obtenção deste resultado. Sendo assim, uma alternativa deveras interessante para o quesito de remoção de matéria orgânica presente nos substratos.

A elevada eficiência de remoção de matéria orgânica no decorrer das fases pode ser atribuída à recirculação do efluente visando fornecer maior velocidade de escoamento ascendente além de diluir possíveis compostos tóxicos presentes no efluente, correspondendo a uma eficiente transferência de massa entre os microrganismos e substratos (Pérez-Pérez *et al.*, 2021).

Figura 7. Remoção de matéria orgânica ao longo da operação do reator EGSB.



*Valores de NaHCO₃ (g L⁻¹) adicionados ao longo da operação do reator EGSB.

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2.2. Remoção de carboidratos

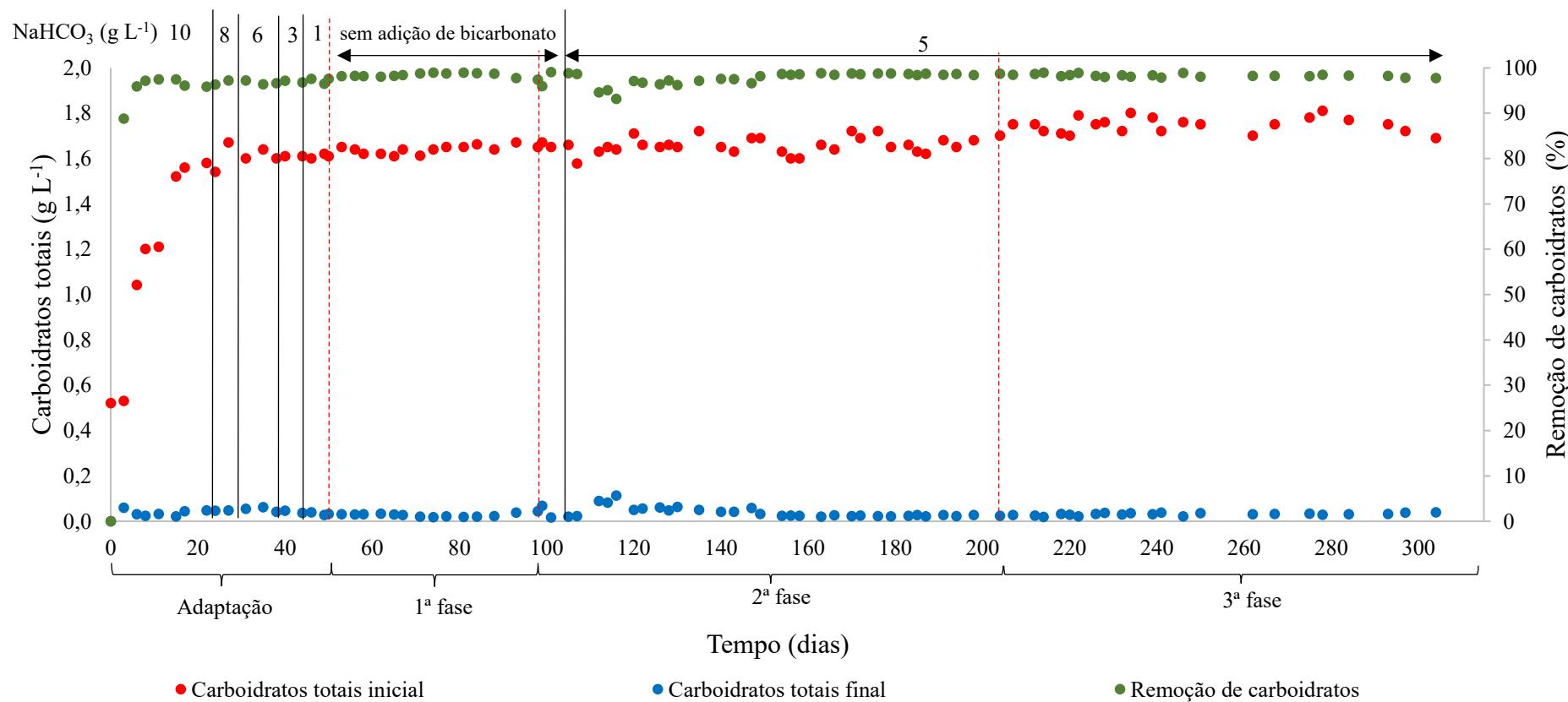
Para a remoção de carboidratos totais (Figura 8), foi verificado um comportamento similar à remoção de matéria orgânica (Figura 7). Para a fase de adaptação, foi identificado um valor médio de 90,59% de remoção de carboidratos totais do sistema ($1,35 \pm 0,37 \text{ mg L}^{-1}$ de carboidratos removidos), tendo em vista que variações nas concentrações de entrada de substrato foram observadas. Dessa forma, o início da 1^a fase foi marcado pela estabilização do sistema com a remoção de carboidratos totais por volta de 98% ($1,61 \pm 0,02 \text{ g L}^{-1}$ de carboidratos removidos).

A evolução para a 2^a fase levou ao decréscimo do percentual de remoção de carboidratos totais em relação à fase anterior, para cerca de 95% ($1,62 \pm 0,04 \text{ g L}^{-1}$ de carboidratos removidos), tendo em vista que a comunidade microbiana apresentava um menor tempo para a metabolização dos substratos. Já para a 3^a fase de operação, cerca de 98,27% de carboidratos foram removidos ($1,72 \pm 0,03 \text{ g L}^{-1}$).

Apesar da semelhante remoção percentual de matéria orgânica verificada para as três fases, pode-se constar que foram elevadas as remoções para os TDHs verificados, possivelmente devido à recirculação do efluente, conforme apresentado no tópico acima (5.2.1). De acordo com Pérez-Pérez *et al.* (2021), de fato há uma tendência de diminuição do percentual de remoção de carboidratos em relação ao aumento da carga orgânica dada pela redução do TDH para reatores EGSB, conforme observado no presente estudo.

Montoya *et al.* (2019) verificaram também a degradação de carboidratos advindos de resíduos da cafeicultura para a geração de H₂, onde foram atingidos 91% de remoção de destes compostos. Sendo assim, nas condições do presente estudo envolvendo a codigestão de água residuária de café, cervejaria além de resíduos sólidos como polpa e casca do café, foi possível verificar elevada remoção de carboidratos.

Figura 8. Remoção de carboidratos totais ao longo da operação do reator EGSB.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2.3. pH e alcalinidade

Durante a 1^a fase do reator, o equilíbrio encontrado pela comunidade microbiana possibilitou a não utilização do agente alcalinizante no processo (Figura 9), tendo em vista que o reator conseguiu manter os valores de pH em torno de 8,28, favorecendo a atividade metanogênica. Desse modo, a operação em TDH elevado (72 horas) apresentou capacidade tamponante, sendo possível equilibrar o valor de pH de entrada e saída durante a operação do reator EGSB na 1^a fase.

Durante a codigestão anaeróbia, para a 1^a fase, além da carga orgânica de entrada estar reduzida devido ao elevado TDH, a presença de dejeto bovino na composição do inóculo no reator pode estar relacionado ao equilíbrio dos valores de pH, pelo fato do dejeto contribuir com o tamponamento do reator. Segundo Zhang *et al.* (2021), o dejeto bovino em processos de digestão anaeróbia está ligado à elevada alcalinidade do sistema e capacidade de tamponamento devido à presença de amônia neste material.

Entretanto, o início da 2^a fase foi marcado pela variação dos valores de pH, decaindo até 4,78, fazendo-se necessário o uso de NaHCO₃ para o equilíbrio do sistema (Figura 9). Segundo Sun *et al.* (2020), elevadas cargas orgânicas, sendo dadas pelos baixos valores de TDH, podem causar o desequilíbrio do sistema devidos aos microrganismos acidogênicos que passam a produzir elevada concentração de AGVs que não conseguem ser removidos pelas arqueias metanogênicas já que estas possuem um crescimento lento, resultando no acúmulo de metabólitos e diminuição dos valores de pH, podendo inibir a atividade metanogênica já que elas operam em uma faixa estrita de pH, por volta de 7,0, conforme verificado no presente estudo (Thauer *et al.*, 2008).

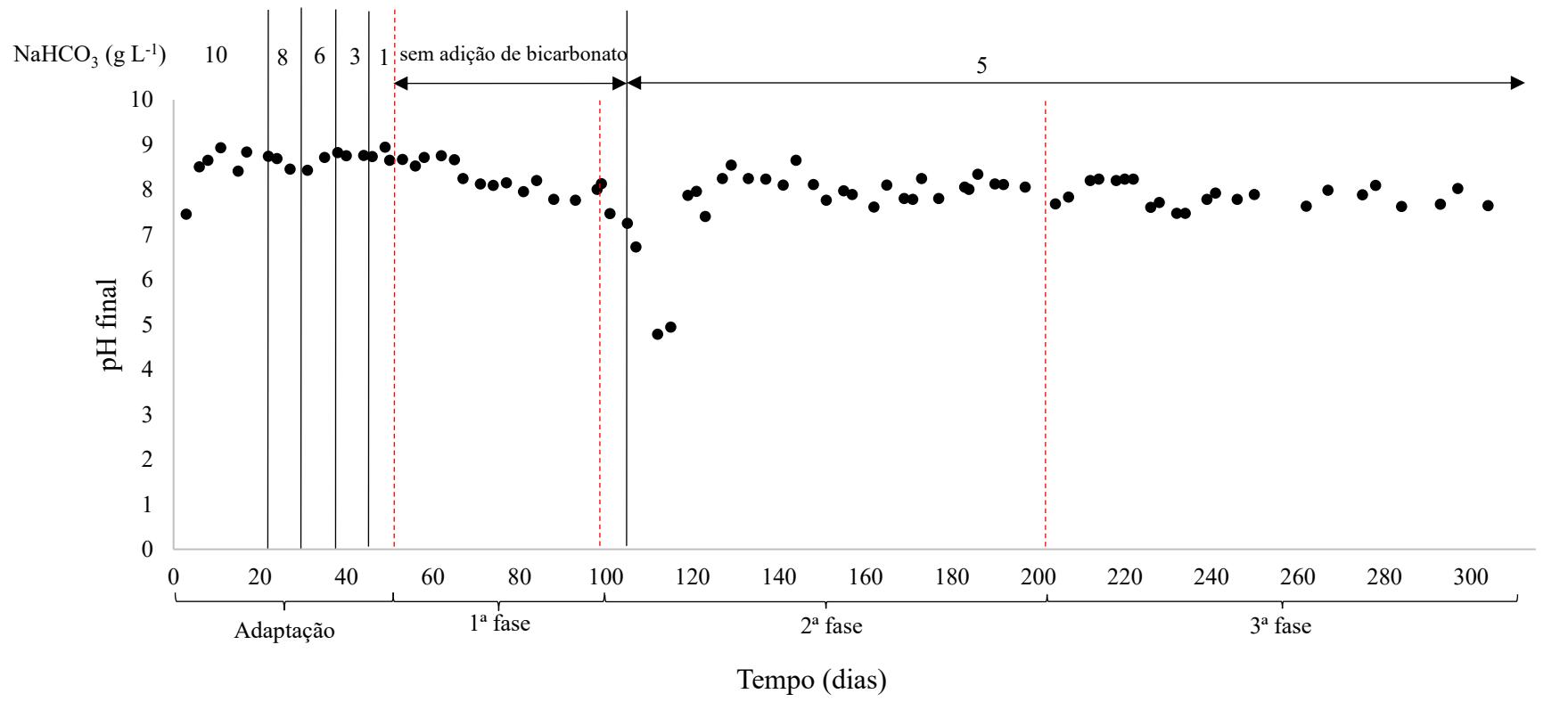
Após 13 dias da adição de NaHCO₃, os valores de pH voltaram a estabilizar na faixa de 8,0 para a segunda fase (Figura 9). Vale comentar a respeito da concentração de tamponante (NaHCO₃) presente no sistema, sendo que o tampão teve como função a estabilidade do sistema anaeróbio, devido à fragilidade dos microrganismos metanogênicos frente às alterações no pH. Assim, na fase de adaptação, a estabilidade do pH pode ter ocorrido devido à presença de alcalinizante. Já na primeira fase, apesar da ausência de NaHCO₃, o sistema foi capaz de manter os valores de pH, sendo interessante do ponto de vista econômico, podendo até reduzir custos operacionais.

Na 3^a fase de operação (TDH de 24 horas), foi verificado um valor médio de pH de 7,86, apresentando um pH máximo de 8,23, e um pH mínimo de 7,47. Podendo analisar assim, uma

boa estabilidade do sistema em função da maior entrada de carga orgânica no reator, e um menor tempo para a comunidade metanogênica exercer seu metabolismo, devido à presença de NaHCO_3 .

Em resumo, durante a operação do reator nas 3 fases, foram verificados valores médios dentro da faixa de estabilidade para a produção de biogás, em que a anomalia ocorrida na 2^a fase, onde se caracterizou pelo desbalanceamento na geração e consumo de ácidos pelos microrganismos, o que justifica o menor pH médio, e a maior variação entre seus resultados mínimo e máximo, causando uma instabilidade no reator, que logo foi restaurado à normalidade por meio da utilização do agente tamponante (NaHCO_3).

Figura 9. Evolução dos valores de pH efluente durante a operação do reator EGSB.

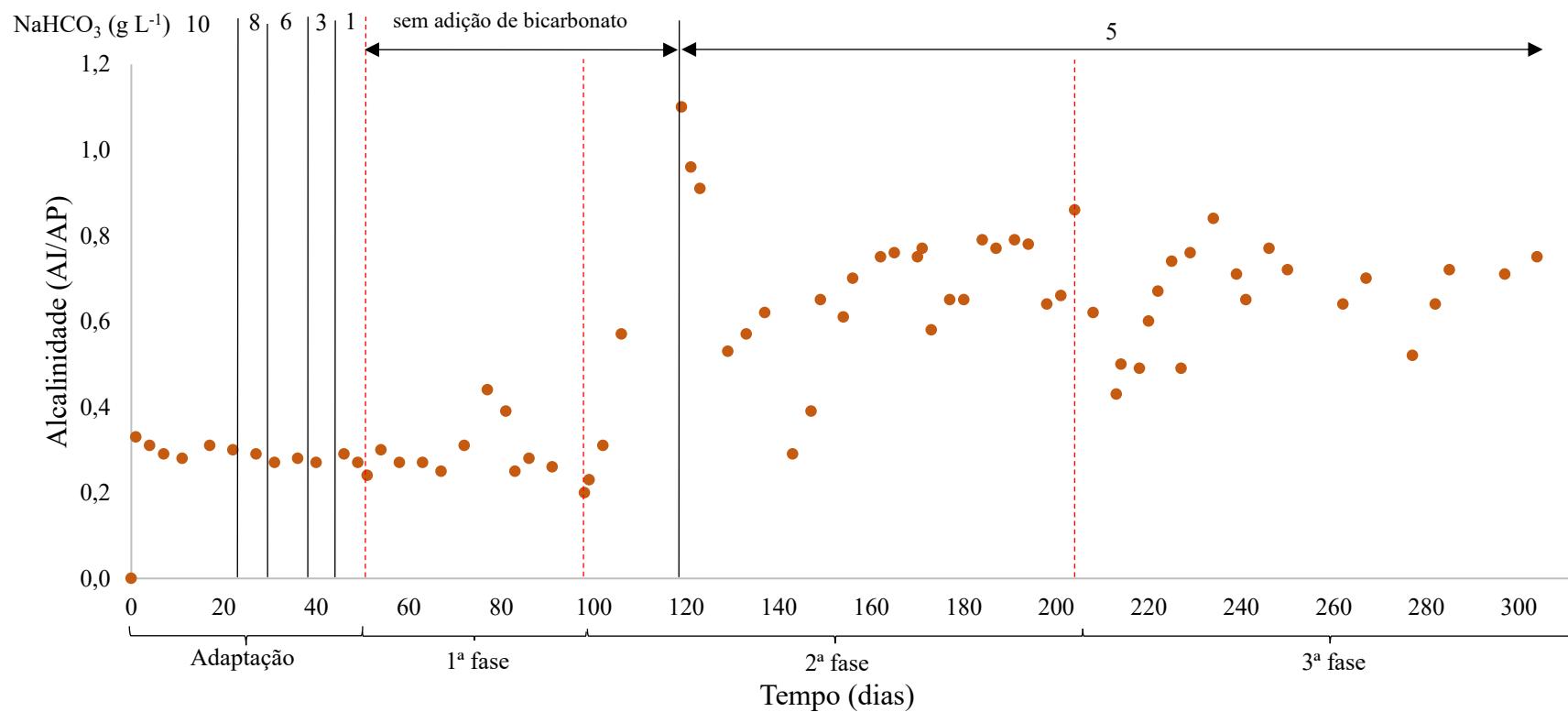


Fonte: Elaborado pelo autor

A alcalinidade pode representar a capacidade de tamponamento nos processos de digestão anaeróbia, podendo ser usada como parâmetro a fim de serem monitorados os processos anaeróbios. Dessa forma, a razão entre a alcalinidade intermediária e parcial (AI/AP) pode ser utilizada para o controle da digestão anaeróbia (Pérez-Pérez *et al.*, 2021). Segundo Pérez-Pérez *et al.* (2021), a relação AI/AP ideal estaria por volta de 0,3, onde valores maiores representam um indicativo de distúrbios na digestão anaeróbia. Entretanto, a proporção ideal de alcalinidade pode ser diferente para outras operações anaeróbias, onde a estabilidade do sistema possa ser garantida por meio da manutenção da relação AI/AP, sendo estável durante um longo processo. No presente estudo, a razão AI/AP esteve exatamente na faixa de 0,3 na 1^a fase de operação do EGSB, 0,6 na 2^a fase e 0,65 na 3^a fase (Figura 10), o dobro dos valores recomendados pela literatura, não sendo sinônimo de prejuízo à eficiência da codigestão anaeróbia já que houve a estabilidade do sistema.

Por isso, a necessidade de ambos os parâmetros, pH e alcalinidade, estarem atrelados às discussões, pois, o pH é um parâmetro insuficiente para a afirmação da estabilidade ou instabilidade da operação do reator, visto sua resposta tardia às condições do sistema frente ao baixo tamponamento do ambiente, assim sendo a alcalinidade uma análise complementar para ser apurada a eficiência da digestão anaeróbia (Boe *et al.*, 2010).

Figura 10. Evolução da relação AI/AP do efluente durante a operação do reator EGSB.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.2.4. Fenóis Totais

Nos primeiros dias de adaptação do reator EGSB, a concentração de compostos fenólicos de entrada ($0,107 \text{ g L}^{-1}$) e saída ($0,102 \text{ g L}^{-1}$) foram mantidos, indicando que, nesta fase, a comunidade microbiana estava em processo de adequação aos substratos adicionados. Após 10 dias de operação, a diferença entre a concentração de compostos fenólicos no afluente ($0,135 \text{ g L}^{-1}$) e efluente ($0,062 \text{ g L}^{-1}$) se evidenciou, sendo marcada sua remoção pelos microrganismos presentes no reator (Figura 11).

Na 1^a fase de operação do reator, o mesmo comportamento de remoção de compostos fenólicos, em comparação com a adaptação, foi verificado. A estabilidade da operação em TDH elevado (72 horas) fez com que a concentração de entrada de substratos, nele contendo compostos fenólicos oriundos da água residuária do café, fosse removida em aproximadamente 75% (aproximadamente $0,103 \pm 0,01 \text{ g L}^{-1}$ de compostos fenólicos removidos). Embora, o fenol seja um composto tóxico para sistemas anaeróbios, este não estava em níveis que pudessem causar inibição microbiana, pois, para a produção de metano, a concentração que pode ser tóxica é maior que 1 g L^{-1} de fenol (Dias *et al.*, 2021).

Para a 2^a fase de operação, o TDH foi um fator crítico para a remoção de compostos fenólicos. Em TDH menor (48 horas), houve o aumento da carga orgânica, sendo verificada uma instabilidade em relação aos compostos fenólicos de entrada ($0,120 \text{ g L}^{-1}$) e saída ($0,112 \text{ g L}^{-1}$) do reator. Após 30 dias de operação nesta fase, concentrações destes compostos começaram a ser removidas, em proporções menores das observadas para a 1^a fase (cerca de 50% de remoção).

Partindo para a fase final do reator, com um TDH ainda menor (24 horas), desta vez não ocorreu desequilíbrio do reator, o que propiciou em uma fase estável para a remoção destes compostos. Cerca de 45,6% de compostos fenólicos foram removidos ($0,106 \text{ g L}^{-1}$), valores de remoção satisfatórios levando em consideração a carga orgânica afluente elevada por conta da alta vazão.

Bruno; Oliveira (2008) utilizaram um reator UASB para o tratamento de água residuária de beneficiamento do café por via úmida, sendo verificadas as remoções de compostos fenólicos em torno de 72 a 90%, sendo compatível com as observações para o presente estudo.

Segundo Pan *et al.* (2021), o fenol é considerado como uma toxina protoplasmática que inibe ou destrói sistemas anaeróbios, podendo comprometer a atividade metanogênica, conforme verificado no presente estudo para a 2^a fase de operação do reator EGSB. Assim, a

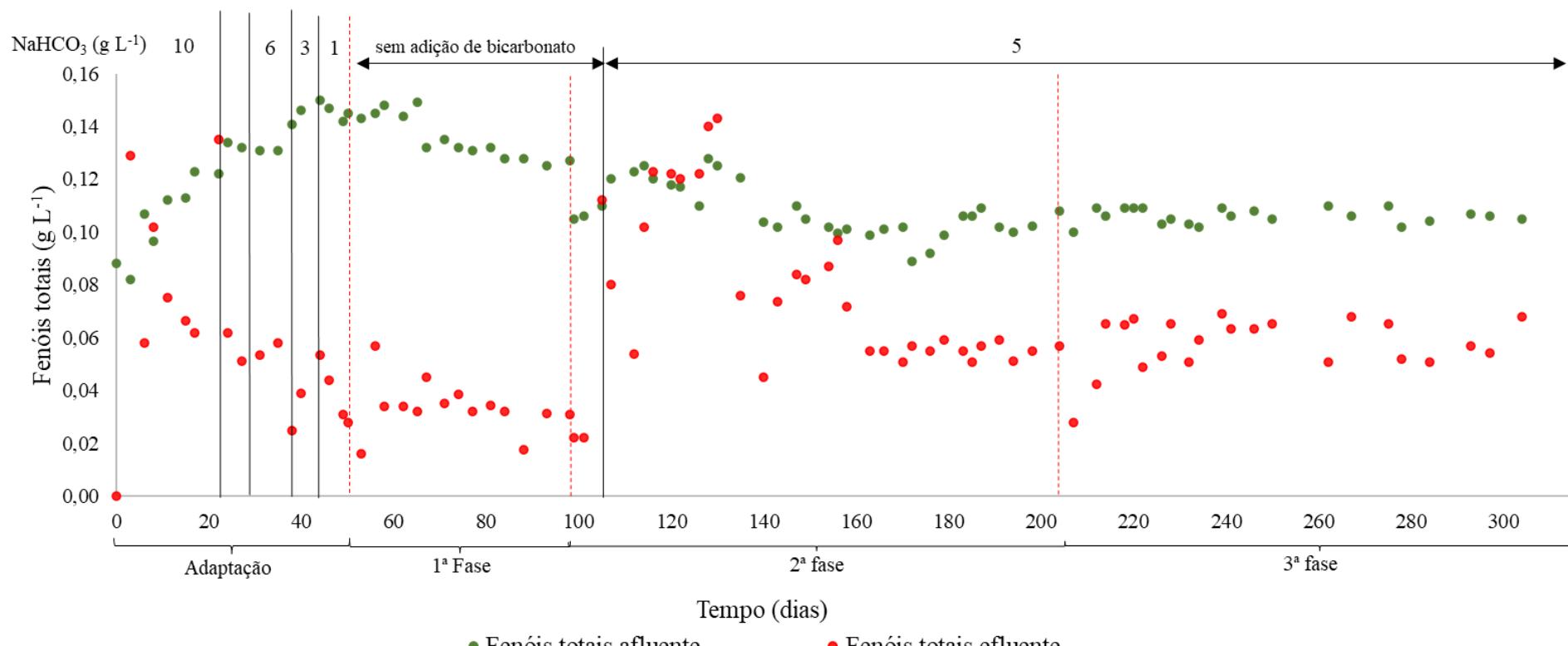
carga orgânica estando presente por mais tempo no reator poderia ter interferido a atividade microbiana, ocasionando remoções reduzidas de compostos fenólicos.

Outros trabalhos foram investigados para analisar esta margem de remoção utilizando diferentes substratos, com diferentes condições operacionais, a fim de observar as diferentes possibilidades de remoção de compostos fenólicos.

Li *et al.* (2021) investigaram a remoção de compostos fenólicos da água residuária de gaseificação de carvão e glicose com o auxílio de grafeno. Os autores obtiveram remoções de cerca de 70% de compostos fenólicos.

Portanto, a faixa de remoção de 70-90% de remoção de compostos fenólicos é bem recorrente na literatura, sendo o presente trabalho estando de acordo com esta faixa na sua melhor fase de remoção (1^a fase - TDH 72 horas), em que fora verificado uma remoção de aproximadamente 75%, comprovando uma boa eficiência para o processo de remoção de compostos fenólicos.

Figura 11. Evolução da concentração de compostos fenólicos totais durante a operação do reator EGSB.



Fonte: Elaborado pelo autor

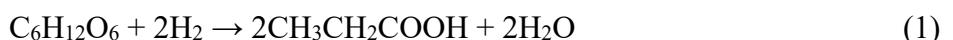
5.2.5. Geração de Biogás

As gerações de CH₄ na fase de adaptação oscilaram entre 54% e 49% da composição no biogás (Figura 12) (rendimento máximo de 182,00 mL CH₄ g⁻¹ DQO_{removida}), sendo verificado um valor médio de 47,9%. Na 1^a fase de operação do reator, este valor atingiu a estabilidade, apresentando uma média de 52% de metano no biogás gerado (rendimento máximo de 201,00 mL CH₄ g⁻¹ DQO_{removida}).

Já para a 2^a fase, a remoção da matéria orgânica, culminou na reduzida geração de biogás, tendo em vista que o reator iniciou o processo de acidificação devido ao incremento de carga e o consequente acúmulo de ácidos. Sendo assim, foi necessária a retomada do alcalinizante para o controle do pH, voltando à normalidade da atividade metanogênica, sendo verificados alguns pontos de geração de H₂. Os valores médios de geração de CH₄ e H₂ foram 39,7% e 1,1% respectivamente (157,00 mL CH₄ g⁻¹ DQO_{removida} – valor máximo – Figura 13).

A inibição da atividade metanogênica ao início da operação da 2^a fase do reator (em 12 dias de operação) pode estar relacionada às elevadas cargas orgânicas decorrentes da diminuição do TDH, em que, segundo Pérez-Pérez *et al.* (2021) poderia ter ocorrido o acúmulo de AGVs, aumentando da pressão parcial de H₂ e diminuindo o teor de CH₄, conforme verificado no presente estudo.

Assim, a redução do TDH em 48 horas e o consequente aumento da carga orgânica pode ter causado acúmulo de metabólitos secundários, como por exemplo alguns ácidos como o propiônico, ocasionando o acúmulo de NADH, conforme observado pelos autores Bernal; De Menezes; Silva (2021) para o reator EGSB (equação 1).



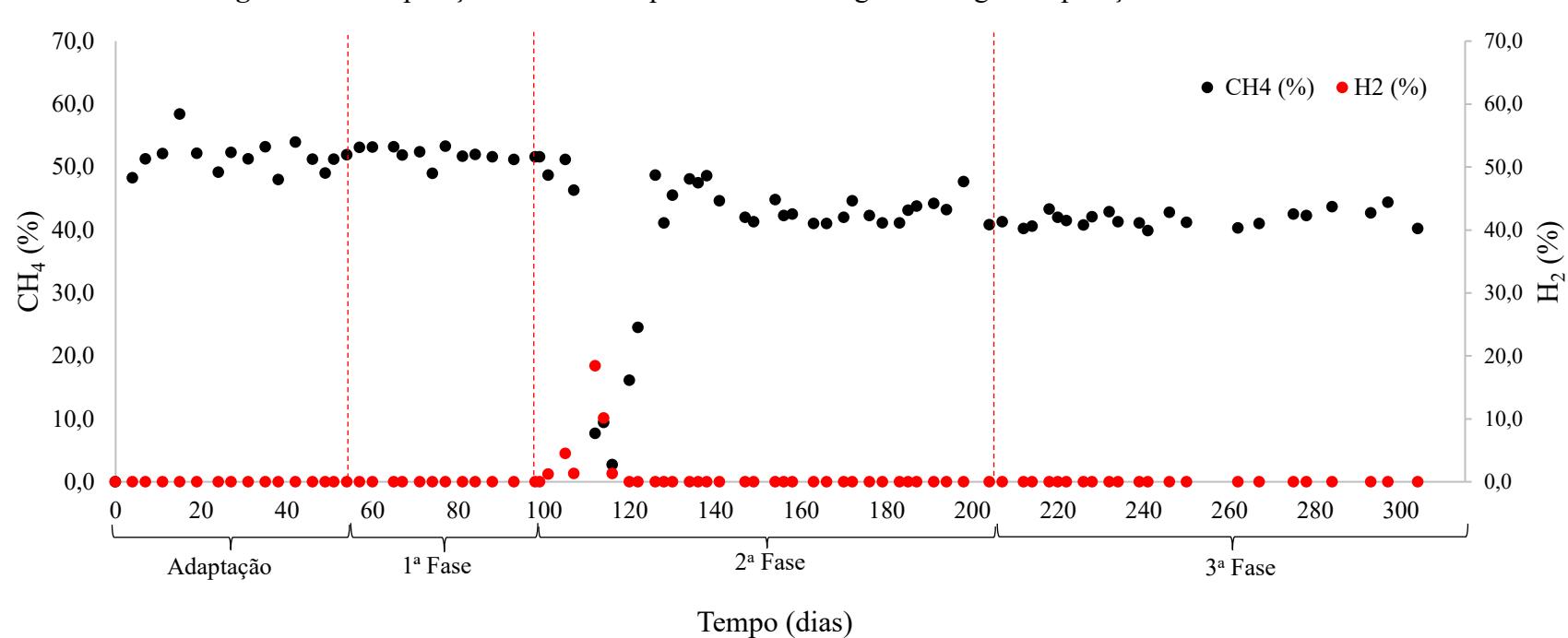
O fato das metanogênicas serem extremamente sensíveis às variações de pH, fez com que houvesse o favorecimento das rotas fermentativas produtoras de H₂ (Ogejo *et al.*, 2009), o que foi constatado na passagem para a 2^a fase do reator.

Por fim, na 3^a fase do reator (TDH = 24 horas), com uma entrada de carga orgânica mais elevada ainda do que a 2^a fase, o menor tempo de metabolização da matéria orgânica ocasionou remoções semelhantes de DQO, com maior acúmulo de AGVs, levando a uma menor produção de biogás (132,00 mL CH₄ g⁻¹ DQO_{removida} – valor máximo) com uma composição média de 41,7% de CH₄ no biogás. Dessa forma não foi constatada a geração de H₂ no reator, o que demonstrou a eficácia da retomada da utilização de alcalinizante, que garantiu ao sistema a

característica tamponante necessária para inibir a produção de hidrogênio e, portanto, viabilizar a geração de metano.

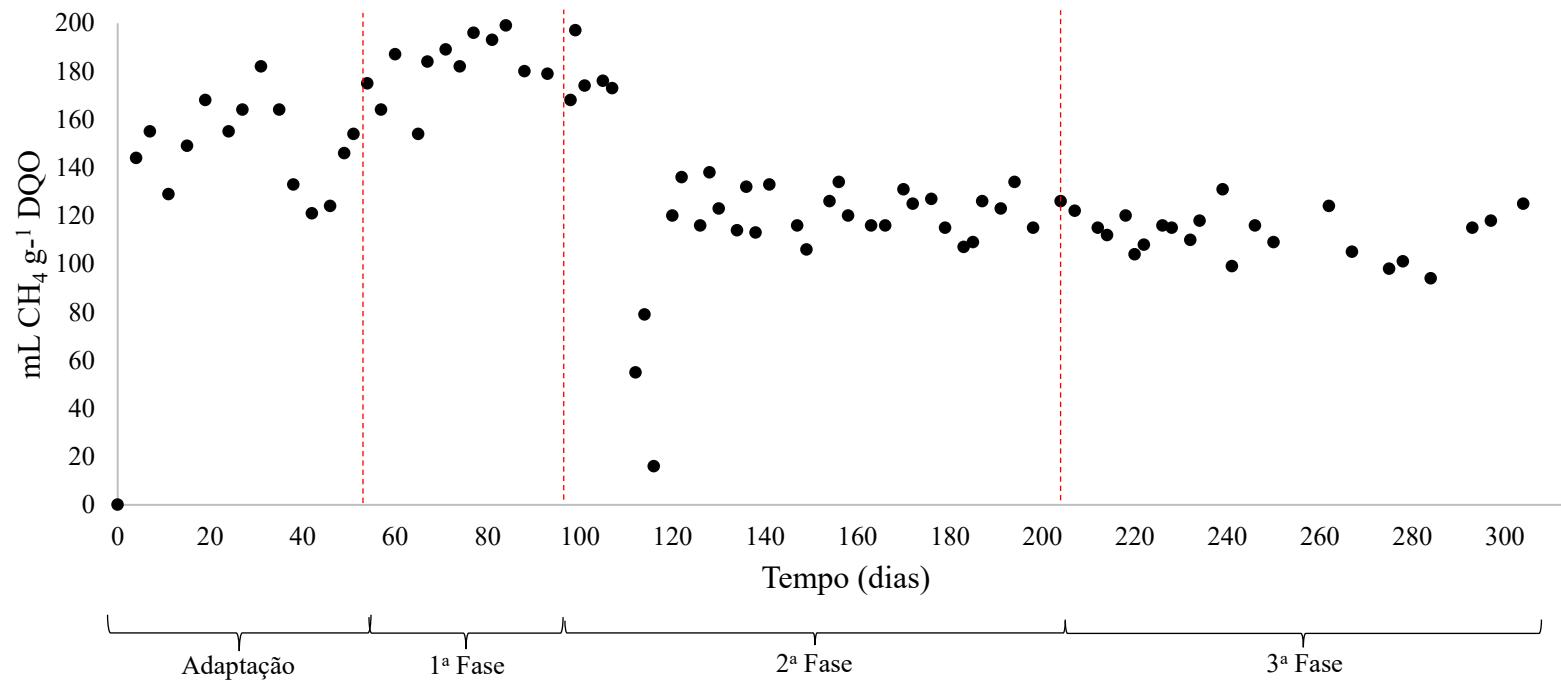
Consultando a literatura com o objetivo de encontrar referências no contexto de produção de biogás em função da digestão anaeróbia de resíduos da cafeicultura, Czekala *et al.* (2023) investigaram o potencial de geração de biogás de resíduos de café, sendo eles mais precisamente a casca e a borra do café, com seus experimentos foram verificados valores na faixa de 52,68%-54,50% de conteúdo de metano presente no biogás, sendo os melhores valores, observados para o resíduo da borra de café. Estes valores foram condizentes com a primeira fase de operação do reator, que demonstrou um valor similar ao verificado pelos autores.

Figura 12. Composição volumétrica percentual do biogás ao longo da operação do reator EGSB



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 13. Rendimento de CH₄ (mL g⁻¹ DQO_{removida}) ao longo da operação do reator EGSB



Fonte: Elaborado pelo autor

De acordo com a literatura, a composição média de metano presente no biogás com diferentes substratos varia de 50% até 75%, com 55% de composição média para operações que contenham dejeto bovino, sendo este valor próximo do valor médio obtido na 1^a fase. Vale ressaltar que por apresentar variáveis que influenciam direta ou indiretamente na digestão anaeróbia, há a dificuldade em se atingir valores exatos conforme indicado pela literatura (FACHAGENTUR NACHWACHSENDE ROHSTOFFE E.V. (FNR), 2010; Ferreira, 2015).

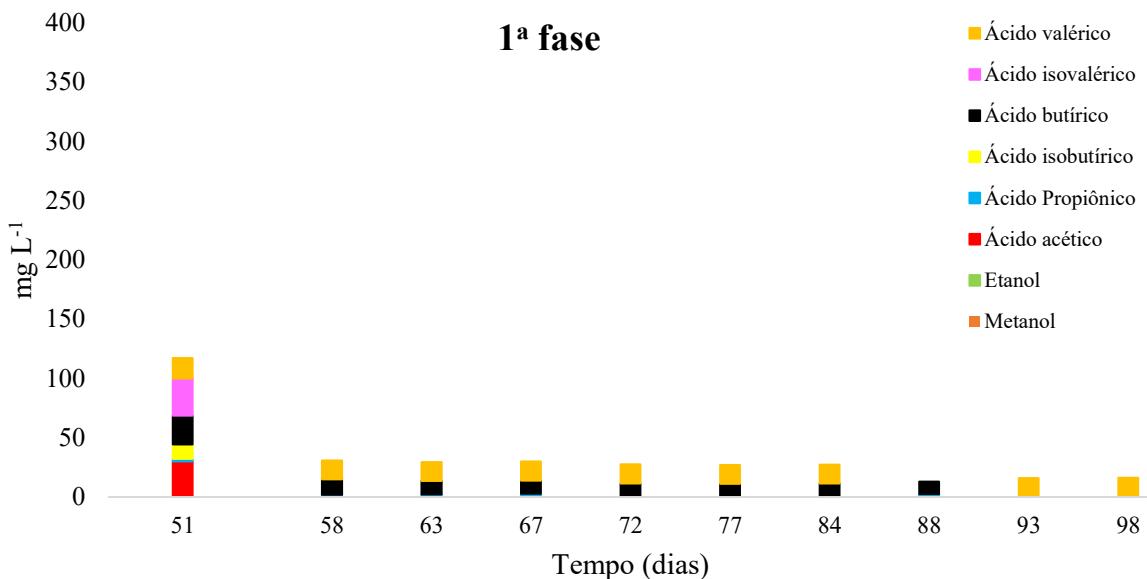
Ngo *et al.*, (2016) verificaram que a geração de metano foi comprometida após 10 dias de acidificação da operação do reator em escala reduzida, onde a atividade metanogênica não pôde ser recuperada mesmo após a lavagem do lodo do reator a fim de remover os ácidos graxos voláteis acumulados no sistema. Os autores concluíram que a acidificação do reator inativou irreversivelmente os microrganismos metanogênicos. Diferentemente verificado, no presente estudo, mesmo após 13 dias de operação do EGSB na segunda fase, a acidificação não comprometeu o sistema, sendo que após a adição de alcalinizante, a atividade metanogênica foi recuperada, mostrando que a codigestão anaeróbia foi eficiente e estável para os processos metanogênicos.

5.2.6. Ácidos e Álcoois

Para este tópico do relatório, foram verificados os ácidos orgânicos e álcoois presentes no efluente líquido do reator EGSB, com base no percentual de cada um à concentração relativa à soma das concentrações de todos os ácidos e álcoois.

Durante a 1^a fase de operação do reator foram verificados valores percentuais médios dos ácidos, valérico (43,52%), butírico (31,09%), isovalérico (9,35%) e acético (8,99%), os demais ácidos demonstrados na Figura 14 (isobutírico e propiônico) não apresentaram contribuição significativa para o valor total analisado. Nesta fase, pode-se inferir uma comunidade de arqueias suficientes e um ambiente favorável para a metanogênese uma vez que foram utilizados os ácidos orgânicos, levando assim à estabilidade do pH em valores favoráveis ao metabolismo microbiano metanogênico (Huaccha Cabrera, 2022).

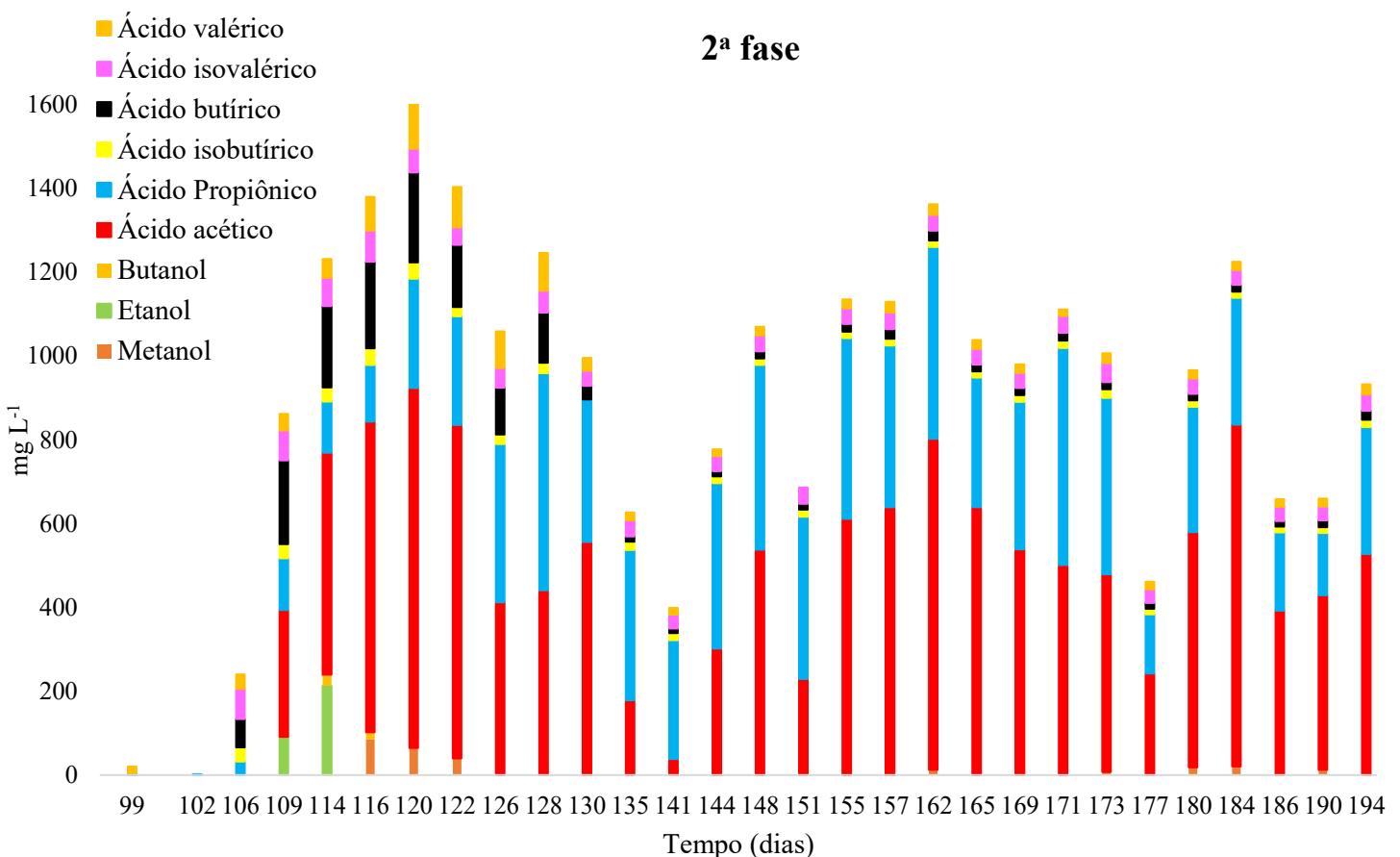
Figura 14. Evolução de ácidos e álcoois no efluente, referentes à 1^a fase de operação do reator EGSB



Fonte: Elaborado pelo autor.

No decorrer da operação, passando para a 2^a fase do reator (TDH = 48 horas), agora, mudando a distribuição percentual média dos ácidos encontrados, desta vez, com os principais ácidos sendo eles o acético (49,65%) e o propiônico (31,53%), além de pequenas contribuições envolvendo outros ácidos, como butírico (6,04%), isovalérico (4,51%), valérico (3,92%) e isobutírico (2,04%), além desta fase apresentar a produção de álcoois, sendo volumes relativamente baixos, porém existentes e consideráveis para a discussão, sendo eles etanol (1,15%), metanol (0,99%) e butanol (0,16%). Esta fase foi caracterizada pela fase de maior instabilidade envolvendo a configuração do reator, onde, devido ao aumento da entrada de carga orgânica pela passagem da 1^a fase para a 2^a fase, o tamponamento do reator por si só não foi suficiente para garantir estabilidade ao meio, levando à elevados e instáveis valores de alcalinidade pela elevada concentração de ácidos orgânicos voláteis, justificando a baixa produção de metano e reduções dos valores de pH (Zhang; Xing; Li, 2018).

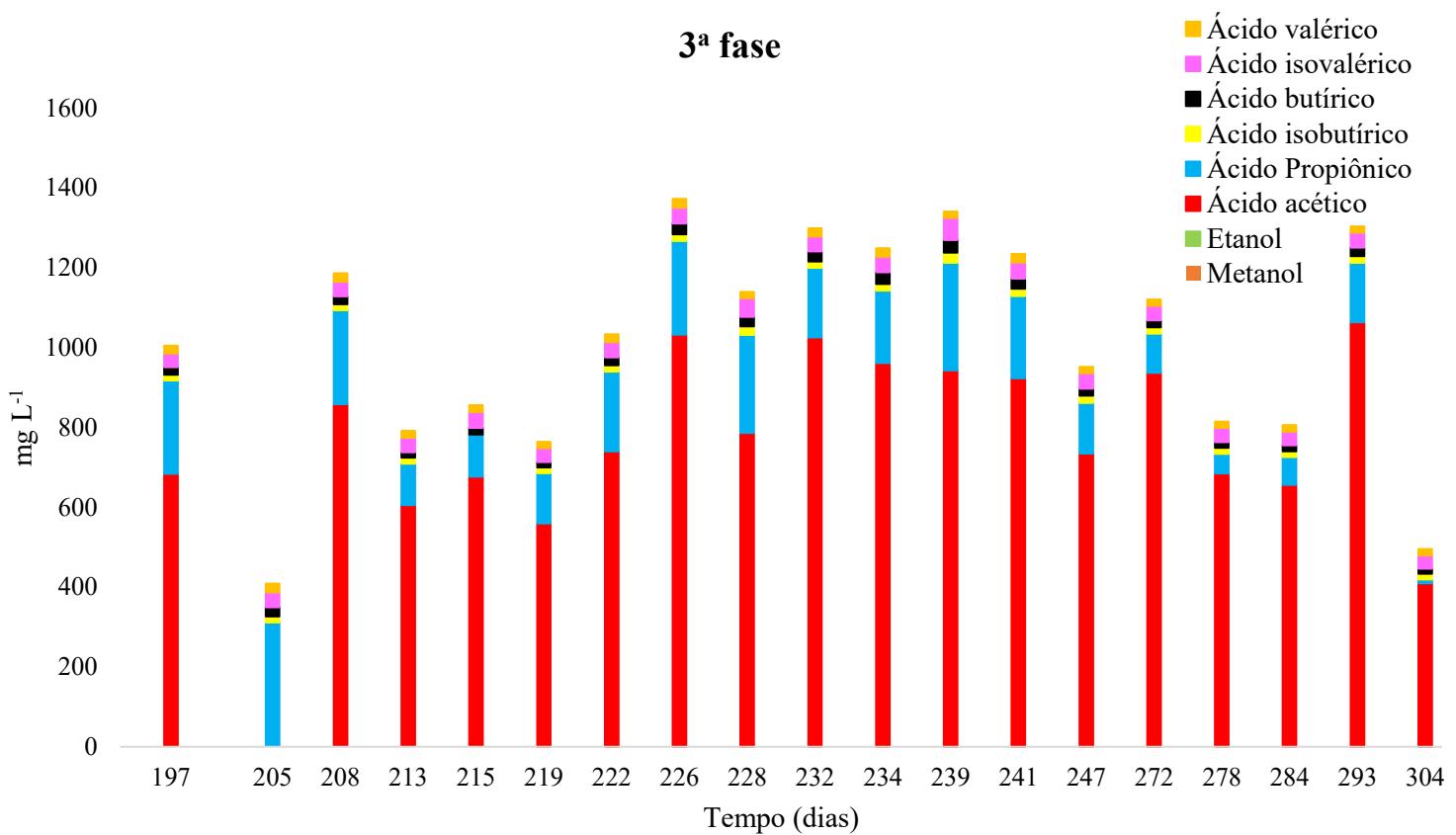
Figura 15. Evolução de ácidos e álcoois referentes à 2^a fase de operação do reator EGSB.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Por fim, no decorrer da 3^a fase de operação (TDH = 24 horas), a dinâmica sistêmica foi novamente alterada, com a produção de álcoois sendo extinta, devido ao baixo valor de contribuição envolvendo o volume total de ácidos e álcoois produzidos. Já para os ácidos orgânicos, o ácido acético se mostrou predominante sob a composição total deste volume (74,43%), sendo seguido pelo ácido propiônico (16,30%), outros ácidos como os anteriormente citados tiveram sua contribuição baixa relativamente parecida no quesito de volume percentual, sendo eles observados na Figura 16.

Figura 16. Evolução de ácidos e álcoois referentes à 3^a fase de operação do reator EGSB.



Fonte: Elaborado pelo autor.

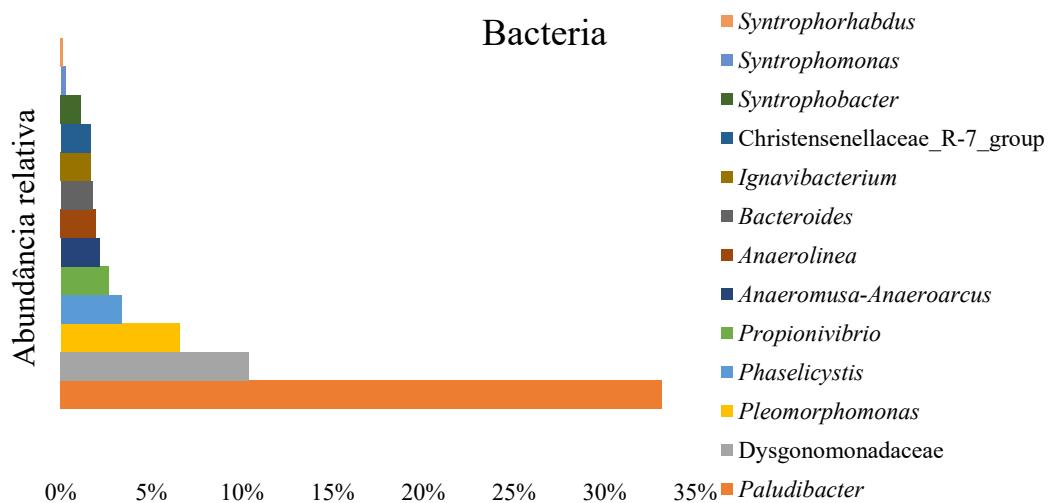
Os principais ácidos produzidos ao longo do processo da codigestão anaeróbia para a 2^a e 3^a fases foram acético e propiônico, em que estes são obtidos diretamente da oxidação anaeróbia de carboidratos presentes nos substratos empregados na operação. O ácido propiônico, produzido através de β -oxidação de ácidos voláteis de maior cadeia carbônica, foi o segundo ácido de maior concentração presente no reator, em que, comparado com a geração de ácido acético, em que pode ser utilizado diretamente para o metabolismo metanogênico, sua taxa de decomposição é muito menor em relação ao ácido acético. Dessa forma, este ácido se acumulou longo da operação do EGSB para as fases de TDHs reduzidos (aqueles em que houve o aumento da entrada de carga orgânica) que implicou diretamente na geração de CH₄ (Huaccha Cabrera, 2022; Rossi *et al.*, 2022; Wang *et al.*, 1999).

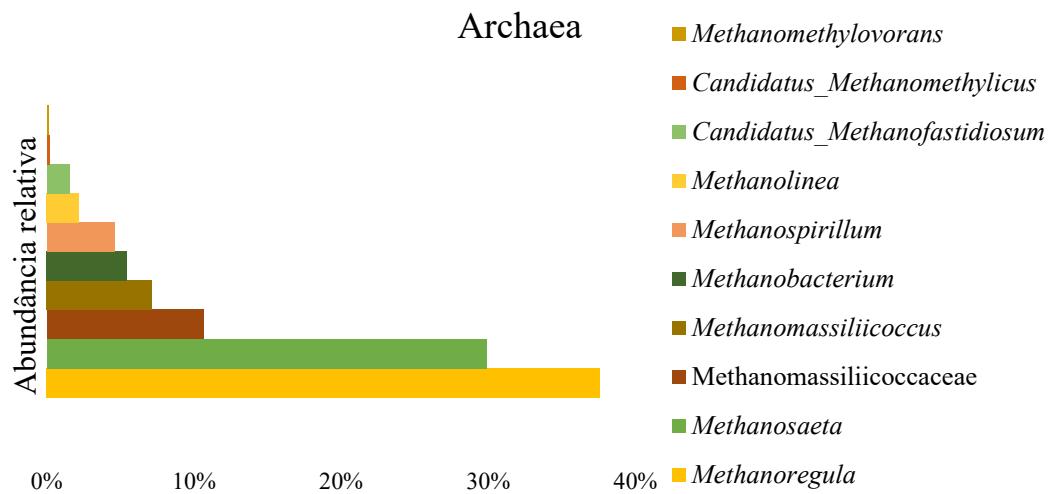
Já os outros ácidos graxos voláteis como o ácido valérico, isovalérico, butírico e isobutírico, foram identificados em concentrações mínimas, possivelmente devido ao baixo teor de composição proteica presente nos substratos (Huaccha Cabrera, 2022; Wang *et al.*, 1999).

5.2.7. Análise da comunidade microbiana

Para a 1^a fase de operação do reator (TDH = 72 horas) foram identificados microrganismos pertencentes ao domínio Bacteria e Archaea (Figura 17). Para o domínio Bacteria, os gêneros *Paludibacter* e *Dysgonomonadaceae* foram identificados em elevada abundância relativa de 33,15% e 10,39%, respectivamente. Já para as arqueias hidrogenotróficas, os principais gêneros que contribuíram na abundância relativa do reator foram *Methanoregula*, *Methanosaeta* e *Methanomassiliicoccaceae*, contribuindo com 37,59%, 29,86% e 10,67%, respectivamente.

Figura 17. Gêneros identificados para os domínios Bacteria e Archaea durante a 1^a fase de operação do EGSB.

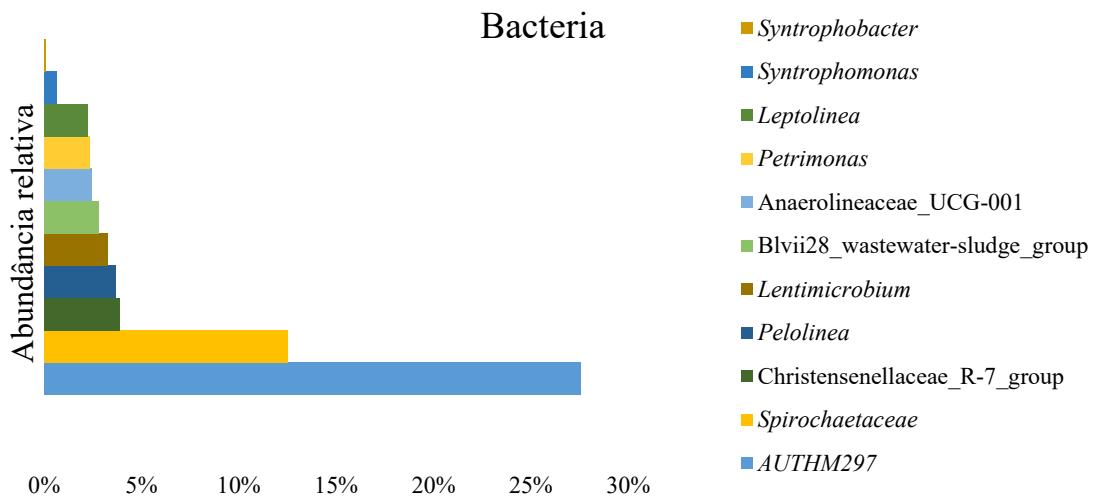


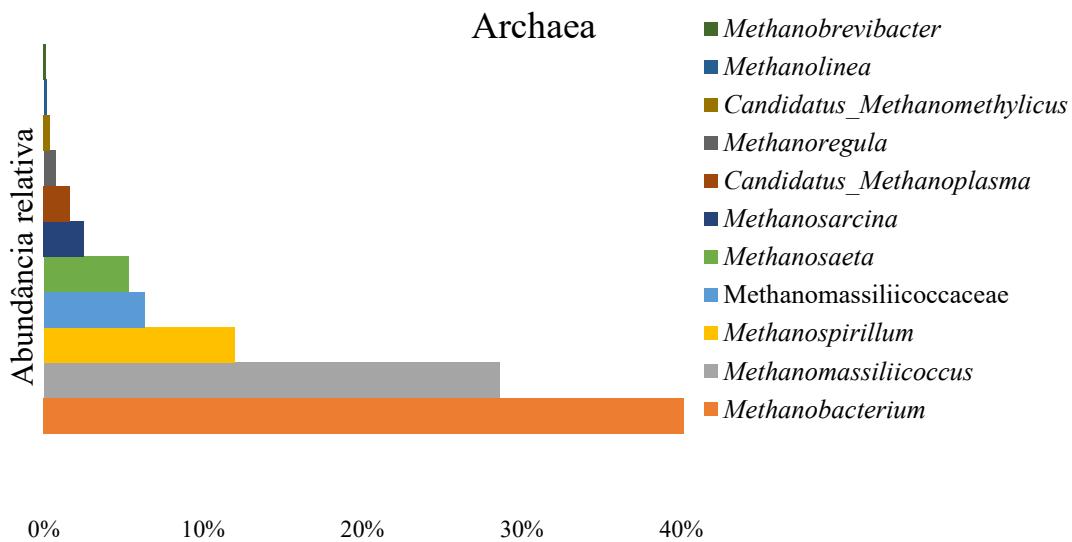


Fonte: Elaborado pelo autor.

Seguindo para a 2^a fase (TDH = 48 horas), os gêneros de elevada abundância relativa para o domínio Bacteria foram *AUTHM297* e *Spirochaetaceae*, 27,58% e 12,49%, respectivamente. Já para o domínio Archaea foram identificados principalmente os gêneros *Methanobacterium*, *Methanomassiliicoccus* e *Methanospirillum*, em abundâncias relativas de 42,17%, 28,61% e 11,97%, respectivamente (Figura 18).

Figura 18. Gêneros identificados para os domínios Bacteria e Archaea durante a 2^a fase de operação do EGSB.

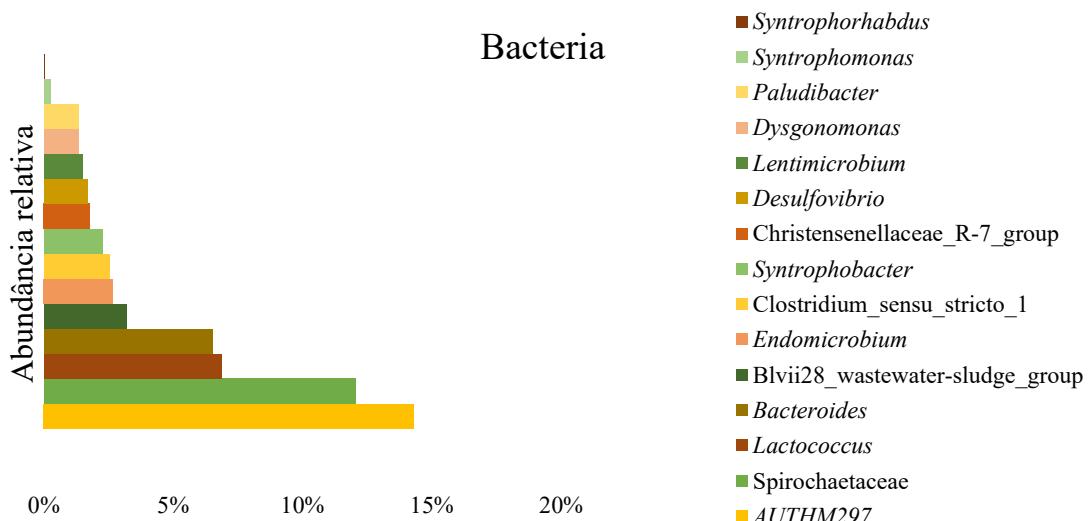


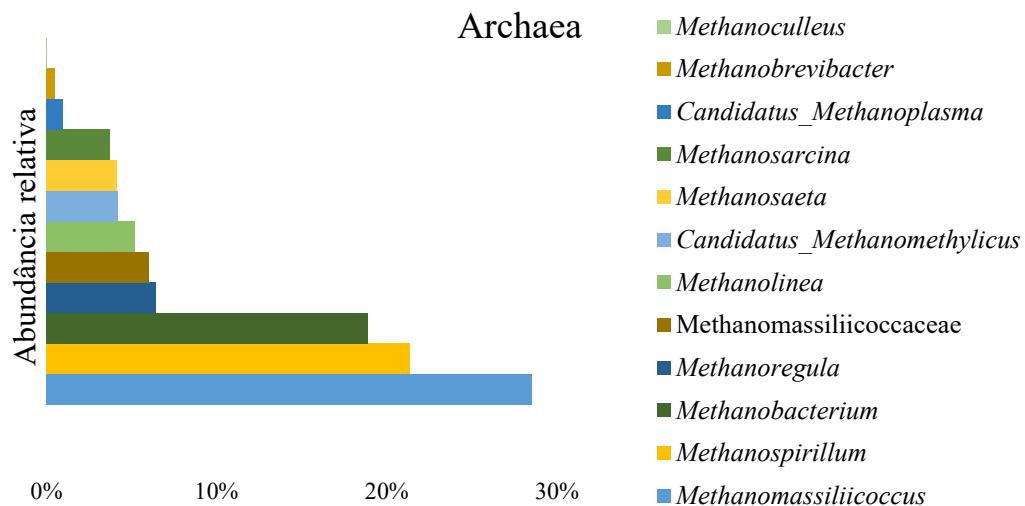


Fonte: Elaborado pelo autor.

Finalizando as análises realizadas com a 3^a fase do reator (TDH = 24 horas) foram identificados os seguintes gêneros para o domínio Bacteria em maior abundância relativa: *AUTHM297* (14,32%) e *Spirochaetaceae* (12,04%) (Figura 19). Já para o domínio Archaea seguiu um comportamento relativamente parecido, em que todos os gêneros principais identificados na 2^a fase se mantiveram como os principais gêneros na 3^a fase, com a diferença somente em suas abundâncias relativas, sendo *Methanomassiliicoccus* (28,51% de abundância relativa), seguida por *Methanospirillum* (21,34%) e *Methanobacterium* (18,88%).

Figura 19. Gêneros identificados para os domínios Bacteria e Archaea durante a 3^a fase de operação do EGSB.





Fonte: Elaborado pelo autor.

Durante a 1^a fase do reator, os microrganismos pertencentes ao gênero *Paludibacter* podem estar relacionados com os processos de hidrólise e fermentação, hidrolisando compostos como gorduras, proteínas e amido para a produção de propionato e acetato (ácidos propiônico e acético), tendo em destaque o acetato, em que é utilizado como fonte de carbono base para a geração de CH₄ através da metanogênese acetoclástica (Liang *et al.*, 2020; Shi *et al.*, 2022). Já os microrganismos pertencentes ao gênero *Dysgonomonadaceae* compreendem em bactérias hidrolíticas que possuem a capacidade de degradação de polissacarídeos recalcitrantes, transformando-os em oligossacarídeos ou até mesmo em monossacarídeos, sendo esperado bactérias com estas características de degradação de compostos residuários de café, em que os mesmos apresentam compostos lignocelulósicos, como a lignina, celulose e hemicelulose, compostos com características recalcitrantes presentes na polpa e na casca do café (Dos Santos *et al.*, 2018; Owusu-Agyeman; Plaza; Cetecioglu, 2022).

Partindo para a 2^a fase de operação do reator, ainda no domínio Bacteria, o gênero AUTHM297, pertencente à família *Thermotogae*, pode utilizar compostos orgânicos para produzir H₂. Dessa forma, este microrganismo poderia estar associado com a pequena geração de H₂ dada pelo desequilíbrio do sistema identificado durante a operação desta referida fase.

Ainda na 2^a fase do reator, o que se manteve na 3^a fase, com a diferença na abundância relativa percentual das comunidades microbianas, *Spirochaetaceae* são microrganismos que metabolizam ácidos voláteis de cadeia longa e glicerol, juntamente com a conversão de acetato, contribuindo para a atividade metanogênica em questão (He *et al.*, 2022a).

Tratando agora do domínio Archaea, a arqueia metanogênica predominante, em que, ao longo de todas as fases, se manteve com elevados valores de abundância relativa foi o microrganismo *Methanomassiliicoccus*. Zhang *et al.* (2021) verificaram o crescimento e desenvolvimento deste tipo de microrganismo com o aumento de concentração de carbono. Estes microrganismos podem utilizar metanol e H₂ para a produção de CH₄, sendo caracterizado, portanto como hidrogenotróficos (Togo *et al.*, 2019; Zhang *et al.*, 2021).

Na 1^a fase foram identificadas elevadas abundâncias relativas para os microrganismos *Methanoregula* e *Methanosaeta*, sendo estas os principais microrganismos contribuintes na produção de biogás na 1^a fase de operação do reator, juntamente com *Methanomassiliicoccus*, anteriormente mencionado. Enquanto a primeira citada é uma arqueia metanogênica do tipo hidrogenotrófica, a segunda se trata de uma arqueia metanogênica acetoclástica (Kimisto *et al.*, 2023; Siddique *et al.*, 2020). Um destaque que pode ser citado é o crescimento microbiano harmonioso e cooperativo entre os gêneros predominantes dos diferentes domínios (*Paludibacter* e *Methanosaeta*), em que como explicitado anteriormente *Paludibacter* são responsáveis pela conversão de compostos orgânicos em propionato e acetato, em que este é utilizado no metabolismo metanogênico pelas archaeas para a geração de metano, sendo possível traçar esta correlação de cooperação interespecífica, em que o desenvolvimento de uma favoreceu a outra.

Já para as outras fases (2^a e 3^a), além da *Methanomassiliicoccus*, foram identificados os microrganismos *Methanobacterium* e *Methanospirillum*. *Methanobacterium* compreende em microrganismos metanogênicos hidrogenotróficos podendo utilizar H₂ e CO₂ para a geração de CH₄, além também de produzir metano através de ácido fórmico. Uma particularidade deste gênero é sua resistência a presença de ácidos graxos voláteis livres, já que, segundo Zhang *et al.* (2019), a espécie pertencendo ao gênero *Methanobacterium*, mais precisamente o *Methanobacterium Formicicum*, se mostrou resistente a diferentes concentrações de AGVs como os ácidos acético, butírico e propiônico. Possibilitando uma proposta em que estes microrganismos se mostraram em maior abundância relativa em fases mais avançadas, já que com o avanço das fases, a produção de ácidos livres foi maior, sabendo que estes compostos são compostos inibitórios para o metabolismo metanogênico, este fato pode ser uma justificativa para a elevada presença destas archaeas em ambas as fases finais deste trabalho (Maus *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2019).

Por fim, *Methanospirillum* outra archaea metanogênica hidrogenotrófica pode converter o H₂ e CO₂ em metano, onde, durante a digestão de lipídeos, o hidrogênio pode ser produzido

pela degradação de ácidos graxos voláteis de cadeia longa, e que a associação com bactérias consumidoras destes ácidos se mostra muito eficiente para a digestão anaeróbia e produção de metano (Ning *et al.*, 2018). Essa associação pode ser verificada na operação do EGSB, uma vez que microrganismos pertencentes ao gênero *Spirochaetaceae* podem agir em sintrofismo com esta referida archaea, já que corresponde às bactérias degradadoras de AGVs de cadeia longa, apresentando elevada abundância relativa na 2^a e 3^a fases.

Outros microrganismos do domínio Bacteria e Archaea ainda podem ser citados, visto que, apesar de abundâncias relativas menores em comparação com outros gêneros, apresentam papéis fundamentais no contexto do presente trabalho no tratamento dos resíduos juntamente com a geração de metano.

Syntrophorhabdus, *Syntrophobacter* e *Pseudomonas* em associação com microrganismos metanogênicos hidrogenotróficos podem auxiliar na remoção de fenol para a produção de metano (Usman *et al.*, 2021). Portanto, a relação sintrófica entre bactérias e archaeas metanogênicas poderia explicar a remoção efetiva de fenol durante a operação, permitindo que o consórcio misto formado por dejetos bovinos e lodo granular fosse capaz de remover concentrações de compostos fenólicos e consequentemente promover o aumento da produção de metano.

Syntrophobacter são bactérias que podem auxiliar na degradação de propionato ao longo do processo de tratamento, degradação esta explicitada por Wang *et al.*, 2021. É possível traçar um paralelo entre a abundância relativa deste gênero de bactérias com a produção de ácido propiônico no sistema, em que durante a 1^a fase estes microrganismos se apresentavam em abundâncias maiores, enquanto nas fases em diante se mostraram uma abundância relativa muito baixa comparada com a 1^a fase, observando também um aumento da concentração de propionato em ambas as fases comparadas com a 1^a fase, inferindo, portanto, a importância deste gênero na degradação deste composto.

Outro gênero interessante à ser citado é *Christensenellaceae_R-7_group*, sendo tipicamente encontrado no trato intestinal de gado, indo de acordo com o observado no presente estudo, estando relacionado a origem deste material (Liu *et al.*, 2023; Wu *et al.*, 2020).

6. CONCLUSÃO

A codigestão dos resíduos do processamento do café (polpa, casca e água residuária) com a água residuária da indústria cervejeira, utilizando consórcio microbiano misto proveniente de dejetos bovinos e lodo granular em reator EGSB, apresentou melhor desempenho operacional na 1^a fase, especialmente sob o TDH aplicado nesse período. Nesta condição, foram obtidos os maiores valores de remoção de matéria orgânica (97,41% de remoção de DQO) e de geração específica de metano (201 mL CH₄ g⁻¹ DQO removida), refletindo alta eficiência da codigestão e maior estabilidade do sistema em comparação com as fases subsequentes.

A avaliação da influência do TDH no desempenho do reator indicou que a redução desse parâmetro nas fases seguintes levou à instabilidade operacional, evidenciada pelo acúmulo de AGVs, principalmente no início da 2^a fase. Esse desequilíbrio exigiu a aplicação de agente tamponante após 13 dias, demonstrando que TDHs mais baixos comprometeram a estabilidade da digestão anaeróbia e a eficiência do processo. A eficiência na remoção de compostos fenólicos também foi afetada pelos diferentes TDHs. A 1^a fase apresentou a maior taxa de remoção (75%), enquanto as fases 2 e 3, operadas com maiores cargas orgânicas e menores TDHs, apresentaram reduções mais modestas (50% e 54,38%, respectivamente), indicando que condições mais estáveis favorecem o tratamento desses compostos recalcitrantes. A influência do TDH na composição da comunidade microbiana foi evidente. A 1^a fase apresentou predominância de arqueias metanogênicas acetoclásticas (principalmente *Methanosaeta*), o que está associado ao maior rendimento de CH₄ observado. Nas 2^a e 3^a fases, o predomínio deslocou-se para arqueias hidrogenotróficas (*Methanomassiliicoccus*, *Methanospirillum* e *Methanobacterium*) e para gêneros bacterianos síntrofos como *Syntrophorhabdus*, *Syntrophomonas* e *Pseudomonas*. Esse rearranjo microbiano, motivado pelas mudanças no TDH e pelo acúmulo de AGVs, reflete a adaptação da microbiota a condições menos estáveis do processo.

Em conjunto, esses resultados demonstram que o TDH é um fator determinante tanto para o desempenho do reator EGSB quanto para a estruturação da comunidade microbiana, reforçando o papel central desse parâmetro na otimização da codigestão dos resíduos do café e cervejaria visando a produção de biogás.

7. REFERÊNCIAS

- ADORNO, Angela. Development and validation of two methods to quantify volatile acids (C2-C6) by GC/FID: headspace (automatic and manual) and liquid-liquid extraction (LLE). **American Journal of Analytical Chemistry**, 2014.
- ALMEIDA, Leonardo Martins de. Prospecção tecnológica do aproveitamento dos resíduos de café pela indústria de biocombustíveis e energia. **TCC (Graduação)-Curso de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro**, 2021.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Water Environment Federation**, v. Centennia, n. 21th ed. American Water Works Association, 2017.
- ARANTES, Mabel Karina *et al.* Improvement of biohydrogen production from brewery wastewater: Evaluation of inocula, support and reactor. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 45, n. 8, p. 5216–5226, 2020.
- BADINO JUNIOR, Alberto Colli; CRUZ, Antônio José Gonçalves. **Reatores Químicos e Bioquímicos**. 2017.
- BANU, J. Rajesh *et al.* Biorefinery of spent coffee grounds waste: Viable pathway towards circular bioeconomy. **Bioresource technology**, v. 302, p. 122821, 2020.
- BARBOSA, Marcília Medrado *et al.* Evaluation of laboratory procedures to quantify the neutral detergent fiber content in forage, concentrate, and ruminant feces. **Journal of AOAC International**, v. 98, n. 4, p. 883-889, 2015.
- BERNAL, Andressa Picionieri; DE MENEZES, Camila Aparecida; SILVA, Edson Luiz. A new side-looking at the dark fermentation of sugarcane vinasse: improving the carboxylates production in mesophilic EGSB by selection of the hydraulic retention time and substrate concentration. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 46, n. 24, p. 12758-12770, 2021.
- BOE, Kanokwan *et al.* State indicators for monitoring the anaerobic digestion process. **Water research**, v. 44, n. 20, p. 5973-5980, 2010.
- BRASIL. Ministério da Agricultura e Pecuária. Anuário da Cerveja 2025 : ano referência 2024. / Ministério da Agricultura e Pecuária. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Vegetal. – Brasília : MAPA, 2025.
- BRUNO, Marcelo; OLIVEIRA, Roberto A. de. Tratamento anaeróbio de águas residuárias do beneficiamento de café por via úmida em reatores UASB em dois estágios. **Engenharia Agrícola**, v. 28, p. 364-377, 2008.
- BUCHANAN, Ian D.; NICELL, James A. Model development for horseradish peroxidase catalyzed removal of aqueous phenol. **Biotechnology and bioengineering**, v. 54, n. 3, p. 251-261, 1997.
- CALLAHAN, Benjamin J. *et al.* DADA2: High-resolution sample inference from Illumina amplicon data. **Nature methods**, v. 13, n. 7, p. 581-583, 2016.

CAMPBELL, B. S. *et al.* Anaerobic digestion of untreated and treated process water from the hydrothermal carbonisation of spent coffee grounds. **Chemosphere**, v. 293, p. 133529, 2022.

CAMPOS, Lorena Rodrigues; ANJOS, Monique; CAMMAROTA, Magali Christe. **SELEÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUOS SÓLIDOS PARA PRODUÇÃO DE BIOGÁS POR CODIGESTÃO ANAERÓBIA.**

CAN, Orhan Taner; GENGEC, Erhan; KOBYA, Mehmet. TOC and COD removal from instant coffee and coffee products production wastewater by chemical coagulation assisted electrooxidation. **Journal of Water Process Engineering**, v. 28, p. 28-35, 2019.

CARVALHO, Ana; FRAGOSO, Rita; DUARTE, Elizabeth. Improving waste-to-energy process by co-digestion of exhausted coffee biowaste and WWTP sludge. **Energy Procedia**, v. 136, p. 245-250, 2017.

CERVBRASIL. **PROCESSO DE PRODUÇÃO DA CERVEJA**. Associação Brasileira da Indústria da Cerveja. Disponível em: http://www.cervbrasil.org.br/novo_site/a-cerveja/. Acesso em: 23 de julho de 2023.

CHEN, Rong *et al.* Energy recovery potential of thermophilic high-solids co-digestion of coffee processing wastewater and waste activated sludge by anaerobic membrane bioreactor. **Bioresource Technology**, v. 274, p. 127-133, 2019a.

CHEN, Rong *et al.* Energy recovery potential of thermophilic high-solids co-digestion of coffee processing wastewater and waste activated sludge by anaerobic membrane bioreactor. **Bioresource Technology**, v. 274, p. 127-133, 2019b.

CHOPRA, Lalita *et al.* Extraction of cellulosic fibers from the natural resources: A short review. **Materials Today: Proceedings**, v. 48, p. 1265-1270, 2022.

CONAB. Acompanhamento da Safra Brasileira Café Safra 2º Levantamento. **Companhia Nacional de Abastecimento**, v. 12, n. 2. 2025.

Confederação Nacional da Indústria. Economia circular : oportunidades e desafios para a indústria brasileira / Confederação Nacional da Indústria. – Brasília : CNI, 2018.

CONSULTORIA, CETA. Jr. Aproveitamento de Resíduos na Indústria Cervejeira. Disponível em: <https://www.cetajrconsultoria.com/aproveitamento-de-residuos-na-industria-cervejeira>. Acesso em: 02 de agosto de 2023.

CORRO, Grisel *et al.* Generation of biogas from coffee-pulp and cow-dung co-digestion: Infrared studies of postcombustion emissions. **Energy conversion and Management**, v. 74, p. 471-481, 2013.

CRUZ-SALOMÓN, Abumalé *et al.* Evaluation of hydraulic retention time on treatment of coffee processing wastewater (CPWW) in EGSB bioreactor. **Sustainability**, v. 10, n. 1, p. 83, 2017.

CZEKALA, Wojciech *et al.* Waste-to-energy: Biogas potential of waste from coffee production and consumption. **Energy**, v. 276, p. 127604, 2023.

DE MENDONÇA, Henrique Vieira; OTENIO, Marcelo Henrique; DE PAULA, Vanessa

Romario. Digestão anaeróbia para produção de energia renovável. **Revista em Agronegócio e Meio Ambiente**, v. 14, n. 3, p. 793-805, 2021.

DE MENEZES, Camila Aparecida; SILVA, Edson Luiz. Hydrogen production from sugarcane juice in expanded granular sludge bed reactors under mesophilic conditions: The role of homoacetogenesis and lactic acid production. **Industrial Crops and Products**, v. 138, p. 111586, 2019.

DIAS, M. E. *et al.* Anaerobic digestion of hydrothermal liquefaction wastewater from spent coffee grounds. **Biomass and Bioenergy**, v. 148, p. 106030, 2021.

DOS SANTOS, Lívia Caroline *et al.* Production of biogas (methane and hydrogen) from anaerobic digestion of hemicellulosic hydrolysate generated in the oxidative pretreatment of coffee husks. **Bioresource Technology**, v. 263, p. 601-612, 2018.

DUBOIS, Michel *et al.* Colorimetric method for determination of sugars and related substances. **Analytical chemistry**, v. 28, n. 3, p. 350-356, 1956.

ESCM. GUIA BÁSICO PARA PRODUÇÃO DE CERVEJA. Disponível em: <https://cervejaemalte.com.br/blog/guia-basico-para-producao-de-cerveja/>. Acesso em: 22 de julho de 2023.

ESTEVAM, Andressa *et al.* Production of biohydrogen from brewery wastewater using *Klebsiella pneumoniae* isolated from the environment. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 9, p. 4276-4283, 2018.

FACHAGENTUR NACHWACHSENDE ROHSTOFFE E.V. (FNR). Guia Prático do Biogás - Geração e Utilização. **Probiogás**, p. 236, 2010.

FENG, Yue *et al.* Attachment and adhesion force between biogas bubbles and anaerobic granular sludge in the up-flow anaerobic sludge blanket. **Water Research**, v. 171, p. 115458, 2020.

FERREIRA, Bernardo Ornelas. Avaliação de um sistema de metanização de resíduos alimentares com vistas ao aproveitamento energético do biogás. **Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte**, 2015.

FRANCHI, RADAS; SILVA, BMRDA; BARBOSA, TGG. Mapeamento Patentário de Utilização de Resíduos do Café no Brasil, na América Latina e no Mundo. **Cadernos De Prospecção**, v. 15, n. 4, p. 1158-1176, 2022.

GARCIA JR, Alcides Diniz *et al.* Café solúvel: tratamento anaeróbio de despejos da produção. **Revista Ambiente**, v. 2, n. 1, p. 19-22, 1988.

GERON, Luiz Juliano Valério *et al.* Avaliação do teor de fibra em detergente neutro e ácido por meio de diferentes procedimentos aplicados às plantas forrageiras. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 35, n. 3, p. 1533-1542, 2014.

GOMES, Marina Mauro *et al.* Statistical optimization of methane production from brewery spent grain: Interaction effects of temperature and substrate concentration. **Journal of Environmental Management**, v. 288, p. 112363, 2021.

HE, Xia *et al.* Enhanced direct interspecies electron transfer and methane production during anaerobic digestion of fat, oil, and grease by coupling carbon-based conductive materials and exogenous hydrogen. **Bioresource Technology**, v. 364, p. 128083, 2022a.

HE, Yuqing *et al.* Enhanced brewery wastewater purification and microalgal production through algal-bacterial synergy. **Journal of Cleaner Production**, v. 376, p. 134361, 2022b.

HUACCHA CABRERA, Kyara Yuriko. **Digestão anaeróbia das águas resíduárias da produção de café solúvel**. 2022. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

IJANU, E. M.; KAMARUDDIN, M. A.; NORASHIDDIN, F. A. Coffee processing wastewater treatment: a critical review on current treatment technologies with a proposed alternative. **Applied Water Science**, v. 10, n. 1, p. 11, 2020.

JIANG, Y. *et al.* Inactivation of pathogens in anaerobic digestion systems for converting biowastes to bioenergy: a review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 120, p. 109654, 2020.

KAMPIOTI, Anastasia; KOMILIS, Dimitrios. Anaerobic co-digestion of coffee waste with other organic substrates: A mixture experimental design. **Chemosphere**, v. 297, p. 134124, 2022.

KANEHISA, Minoru; SATO, Yoko; MORISHIMA, Kanae. BlastKOALA and GhostKOALA: KEGG tools for functional characterization of genome and metagenome sequences. **Journal of molecular biology**, v. 428, n. 4, p. 726-731, 2016.

KIM, Jaai *et al.* Anaerobic co-digestion of spent coffee grounds with different waste feedstocks for biogas production. **Waste Management**, v. 60, p. 322-328, 2017.

KIMISTO, Allan K. *et al.* Molecular characterization of microorganisms with industrial potential for methane production in sludge from Kangemi sewage treatment plant, Nyeri county-Kenya. **Heliyon**, v. 9, n. 5, 2023.

KUMAR, Vinay *et al.* Bioengineering of biowaste to recover bioproducts and bioenergy: a circular economy approach towards sustainable zero-waste environment. **Chemosphere**, v. 319, p. 138005, 2023.

KUNZ, Airton; STEINMETZ, Ricardo Luis Radis; DO AMARAL, André Cestonaro. Fundamentos da digestão anaeróbia, purificação do biogás, uso e tratamento do digestato. Concórdia: Sbera: Embrapa Suínos e Aves, 2019.

LEI, Zhen *et al.* Characterization of microbial evolution in high-solids methanogenic co-digestion of canned coffee processing wastewater and waste activated sludge by an anaerobic membrane bioreactor. **Journal of Cleaner Production**, v. 232, p. 1442-1451, 2019.

LEITE, Juliana Gomes Barreto Souza *et al.* Co-digestão anaeróbia de manipueira, casca de café e esterco bovino: Um estudo de otimização do processo de metanização. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 1, p. 1334-1355, 2021.

LI, Wangliang. Anaerobic digestion via codigestion strategies for production of bioenergy. **Biomass, Biofuels, Biochemicals**, p. 233-252, 2022.

LI, Yajie *et al.* Enhanced phenols removal and methane production with the assistance of graphene under anaerobic co-digestion conditions. **Science of the Total Environment**, v. 759, p. 143523, 2021.

LIANG, Muxiang *et al.* Achieving efficient methane production from protein-rich organic waste in anaerobic digestion: Using conductive materials or regulating inoculum-to-substrate ratios?. **Bioresource Technology**, v. 385, p. 129473, 2023.

LIANG, Zhiwei *et al.* Genome-centric metagenomic insights into the impact of alkaline/acid and thermal sludge pretreatment on the microbiome in digestion sludge. **Applied and environmental microbiology**, v. 86, n. 23, p. e01920-20, 2020.

LIU, Chun-Min; WU, Shu-Yii. From biomass waste to biofuels and biomaterial building blocks. **Renewable Energy**, v. 96, p. 1056-1062, 2016.

LIU, Zihao *et al.* Effects of combined addition of 3-nitrooxypropanol and vitamin B12 on methane and propionate production in dairy cows by in vitro-simulated fermentation. **Journal of Dairy Science**, v. 106, n. 1, p. 219-232, 2023.

LONG, Sha *et al.* Multiple roles of humic substances in anaerobic digestion systems: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 418, p. 138066, 2023.

MARIA, Mariana Pires *et al.* Current advances in the brewery wastewater treatment from anaerobic digestion for biogas production: A systematic review. **Environmental Advances**, v. 13, p. 100394, 2023.

MAUS, Irena *et al.* Complete genome sequence of the hydrogenotrophic archaeon *Methanobacterium* sp. Mb1 isolated from a production-scale biogas plant. **Journal of biotechnology**, v. 168, n. 4, p. 734-736, 2013.

MCLAREN, Michael R.; CALLAHAN, Benjamin J. Silva 138.1 prokaryotic SSU taxonomic training data formatted for DADA2. **Zenodo**, v. 10, p. 5281, 2021.

MONTOYA, Alejandra Carolina Villa. **Avaliação das características físico-químicas e microbiológicas da produção de hidrogênio e homoacetogênese a partir de resíduos do processamento de café.** 2019. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

MONTOYA, Alejandra Carolina Villa *et al.* Hydrogen, alcohols and volatile fatty acids from the co-digestion of coffee waste (coffee pulp, husk, and processing wastewater) by applying autochthonous microorganisms. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 44, n. 39, p. 21434-21450, 2019.

MONTOYA, Alejandra Carolina Villa *et al.* Improving the hydrogen production from coffee waste through hydrothermal pretreatment, co-digestion and microbial consortium bioaugmentation. **Biomass and Bioenergy**, v. 137, p. 105551, 2020.

MOURA, Alana Gandra Lima de. **Remoção de surfactante de água residuária de lavanderia comercial em co-digestão com esgoto doméstico em reator anaeróbio escala piloto.** 2017. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

NASCIMENTO, Larissa Almeida. **Co-digestão de biomassa residual de microalga com água residuária do processamento do café.** 2022.

NGO, Xuan Thuy *et al.* Method taking into account process dispersion to detect hardware Trojan Horse by side-channel analysis. **Journal of Cryptographic Engineering**, v. 6, n. 3, p. 239-247, 2016.

NGUYEN, Duc; KHANAL, Samir Kumar. A little breath of fresh air into an anaerobic system: How microaeration facilitates anaerobic digestion process. **Biotechnology advances**, v. 36, n. 7, p. 1971-1983, 2018.

NING, Zhifang *et al.* Anaerobic digestion of lipid-rich swine slaughterhouse waste: Methane production performance, long-chain fatty acids profile and predominant microorganisms. **Bioresource technology**, v. 269, p. 426-433, 2018.

OGEJO, Jactone Arogo *et al.* Biomethane technology. 2009.

OLAJIRE, Abass A. The brewing industry and environmental challenges. **Journal of cleaner production**, v. 256, p. 102817, 2020.

OWUSU-AGYEMAN, Isaac; PLAZA, Elzbieta; CETECIOGLU, Zeynep. Long-term alkaline volatile fatty acids production from waste streams: Impact of pH and dominance of Dysgomonadaceae. **Bioresource Technology**, v. 346, p. 126621, 2022.

PAN, Xiaofang *et al.* Carbon-and metal-based mediators modulate anaerobic methanogenesis and phenol removal: Focusing on stimulatory and inhibitory mechanism. **Journal of hazardous materials**, v. 420, p. 126615, 2021.

PANDEY, Ashok *et al.* Biotechnological potential of coffee pulp and coffee husk for bioprocesses. **Biochemical Engineering Journal**, v. 6, n. 2, p. 153-162, 2000.

PASSOS, Fabiana *et al.* Anaerobic co-digestion of coffee husks and microalgal biomass after thermal hydrolysis. **Bioresource technology**, v. 253, p. 49-54, 2018.

PENTEADO, Eduardo Dellosso *et al.* Influence of seed sludge and pretreatment method on hydrogen production in packed-bed anaerobic reactors. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 38, n. 14, p. 6137-6145, 2013.

PÉREZ-PÉREZ, Tania *et al.* Performance of EGSB reactor using natural zeolite as support for treatment of synthetic swine wastewater. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 1, p. 104922, 2021.

PIN, Bruno Vasconcelos da Rosa. Aproveitamento energético do biogás da digestão anaeróbia da água residuária do café no Sul de Minas Gerais. 2018.

RESTREPO, Juan Camilo Pires Salcedo *et al.* Codigestão anaeróbia de lodo de flotador do abate de frangos e caldo de cana-de-açúcar. 2019.

RIPLEY, Leonard E.; BOYLE, Willian C.; CONVERSE, James C. Improved alkalimetric monitoring for anaerobic digestion of high-strength wastes. **Journal (Water Pollution Control Federation)**, p. 406-411, 1986.

ROMERO, I. *et al.* Acid hydrolysis of olive tree biomass. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 88, n. 5-6, p. 633-640, 2010.

ROSSI, Elena *et al.* Plug-flow reactor for volatile fatty acid production from the organic fraction of municipal solid waste: influence of organic loading rate. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 10, n. 1, p. 106963, 2022.

SELVANKUMAR, Thangaswamy *et al.* Process optimization of biogas energy production from cow dung with alkali pre-treated coffee pulp. **3 Biotech**, v. 7, n. 4, p. 254, 2017.

SHI, Jiangjian *et al.* Impact of substrate digestibility on microbial community stability in methanogenic digestors: the mechanism and solution. **Bioresource Technology**, v. 352, p. 127103, 2022.

SIDDIQUE, Tariq *et al.* Methanogenic biodegradation of iso-alkanes and cycloalkanes during long-term incubation with oil sands tailings. **Environmental Pollution**, v. 258, p. 113768, 2020.

SILVA, Fabrícia MS *et al.* Hydrogen and methane production in a two-stage anaerobic digestion system by co-digestion of food waste, sewage sludge and glycerol. **Waste Management**, v. 76, p. 339-349, 2018.

SILVA, Marcela Cristina Prado. Avaliação de lodo anaeróbio e dejeto bovino como potenciais inóculos para partida de digestores anaeróbios de resíduos alimentares. 2014.

SILVA, Wesley Douglas Oliveira; MORAIS, Danielle Costa. Transitioning to a circular economy in developing countries: A collaborative approach for sharing responsibilities in solid waste management of a Brazilian craft brewery. **Journal of Cleaner Production**, v. 319, p. 128703, 2021.

SONG, Chunfeng *et al.* Combination of brewery wastewater purification and CO₂ fixation with potential value-added ingredients production via different microalgae strains cultivation. **Journal of Cleaner Production**, v. 268, p. 122332, 2020.

SOUSA, Sílvia da Silva. **Valorização energética de borras de cereais e café através da codigestão anaeróbia com chorume de porco**. 2016. Tese de Doutorado. ISA-UL.

SUN, Meng *et al.* Effects of low pH conditions on decay of methanogenic biomass. **Water research**, v. 179, p. 115883, 2020.

THAUER, Rudolf K. *et al.* Methanogenic archaea: ecologically relevant differences in energy conservation. **Nature Reviews Microbiology**, v. 6, n. 8, p. 579-591, 2008.

TOGO, Amadou Hamidou *et al.* Culture of methanogenic archaea from human colostrum and milk. **Scientific Reports**, v. 9, n. 1, p. 18653, 2019.

USMAN, Muhammad *et al.* Microbial insights towards understanding the role of hydrochar in alleviating ammonia inhibition during anaerobic digestion. **Chemical Engineering Journal**, v. 419, p. 129541, 2021.

VELASQUEZ-PINAS, Jean Agustín *et al.* Circular bioeconomy of coffee industries: Energy and techno-economic approach based on biogas and biomethane production. **Journal of Cleaner Production**, v. 418, p. 138045, 2023.

- WALKER, Mark *et al.* Potential errors in the quantitative evaluation of biogas production in anaerobic digestion processes. **Bioresource technology**, v. 100, n. 24, p. 6339-6346, 2009.
- WANG, Miao *et al.* A comparative study on Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of different total solid content sludges produced in a long sludge-retention-time system. **Results in Engineering**, v. 19, p. 101228, 2023.
- WANG, Qunhui *et al.* Degradation of volatile fatty acids in highly efficient anaerobic digestion. **Biomass and Bioenergy**, v. 16, n. 6, p. 407-416, 1999.
- WANG, Tao *et al.* Novel insights into the anaerobic digestion of propionate via Syntrophobacter fumaroxidans and Geobacter sulfurreducens: process and mechanism. **Water Research**, v. 200, p. 117270, 2021.
- WEI, Yufang *et al.* Effects of organic loading rate and pretreatments on digestion performance of corn stover and chicken manure in completely stirred tank reactor (CSTR). **Science of the Total Environment**, v. 815, p. 152499, 2022.
- WEMHEUER, Franziska *et al.* Tax4Fun2: prediction of habitat-specific functional profiles and functional redundancy based on 16S rRNA gene sequences. **Environmental microbiome**, v. 15, n. 1, p. 11, 2020.
- WU, Yujun *et al.* Maternal supplementation with combined galactooligosaccharides and casein glycomacropeptides modulated microbial colonization and intestinal development of neonatal piglets. **Journal of Functional Foods**, v. 74, p. 104170, 2020.
- YANGIN-GOMEĆ, Cigdem; OZTURK, Izzet. Effect of maize silage addition on biomethane recovery from mesophilic co-digestion of chicken and cattle manure to suppress ammonia inhibition. **Energy Conversion and Management**, v. 71, p. 92-100, 2013.
- ZAN, Feixiang *et al.* “Food waste-wastewater-energy/resource” nexus: integrating food waste management with wastewater treatment towards urban sustainability. **Water Research**, v. 211, p. 118089, 2022.
- ZHANG, Qianyi *et al.* Thermophilic co-digestion of blackwater and organic kitchen waste: Impacts of granular activated carbon and different mixing ratios. **Waste Management**, v. 131, p. 453-461, 2021.
- ZHANG, Wei *et al.* No difference in inhibition among free acids of acetate, propionate and butyrate on hydrogenotrophic methanogen of *Methanobacterium formicum*. **Bioresource technology**, v. 294, p. 122237, 2019.
- ZHANG, Wanli *et al.* Links between synergistic effects and microbial community characteristics of anaerobic co-digestion of food waste, cattle manure and corn straw. **Bioresource technology**, v. 329, p. 124919, 2021.
- ZHANG, Wanli; XING, Wanli; LI, Rundong. Real-time recovery strategies for volatile fatty acid-inhibited anaerobic digestion of food waste for methane production. **Bioresource Technology**, v. 265, p. 82-92, 2018.