

II-339 - CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E ANÁLISE FITOTOXICOLÓGICA EM AMOSTRAS DE LODO DE ESGOTO

Sara Vaccaro⁽¹⁾

Tecnóloga em Controle Ambiental pela Faculdade de Tecnologia da Unicamp. Graduanda em Tecnologia em Saneamento Ambiental pela Faculdade de Tecnologia da Unicamp.

Maraline Conservani Klingohr Zanata

Tecnóloga em Saneamento Ambiental pela Universidade Estadual de Campinas (Unicamp). Mestra em Tecnologia e inovação pela Unicamp. Docente no Isca faculdades para o curso de Engenharia ambiental.

Amauri Alcântara Bueno

Tecnólogo em Controle Ambiental pela Faculdade de Tecnologia da Unicamp, Analista Ambiental na Empresa Avanth Ambiental.

Geraldo Dragoni Sobrinho

Tecnólogo Sanitário pela Universidade Estadual de Campinas (Unicamp). Mestra em Engenharia Civil pela Unicamp. Técnico no laboratório de físico-químico da Faculdade de Tecnologia da Unicamp.

Marta Siviero Guilherme Pires

Bióloga, Mestre em Engenharia Civil, Doutor em Engenharia Civil. Professora da Faculdade de Tecnologia da Unicamp.

Endereço⁽¹⁾: Rua Viena, 68 – Jd. Europa II - Indaiatuba - SP - CEP: 13331-089 - Brasil- Tel: +55 (19) 988207608 - e-mail: sarav92@gmail.com

RESUMO

O sistema de coleta e tratamento de esgoto no Brasil ainda atinge uma porcentagem muito baixa da população. Mas a tendência é que esse sistema seja ampliado, com o aumento do tratamento de esgoto, consequentemente há o aumento de lodo de esgoto, resíduo gerado no tratamento. Com isso surge um novo problema, a destinação final deste resíduo, o qual é necessário tomar cuidados essenciais para que não cause danos ao meio ambiente. Existem diversas formas de destinação final do lodo, a mais utilizada no Brasil, é o envio para aterro sanitário, entretanto a disposição agrícola é uma forma de reutilizá-lo e muito favorável para ambos os lados, tanto ao que remete e ao receptor. Embora suas características em riqueza de nutrientes sejam muito visadas, deve haver uma preocupação com a possível presença de metais, patógenos e compostos orgânicos persistentes são fatores que podem provocar impactos ambientais negativos, os critérios e procedimentos para disposição agrícola do lodo são dispostos na Resolução CONAMA 375/06. O presente estudo teve como objetivo a caracterização físico-química das amostras de lodo de esgoto de 4 ETE's distintas, com predominância de esgoto doméstico. Foram monitorados os parâmetros: pH, Umidade, Sólidos Totais, Sólidos Voláteis, Carbono Orgânico, Nitrogênio Total, Nitrogênio Amoniacal, Nitrito + Nitrato, Fósforo Total, Potássio Total, Sódio Total, Enxofre Total, Cálcio Total, Magnésio Total, além de avaliar a toxicidade com testes utilizando sementes de mostarda (*Sinapsis alba*). Foram avaliados 4 lodos de esgoto, provenientes de diferentes ETE's. Os resultados obtidos nas análises foram comparados com os valores de referência presentes na resolução CONAMA 375/2006, para se determinar se estão de acordo com as concentrações máximas permitidas para o solo, segundo a referida norma. Diferenças significativas puderam ser notadas nos ensaios de fitotoxicidade nos diferentes lodos das ETE's.

PALAVRAS-CHAVE: Fitotoxicidade, toxicidade do lodo, biossólidos, aproveitamento agrícola, testes com sementes.

INTRODUÇÃO

O resíduo gerado ao final do tratamento de esgotos é denominado "lodo". Nos processos biológicos de tratamento, parte da matéria orgânica é absorvida e convertida, fazendo parte da biomassa microbiana, denominada de forma genérica de lodo biológico ou secundário, sendo sua maior parte composta por sólidos biológicos. Biossólido é um termo utilizado quando as características do lodo admitem seu uso agrícola (ANDREOLI *et al.*, 2006).

O gerenciamento dos resíduos sólidos oriundos de estações de tratamento de esgotos é considerado uma atividade de alta complexidade e elevado custo, se esta for executada de forma errada, pode comprometer os benefícios ambientais e sanitários almejados destes sistemas (VIEIRA *et al.*, 2011).

A aplicação do lodo de esgoto doméstico aos solos agrícolas, para fins de fertilização de culturas, complementa o serviço de saneamento, permitindo que parte desses possa ser utilizado adequadamente como insumo dentro do sistema. Sendo assim, se esses resíduos receberem adequada higienização e tratamento, poderão ser aplicados ao campo, completando o ciclo dos nutrientes neles contidos (SERRAT, *et al.*, 2009).

De acordo com ALVARENGA *et al.*, (2006), em função da necessidade de proteção do solo agrícola, tem-se como recomendação para avaliação da periculosidade do lodo de esgoto, o teste de inibição de crescimento de raiz e germinação de semente.

A utilização de plantas em testes de toxicidade oferece vantagem sobre a utilização de outros organismos, pelo baixo custo, facilidade de manipulação e estocagem, além de oferecerem boa correspondência com outros bioensaios, podendo por isso ser utilizado para complementar a avaliação de qualidade dos lodos de esgoto (VALERIO *et al.*, 2007).

Pouco se conhece ainda sobre a relação entre as características da matéria orgânica do lodo de esgoto e as taxas de degradação após aplicação no solo (ANDRADE, 2004). Deste modo a respirometria tem um papel significativo para avaliar também as características e reações do emprego do lodo de esgoto no solo e determinar a frequência de aplicação de lodo sem causar danos ao solo.

Portanto, há necessidade de estudar, monitorar o lodo e seus componentes para a aplicação de forma correta na agricultura, e que esta não seja prejudicial.

MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras de lodo de esgoto foram coletadas em quatro diferentes estações de tratamento de esgoto no interior do estado de São Paulo. Dessas, 3 delas retiradas logo após o processo de desidratação do lodo e uma estava acondicionada em “BAGs” por aproximadamente quatro meses.

Observação: As estações foram nomeadas como “A, B, C e D” porque as estações de tratamento de esgoto (ETEs) solicitaram a ocultação de seus nomes, pois algumas análises podem conter erros na parte experimental e futuramente prejudicar o nome das mesmas.

As principais características da Estação de Tratamento de esgoto amostradas e sua geração de lodo foram descritos na Tabela 1

Tabela 1-Principais características das ETEs amostradas e do lodo gerado.

ESTAÇÃO	A	B	C	D
Nº DE HABITANTES ATENDIDOS PELA ESTAÇÃO	30.556	148.000	38.167	254.274
VAZÃO DO ESGOTO (L/S)	240	520	130	1200
SISTEMAS DE TRATAMENTO	Reator UASB seguido de filtros biológicos percoladores e decantadores secundários	Filtros biológicos percoladores e decantadores secundários	Lodos ativados com aeração prolongada	Reator UASB seguido de floculação química e flotores por ar dissolvido
GERAÇÃO DE LODO	3,1 t/dia	13 t/dia	14 t/dia	25 t/dia
PÓS - TRATAMENTO DO LODO	Desidratação por filtro-prensa	Biodigestor (30 a 40 dias) + desidratação por centrifuga	Desidratação por centrifuga	Desidratação por centrífuga
DESTINAÇÃO FINAL DO LODO	Aterro sanitário	Aterro sanitário	Aterro sanitário	Aterro sanitário
TEOR DE SÓLIDOS NO LODO (%)	21%	30-35%	14%	25%

*não informado

METODOLOGIA

As coletas de lodo foram realizadas com o auxílio de uma pá; e, o material coletado foi acondicionado em sacos plásticos atóxicos, potes de plástico ou vidro, conforme a necessidade de cada teste. As análises químicas foram realizadas com o lodo *in natura*. No total foram coletas 4 amostras de lodos de diferentes ETE.

Após a realização das coletas, os lodos foram encaminhados ao Laboratório Físico- Químico em Limeira, na Faculdade de Tecnologia da Unicamp, e foram iniciadas as análises como pH, umidade, condutividade, sólidos voláteis, nitrogênio total e na forma amoniacal e na forma nitrato/nitrato, com as metodologias indicadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Metodologias para as análises químicas.

Parâmetros	Metodologias
pH em água (1:10)	Camargo <i>et al.</i> (1986)
Umidade	APHA (2005)
Sólidos totais	APHA (2005)
Sólidos voláteis	APHA (2005)
Nitrogênio total	Raij <i>et al.</i> (2001)
Nitrogênio Amoniacal	Raij <i>et al.</i> (2001)
Nitrito + Nitrato	Raij <i>et al.</i> (2001)

Os parâmetros Carbono Orgânico Total, Fósforo Total, Sódio Total, Magnésio Total, Cálcio Total, Potássio Total e Enxofre Total, foram analisados no Laboratório de Fertilizantes e Resíduos do Instituto Agrônomo de Campinas (IAC) que tem os parâmetros de interesse acreditado pela ISO/IEC 17025 em atendimento à Resolução CONAMA 375/2006.

Para análise do extrato aquoso do lodo, foi utilizada a metodologia de preparo extrato aquoso seguiu-se o procedimento proposto por MATTHEWS e HASTINGS(1987) com pequenas alterações.

Inicialmente as amostras de lodo foram secas à 63°C, em estufa, até peso constante, triturada em moinhos de faca e em seguida homogeneizada. Após a homogeneização foram pesadas 100g de amostra de lodo e adicionado 400mL de água ultra pura. O extrato aquoso foi disposto em recipiente apropriado e colocado sob agitação em “Tumbler” (30 rpm) durante 22 horas (+ou -2h). Após agitação, a solução foi centrifugada por 30 minutos a 3500 rpm, e filtrada quando necessário.

O teste de toxicidade com *Sinapsis Alba* foi realizado seguindo a Norma U.S. EPA “Ecological Effects Test Guidelines” OPPTS 850.4200 – Seed Germination/Root Elongation Toxicity Test (USEPA, 1996). A semente utilizada foi mostarda branca - *Sinapsis Alba*.

No teste foi preparado um controle (água deionizada) e sete concentrações da amostra e foram realizadas em triplicata. Foi colocado em cada placa de Petri um papel de filtro, e as placas foram identificadas com as concentrações e amostra correspondente, data de início e termino do experimento. O papel de filtro foi saturado com 4 mL das amostras das quais foram testadas. Com auxílio de pinça foi colocado em cada placa 20 sementes. A placa foi fechada para não ocorrer perda de umidade, sendo incubada na ausência de luz por 120 horas (5 dias) a temperatura de 22°C. Após as 120 horas foram medidas o comprimento das raízes de cada plântula correspondente a cada concentração. Foram quantificados o número de sementes não germinadas e a porcentagem de variação de crescimento das raízes. O gráfico dose – resposta foi calculado verificando a variação da porcentagem de inibição em cada concentração testada, com isso foi possível encontrar a concentração que inibe 50% CE/CI50 para cada amostra.

Os resultados foram avaliados de acordo com TAM & TIQUIA (1994), sendo determinada a germinação relativa das sementes, alongamento relativo das raízes e índice de germinação.

A respirometria foi utilizada para acompanhar a biodegradação do lodo. O método é usado para avaliar a atividade microbológica de um solo, através da medida do CO₂ gerado no processo de degradação da matéria orgânica. Este ensaio permite estimar o tempo para a estabilização de um resíduo orgânico, quando este é

lançado no solo. O ensaio foi realizado segundo ABNT NBR 14.283 (1999). Os respirômetros foram montados em triplicata para cada concentração, para o controle (apenas solo), e para o lodo (apenas lodo).

O teor de lodo aplicado foi calculado utilizando como referência ANDRADE, *et al.* (2013), onde utilizou-se 80kg/ha de lodo, este foi adaptado para o respirômetro.

O Nitrogênio disponível de cada lodo foi levado em consideração para a realização do cálculo.

As doses utilizadas de lodo estão apresentadas na tabela 3

Tabela 3- Valores utilizados de lodo nos respirômetros

	ESTAÇÃO C	ESTAÇÃO D
DOBRO (G)	3,22	5,93
PADRÃO (G)	1,61	2,96
METADE (G)	0,81	1,48

RESULTADOS

Para a caracterização do potencial agrônomo das amostras de lodo de esgoto das quatro ETE, foram realizadas análises físicas e químicas no lodo bruto, cujos resultados estão representados nas Tabelas 4 e 5.

Tabela 4- Características físicas e químicas das amostras de lodo de esgoto, em base seca.

Parâmetros	A	B	C	D
Umidade %	79,4	59,8	87,8	76,9
Sólidos totais (S.T.) % (m/l)	20,6	40,2	12,2	23,1
Sólidos voláteis (S.V.) % (m/m)	59,2	34,0	75,9	57,5
S.V./S.T.	2,87	0,85	6,20	2,49
pH (1:5)	7,68	7,77	6,45	7,52
C.E. (1:10) µs/cm	182,0	635,0	165,8	137,4

Segundo Pinto (2001), O valor ideal para umidade está na faixa de 50% a 60%. Entre os resultados obtidos a estação “B” (Tabela 4) é a única que se enquadra nessa faixa, o fato de a amostra estar em “bag” promoveu uma maior desidratação desse lodo.

Todas as amostras de lodo de esgoto foram consideradas não estáveis, pois os valores da relação entre sólidos voláteis e sólidos totais foram maiores que 0,70, podendo apresentar geração de odores e atração de vetores para o uso agrícola (BRASIL, 2006).

Na Tabela 5 são apresentados os resultados para os parâmetros químicos analisados nos lodos das 4 ETE

Tabela 5- Resultados das análises químicas das amostras de lodo de esgoto, em base seca.

Parâmetros	A	B	C	D
NH_4^+ g Kg^{-1} seco	0,37	0,99	0,12	0,32
Nitrato + Nitrito g Kg^{-1} seco	0,034	0,064	0,027	0,036
N total g Kg^{-1} seco	36,93	12,48	61,90	33,55
Nitrogênio disponível g Kg^{-1} seco	14,84	2,86	24,80	13,49
Carbono Orgânico g Kg^{-1} seco	352	112	309	335
Carbono/Nitrogênio	8/1	8/1	4/1	8/1
P g Kg^{-1} seco	3,7	4,3	20,7	25,7
Mg total g Kg^{-1} seco	1,9	0,77	3,9	1,3
Ca total g Kg^{-1} seco	5,9	4,5	3,7	13,1
K total g Kg^{-1} seco	1,0	0,95	6,7	0,56
S total g Kg^{-1} seco	15,8	8,9	6,8	54,3
Na total g Kg^{-1} seco	0,68	0,084	1,04	0,75

De acordo com a Tabela 5 , os valores de nitrogênio total variaram de 12,48 a 61,90 g Kg^{-1} , esses valores estão de acordo com os valores encontrados nos lodos de ETE de São Paulo e Paraná (BETTIOL & CAMARGO, 2006).

Para ser considerado adequado para a disposição final, a relação C/N deverá estar na faixa de 10 a 20 (PINTO, 2001), como é possível observar nenhuma das estações se enquadram nesta faixa. Entretanto de acordo com Carvalho (2002), no lodo de esgoto, a relação C/N é baixa, e geralmente se encontra numa faixa entre 7/1 a 10/1 o que confere com a maioria dos resultados obtidos. Ainda segundo Pinto (2001), há possibilidade de realizar o ajuste desta relação quando esta é baixa, com a introdução de outras fontes de carbono, uma vez que o lodo tem relação C/N muito baixa.

Foi utilizado para a realização dos testes de Fitotoxicidade o extrato aquoso, em sementes de Mostarda (*Sinapsis alba*) apresentados na Tabela 6

Tabela 6- Resultados do teste de Fitotoxicidade em semente de Mostarda (*Sinapsis alba*).

Extrato Aquoso Filtrado								
	A		B		C		D	
Mostarda	CE50(%)	CL50(%)	CE50(%)	CL50(%)	CE50(%)	CL50(%)	CE50(%)	CL50(%)
	37,59	34,36	58,11	56,97	61,85	54,09	20,66	19,20

Extrato Aquoso Sem Filtrar								
Mostarda	CE50(%)	CL50(%)	CE50(%)	CL50(%)	CE50(%)	CL50(%)	CE50(%)	CL50(%)
	41,56	39,19	100	100	42	57,35	100	74,8

CE: Concentração efetiva mediana, que causa 50% de inibição no alongamento das raízes.

CL: Concentração letal, que causa 50% de inibição da germinação das sementes.

A estação “D” foi a que apresentou maior inibição no alongamento das raízes e na germinação de sementes no extrato aquoso filtrado. Para o extrato aquoso sem filtrar a estação “A” foi a que apresentou maior inibição no alongamento das raízes e na germinação de sementes. O extrato aquoso sem filtrar apresentou menor toxicidade se comparado ao extrato aquoso filtrado, possivelmente alguns nutrientes essenciais para a germinação e alongamento das raízes ficaram retidos no filtro.

Como é possível observar na Figura 1 houve tendência de aumento de CO₂ acumulado nos respirômetros com mistura solo-lodo, em todo o período analisado indicando atividade metabólica dos micro-organismos.

Segundo Brady e Weil (2002), valores baixos da relação C/N podem ser o indicativo de uma rápida mineralização da Matéria Orgânica dos bio sólidos após aplicação no solo, o que condiz com o valor encontrado para o Lodo C, sendo este 4/1.

Entre o 19º e o 21º dias é possível notar o início da estabilização microbiana, conhecida como “fase estacionária”.

De modo geral, nota-se que as misturas “solo+lodo”, mesmo em diferentes concentrações, mantiveram quase que todo o período características muito semelhantes entre si, e em comparação ao controle (apenas solo), essa característica pode ser decorrência de uma estabilização do lodo, devido este ter sido armazenado em balde por um período aproximado de 2 meses.

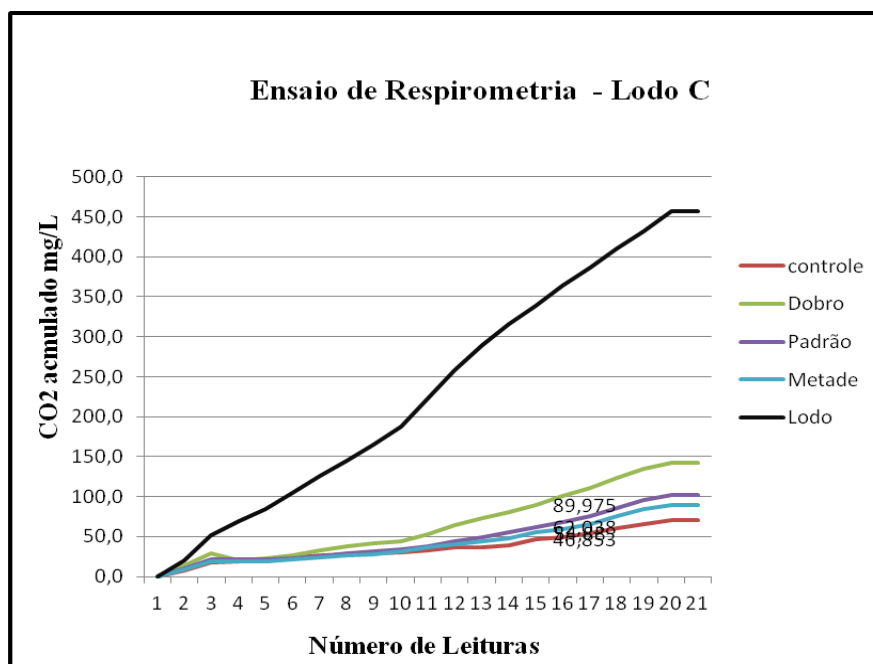


Figura1- Resultado do Teste de Respirometria do Lodo C

Assim como o lodo anterior, com aumento da concentração e aplicação do lodo, ocorre um aumento da atividade microbiana, exceto, para o respirômetro que continha apenas lodo, nesse caso houve um decréscimo (Figura 2).

Após o 17º dia aproximadamente, a atividade microbiana se intensificou em todos os respirômetros com a mistura solo-lodo. E ainda é possível avaliar que a atividade microbiana aumenta com a aplicação de doses crescentes do lodo.

Entre o 39º e o 40º dias é possível notar o início da estabilização microbiana, conhecida como “fase estacionária”, para a mistura solo+ lodo e controle, exceto para o Lodo.

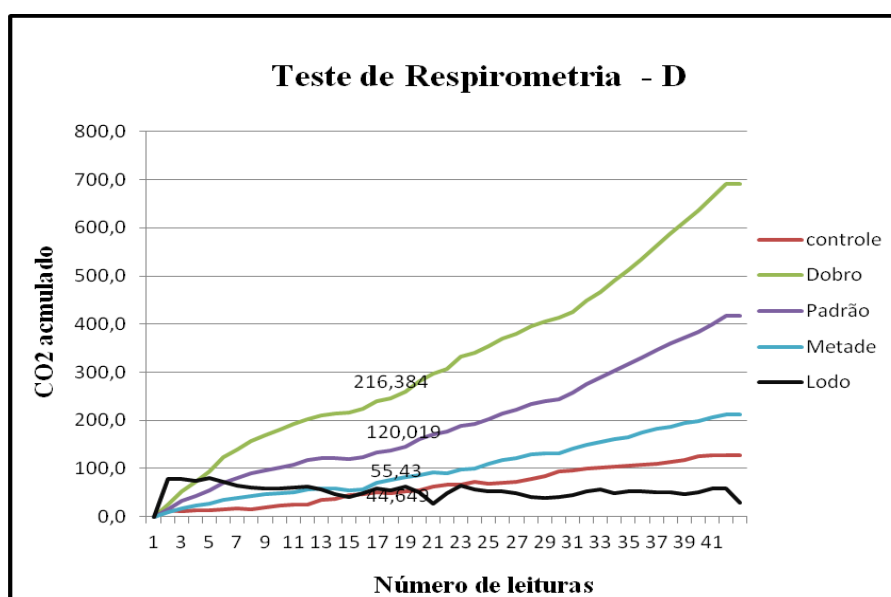


Figura 2 - Resultado do Teste de Respirometria do Lodo D

CONCLUSÕES

- As diferentes amostras não se apresentam estáveis de acordo com o valor estabelecido pela CONAMA 375/06.
- Ainda que as amostras não se enquadrem no parâmetro de estabilidade, as mesmas apresentam um potencial agrônomo.
- A partir dos resultados obtidos, é notável que quanto mais tempo o lodo teve para “degradar-se”, mais estável e com características ideais para aplicação, este alcançou.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANDRADE, Cristiano Alberto de . Universidade de São Paulo- Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz". **Fração Orgânica de Biossólidos e Efeito no Estoque de Carbono e Qualidade da Matéria Orgânica de um Latossolo Cultivado com Eucalipto**. Tese de Doutorado. Piracicaba- SP. 2004.
2. ANDRADE, *et al.* **Mineralização do carbono e do nitrogênio no solo após sucessivas aplicações de lodo de esgoto**. Brasília- DF. 2013.
3. ANDREOLI, C.V., *et al.*, - **Uso de lodo de esgoto na produção de substrato vegetal**. In: biossólidos-alternativas de uso de resíduos do saneamento. Rio de Janeiro, 2006.
4. ALVARENGA, P. **Evaluation of Chemical and Ecotoxicological Characteristics of Biodegradable Organic Residues for Application to Agricultural Land**. Environ Int, 2006.
5. APHA/AWWA/WEF. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 21^a ed. Washington: American Public Health Association. 1082p. 2005.
6. Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT NBR 14283 **Resíduos em solos - determinação da biodegradação pelo método respirométrico**, Rio de Janeiro, RJ, 8p.
7. BETTIOL, W., CAMARGO, O.A.- **A disposição de Lodo de Esgoto em Solo Agrícola** In: Lodo de Esgoto- Impactos Ambiental na Agricultura, Capítulo 02. Embrapa Meio Ambiente, Jaguariuna-SP, 2006.
8. BRADY, N.: WEAIL R.R. **The nature and properties of soils**. 13 ed. Upper Saddle River: Prentice Hall, 2002.
9. BRASIL. **Resolução CONAMA Nº 375/2006** -"Define critérios e procedimentos, para o uso agrícola de lodos de esgoto gerados em estações de tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados, e dá outras providências" - Data da legislação: 29/08/2006 -Publicação DOU: 30/08/2006. Brasília (DF), 2006a. 30 ago. Seção n.167, seção 1, p.141-146.
10. CARVALHO, Paulo De Campos Torres- **Compostagem** In: Biossólidos na Agricultura. Capítulo 06. São Paulo- ABES/SP,2002.
11. EMBRAPA. **Manual de Análises Químicas de Solos, Plantas e Fertilizantes**. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.
12. MATTHEWS, J.E.; HASTINGS, L., **Evaluation of Toxicity Test Procedure for Screening Treatability Potencial of Waste in Soil**. Toxicity Assessment: An International Quarterly, v.2, p. 265-281, 1987.
13. RAIJ, van B.; *et al.*, **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: IAC, 2001. 285p
14. SERRAT, B.M., *et al.*- **Disposição de resíduos na agricultura: lodo de esgoto como fonte de nutrientes**,2009.
15. TAM, N.F.Y.; TIQUIA,S.M. **Assessing Toxicity of ‘Spent Sawdust Pig – Litter’ Using Seed Germination Technique**. Resour.Conserv.Recycl, v.11,p.261-274,1994.
16. USEPA United States Environmental Protection Agency - **Ecological Effects Test Guidelines OPPTS 850.4200 – Seed germination / Root Elongation Toxicity Test**. P.a. T. S. Prevention. Washington D.C., USEPA: 6, 1996.
17. VALERIO, M. E. ; GARCÍA, J.F. ; PEINADO, M. F. **Determination of phytotoxicity of soluble elements in soils, based on a bioassay with lettuce (*Lactuca sativa* L.)**. Science of the Total Environment, 378, 2007.
18. VIEIRA, G. E. G., *et al.* - **O Processo de Pirólise como Alternativa para o Aproveitamento do Potencial Energético de Lodo de Esgoto – Uma Revisão**, *Revista Liberato*, 12, 81 -95. 2011.