



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
MESTRADO EM TECNOLOGIA**



MARALINE CONSERVANI KLINGOHR ZANATTA

**CARACTERIZAÇÃO DA TOXICIDADE DE LODOS DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO
DE ESGOTO COM VISTAS A SUA APLICAÇÃO AGRÍCOLA**

Limeira, 2014.



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
MESTRADO EM TECNOLOGIA



MARALINE CONSERVANI KLINGOHR ZANATTA

**CARACTERIZAÇÃO DA TOXICIDADE DE LODOS DE ESTAÇÃO DE
TRATAMENTO DE ESGOTO COM VISTAS A SUA APLICAÇÃO AGRÍCOLA**

Dissertação de Mestrado para a obtenção do título de mestra em Tecnologia apresentada a Faculdade de Tecnologia – FT/UNICAMP, na área de Tecnologia e Inovação.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Marta Siviero Guilherme Pires

Co-orientadora: Prof.^a Dr.^a. Gisela de Aragão Umbuzeiro

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELA ALUNA MARALINE CONSERVANI KLINGOHR ZANATTA E ORIENTADA PELA PROF.^a DR.^a MARTA SIVIEIRO GUILHERME PIRES.

Limeira, 2014.

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Tecnologia
Vanessa Evelyn Costa - CRB 8/8295

Z15c Zanatta, Maraline Conservani Klingohr, 1986-
Caracterização da toxicidade de lodos de esgoto de estações de tratamento de esgoto com vistas a sua aplicação agrícola / Maraline Conservani Klingohr Zanatta. – Limeira, SP : [s.n.], 2014.

Orientador: Marta Sivieiro Guilherme Pires.
Coorientador: Gisela de Aragão Umbuzeiro.
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Tecnologia.

1. Lodo de esgoto. 2. Ecotoxicologia. 3. Agricultura. 4. Metais. I. Pires, Marta Sivieiro Guilherme Pires. II. Umbuzeiro, Gisela de Aragão. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Tecnologia. IV. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Characterization of toxicity of the sludge treatment of sewage station with views to your agriculture application

Palavras-chave em inglês:

Sludge

Ecotoxicology

Agriculture

Metals

Área de concentração: Tecnologia e Inovação

Titulação: Mestra em Tecnologia

Banca examinadora:

Marta Sivieiro Guilherme Pires [Orientador]

Cassiana Maria Reganhan Coneglian

Marcus Emmanuel Mamana da Matta

Data de defesa: 27-02-2014

Programa de Pós-Graduação: Tecnologia

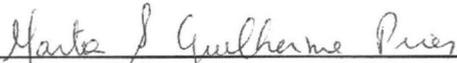
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM TECNOLOGIA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: TECNOLOGIA E INOVAÇÃO

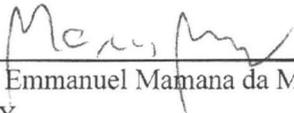
CARACTERIZAÇÃO DA TOXICIDADE DE LODOS DE ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO COM VISTAS A SUA APLICAÇÃO AGRÍCOLA

Maraline Conservani Klingohr Zanatta

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



Profa Dra Marta Siviero Guilherme Pires
FT /UNICAMP
Presidente



Dr Marcus Emmanuel Mamana da Matta
INTERTOX



Profa Dra Cassiana Maria Reganhan Coneglian
FT /UNICAMP

RESUMO

O lodo gerado em estações de tratamento de esgoto (ETE) é um resíduo que possui grande quantidade de nutrientes (nitrogênio e fósforo) e matéria orgânica, podendo ser reaproveitado na agricultura. No entanto, pode conter substâncias tóxicas que inviabilizem esse uso, sendo assim, é necessário caracterizá-lo quanto a diversos parâmetros antes da sua utilização. Este trabalho tem como objetivo caracterizar a toxicidade do lodo de esgoto, proveniente de diferentes tipos de estações de tratamento, para avaliar a viabilidade do seu uso na agricultura. Foram coletadas amostras de 6 ETE diferentes, que tratam efluentes predominantemente domésticos, e realizadas análises de Nitrogênio total, amoniacal e nitrato/nitrito, Fósforo, Carbono Orgânico, Enxofre, Potássio, Magnésio e Cálcio para caracterizar seu potencial agrônomo, análises físico-químicas como pH, condutividade, sólidos e umidade, e metais previstos na Resolução CONAMA 375/2006. Os ensaios ecotoxicológicos foram feitos em amostras de lodo *in natura* utilizando organismos representativos do solo (*Lactuca sativa*) e aquáticos (*Daphnia similis* e *Vibrio fischeri*). Os resultados dos testes foram aplicados ao Índice de Perigo de Lodo de Esgoto (IPLE) proposto por Da Matta (2011). Nesse trabalho pode-se concluir que os lodos apresentam potencial agrônomo relevante. O lodo mais estável apresentou menor toxicidade e, conseqüentemente, menor valor de IPLE. Os resultados de metais de 5 estações foram menores que os valores preconizados na Resolução CONAMA nº 375/2006, mas, mesmo assim, as amostras apresentaram alta toxicidade. O índice, baseado em testes ecotoxicológicos, demonstrou ser uma ferramenta que pode auxiliar na tomada de decisão mais segura quanto à disposição do lodo ao solo.

Palavras-chave: lodo de esgoto, ecotoxicologia, agricultura, metais.

ABSTRACT

The sludge generated at wastewater treatment plants (WWTP) is a residue that has lots of nutrients (nitrogen and phosphorus) and organic matter, which can be reused in agriculture. However, it may contain toxic substances that can not use it, so it is necessary to characterize the various parameters as before use. This work aims to characterize the toxicity of sewage sludge from different treatment plants, to assess the viability of their use in agriculture. Samples of 6 different WWTP, dealing predominantly domestic sewage, and performed analyzes of the total nitrogen, ammonia and nitrate / nitrite, Phosphorus, Organic Carbon, Sulfur, Potassium, Magnesium and Calcium to characterize the agronomic potential, physical and chemical analyzes were collected as pH, conductivity, solids and moisture, and heavy metals contained in CONAMA Resolution 375/2006. Ecotoxicological tests were made on samples of sludge in natura using representative soil organisms (*Lactuca sativa*) and aquatic (*Daphnia similis* and *Vibrio fischeri*). The results of the tests to Sewage Sludge Hazard Index (SSHI) proposed by Da Matta (2011) were applied. In this study it can be concluded that the sludge had relevant agronomic potential. The most stable sludge showed less toxicity, and hence smaller value of iple. The results of metals from 5 stations were lower than the values recommended by CONAMA Resolution 375/2006, but even so, the samples showed high toxicity. The index, based on ecotoxicological tests, proved to be a tool that can assist in making the safest decision regarding the disposal of sludge to soil.

Keywords: Sewage sludge, ecotoxicology, agriculture, metals.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
2	OBJETIVOS.....	3
	2.1 Objetivos específicos.....	3
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
	3.1 Lodo de esgoto (LE)	4
	3.2 Tratamento e disposição final do lodo de esgoto	5
	3.3 O uso do lodo na agricultura.....	9
	3.4 Regulamentação brasileira para aplicação do lodo na agricultura	12
	3.5 Ensaio ecotoxicológicos no lodo.....	18
	3.5.1 Ensaio ecotoxicológicos com <i>Daphnia similis</i>	20
	3.5.2 Ensaio ecotoxicológicos com <i>Vibrio fischeri</i>	21
	3.5.3 Ensaio ecotoxicológicos com <i>Lactuca sativa</i>	22
	3.6 Índice de Perigo do Lodo de Esgoto (IPLE)	23
4	MATERIAL E MÉTODOS	27
	4.1 Locais de amostragem	27
	4.2 Coleta e preservação das amostras	30
	4.3 Preparo das amostras	30
	4.4 Metodologia das análises químicas.....	32
	4.5 Teste de Toxicidade Aguda com <i>Daphnia similis</i>	34
	4.6 Teste de Toxicidade Aguda com <i>Vibrio fischeri</i>	35
	4.7 Teste de Toxicidade Aguda com <i>Lactuca sativa</i>	36
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	39

5.1	Caracterização físico-química	41
5.1.1	Umidade, sólidos voláteis e pH.....	41
5.2	Potencial agrônômico	43
5.3	Análises de metais	45
5.4	Resultados ecotoxicológicos	51
5.4.1	Resultados de Daphnia similis	51
5.4.2	Resultados de Vibrio fischeri.....	53
5.4.3	Resultados de Lactuca sativa	56
5.4.4	Cálculo do IPLE	60
6	CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS	69
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	70

Esse trabalho é dedicado à minha
família. Razão de tudo.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por permitir mais esta conquista em minha vida.

Ao meu marido Jonatas pelo apoio e companheirismo.

Aos meus pais, espelho de vida, a minha referência de seres humanos. A educação e aprendizagem mais importante que eu já tive vieram de vocês e são elas: a honestidade, dignidade, o respeito ao próximo e o amor a Deus.

A minha irmã Marielly, meu grande presente de Deus.

Aos meus familiares avós, tios e primo que sempre fez o que pode para me ajudar nesse período e em toda a minha vida. Pessoas que sempre torcem por mim.

À minha orientadora Prof^a. Dr^a. Marta Siviero Guilherme Pires por toda a orientação dada desde a graduação, pela amizade, incentivo e pela prontidão em me atender e me ajudar.

À minha co-orientadora Prof^a. Dr^a. Gisela A. Umbuzeiro pela contribuição.

Ao Dr. Marcus Da Matta por fornecer base para o uso do IPLE no meu trabalho e participação na banca.

Aos alunos Sara Vaccaro, Amauri Alcântara e Augusto Wilson pelas ajudas no laboratório. Vocês foram muito especiais.

À equipe do LEAL e aos técnicos Gilberto, Ádria, Anjaína, Josiane e Geraldo pelo auxílio dado, que foram essenciais à pesquisa.

Ao Giovani por ceder seu tempo e espaço do laboratório de saneamento da FEAGRI.

À Noely pela atenção todas as vezes que precisei, sempre pronta a me ajudar e compartilhar suas experiências.

Ao Prof. Dr. Francisco Anaruma Filho pelo auxílio e por disponibilizar o LABREUSO e equipamentos.

Aos funcionários responsáveis pelas ETE que mantive contato e colaboraram com as coletas das amostras e de todas as informações necessárias.

À Faculdade de Tecnologia (FT) - UNICAMP pela oportunidade e ao CAPES pela bolsa.

A todos, que direta ou indiretamente, contribuíram para que este trabalho fosse possível de ser realizado.

“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê.”

(Arthur Schopenhauer)

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Amostra de lodo, onde (a) é o lodo retirado da centrífuga, (b) extrato de lodo homogeneizado a proporção 1:4, (c) após centrifugação do extrato e (d) após a filtração.....	31
Figura 2 - Metodologia para a realização do teste com <i>Lactuca sativa</i>	37
Figura 3 – Valores da relação sólidos voláteis sobre sólidos totais (S.V./S.T.) das amostras de lodo de esgoto e o limite estabelecido pelo CONAMA nº375/2006.	42
Figura 4 – Concentração de Bário, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo e esgoto coletadas.....	46
Figura 5 – Concentração de Cádmiu, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	47
Figura 6 – Concentração de Chumbo, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	47
Figura 7 – Concentração de Cobre, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	48
Figura 8 – Concentração de Cromo, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	48
Figura 9 – Concentração de Molibdênio, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	49
Figura 10 – Concentração de Níquel, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	49
Figura 11 – Concentração de Zinco, em mg Kg ⁻¹ , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.....	50
Figura 12 – Valores de Unidade Tóxica (UT) para teste com <i>Daphnia similis</i> , nas 6 amostras de lodo de esgoto das estações avaliadas.....	52
Figura 13 – Carta controle de <i>Daphnia similis</i>	53

Figura 14 – Valores da Unidade Tóxica (UT) para teste com <i>Vibrio fischeri</i> , nas amostras dos 6 lodos avaliados.	54
Figura 15 – Resultados do Alongamento relativo da raiz e Índice de Germinação dos ensaios de fitotoxicidade com <i>Lactuca sativa</i> para os lodos das 6 estações, em porcentagem de lodo de esgoto.	58
Figura 16 – Valores da Unidade Tóxica (UT) para teste com <i>Lactuca sativa</i> , nas 6 estações.	59
Figura 17 - Unidades tóxicas das amostras de lodo a partir de ensaios ecotoxicológicos com <i>Daphnia Similis</i> , <i>Vibrio fischeri</i> e <i>Lactuca sativa</i>	62
Figura 18 - Índices de Perigo de Lodo de Esgoto (IPLE) em seis amostras de diferentes ETEs do estado de São Paulo, Brasil, e o limite sugerido por Da Matta (2011) ao uso agrícola.	64
Figura 19 - Correlação (Pearson) entre S.V./S.T. e valores de IPLE dos 6 lodos de esgoto.	66
Figura 20 – Correlação (Pearson) entre S.V./S.T e valores de IPLE dos 6 lodos de esgoto e lodos analisados por CETESB (2009) e IPLE calculados por Da Matta (2011).	67

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Concentração máxima de substâncias inorgânicas para a aplicação do lodo na agricultura, de acordo com a Resolução CONAMA nº 375/2006.....	15
Tabela 2 - Substâncias orgânicas potencialmente tóxicas a serem determinadas no lodo de esgoto ou produto derivado a partir do CONAMA nº 375/2006.	17
Tabela 3 - Principais características das ETE amostradas e do lodo gerado.....	29
Tabela 4 - Metodologias para as análises químicas.....	33
Tabela 5 - Concentrações do extrato aquoso de lodo utilizados no ensaio ecotoxicológico com <i>Daphnia similis</i> , em porcentagem, referentes a cada estação de tratamento.	35
Tabela 6 - Resultados dos parâmetros físico-químicos, potencial agrônômico, metais e dos ensaios ecotoxicológicos das 6 amostras de lodo de esgoto.	40
Tabela 7 - Relação da toxicidade das amostras de lodo para <i>Vibrio fischeri</i> com a estabilização (S.V./S.T).....	55
Tabela 8 - Valores médios do tamanho das raízes, em centímetros, de <i>Lactuca sativa</i> após 5 dias de exposição às amostras de lodo das 6 estações.	56
Tabela 9 - Índice de lodo de Esgoto (IPLE) e respostas dos bioensaios obtidos em seis amostras de lodo de esgoto do estado de São Paulo, Brasil.....	61
Tabela 10 - Ordem de sensibilidade dos organismos <i>Daphnia similis</i> , <i>Vibrio fischeri</i> e <i>Lactuca sativa</i>	63

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
CE	Condutividade Elétrica
CE50	Concentração efetiva 50%
CETESB	Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
CTC	Capacidade de Troca Catiônica
ETE	Estação de Tratamento de Esgoto
FEAGRI	Faculdade de Engenharia Agrícola
FEC	Faculdade de Engenharia Civil
IAC	Instituto Agrônômico de Campinas
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IG	Índice de Germinação
IPLE	Índice de Perigo de Lodo de Esgoto
LE	Lodo de Esgoto
LEAL	Laboratório de Ecotoxicologia e Microbiologia Ambiental Profº Dr. Abílio
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
NBR	Norma Técnica Brasileira
O.D.	Oxigênio dissolvido
pH	potencial hidrogeniônico
rpm	rotação por minuto
UASB	Upflow anaerobic sludge blanket
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas
USEPA	United State Environmental Protection Agency
UT	Unidade Tóxica

1 INTRODUÇÃO

A construção de infraestrutura como a de saneamento básico, que envolve abastecimento de água e manejo de resíduos e efluentes, é cada vez mais necessária. A crescente exigência da população com as questões ambientais tem feito com que as autoridades e empresas públicas e privadas invistam em manutenção e melhoria do setor, incluindo as estações de tratamento de esgoto (ETE).

De acordo com a Pesquisa Nacional de Saneamento Básico (PNSB) realizadas nos anos de 2000 e 2008 pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), em 8 anos o país teve incremento de 60% no tratamento de esgoto, passando a tratar 8,5 milhões m³ de esgoto por dia, enquanto que em 2000 esse número era de 5,1 milhões m³ por dia (IBGE, 2002; IBGE, 2010).

O tratamento de esgoto, por sua vez, gera um resíduo chamado lodo, cujo volume de geração tende a aumentar nos próximos anos com a implantação de mais ETE e aumento da capacidade de tratamento das Estações de Tratamento de esgotos já implementadas, acompanhando o crescimento populacional e a urbanização. A gestão do lodo deve alcançar a minimização de sua geração, a disposição e o reaproveitamento adequado.

Por causa de seu baixo custo em comparação com adubação mineral e por reciclar nutrientes, uma opção adotada em muitos países é o uso de lodo de esgoto como fertilizante. As características do lodo, como presença de macronutrientes, micronutrientes e matéria orgânica, também remetem à sua utilização na agricultura, trazendo benefícios ao solo e a cultura. A restrição do seu uso na agricultura ocorre pela presença de metais, compostos orgânicos e agentes patogênicos, ou ainda pelo potencial de salinização e acidificação, que colocam em risco a qualidade do solo, águas subterrâneas e toda a saúde do ecossistema.

O lodo é um resíduo complexo, que contém inúmeros compostos químicos e agentes patogênicos. A diversidade de compostos orgânicos, sendo muitos deles persistentes, inviabiliza a determinação qualitativa e quantitativa como forma de monitoramento do lodo.

A utilização do lodo na agricultura deve considerar os aspectos sanitários e o potencial de toxicidade, sendo necessário realizar ensaios que indiquem o nível tóxico que esse resíduo pode ter. Diante do exposto, Da Matta (2011) propôs o Índice de Perigo de Lodo de Esgoto (IPLE), que expressa a periculosidade do lodo quanto aos seus efeitos aos organismos aquáticos, ao solo e desenvolvimento de planta, e fornece subsídios para a decisão preliminar sobre aplicação de lodos na agricultura, utilizando testes ecotoxicológicos de baixo custo e curta duração.

Essa pesquisa buscou avaliar diferentes amostras de lodo de ETE do estado de São Paulo e caracterizá-las quanto o potencial agrônômico, concentração de metais e toxicidade. O cálculo do IPLE foi feito a partir dos resultados de toxicidade dos extratos aquosos de lodo utilizando testes com plantas (*Lactuca sativa*), microcrustáceo (*Daphnia similis*) e bactéria (*Vibrio fischeri*). Os resultados de IPLE desse trabalho e dos resultados do relatório CETESB (2009) foram correlacionados aos valores de metais.

2 OBJETIVOS

Caracterizar o potencial agronômico e a toxicidade de 6 amostras de lodos de esgoto, provenientes de diferentes estações de tratamento de esgoto (ETE).

2.1 Objetivos específicos

- Analisar parâmetros, definidos pelo CONAMA nº 375/2006, que caracterizam o potencial agronômico do lodo de esgoto como: carbono orgânico, fósforo total, nitrogênio Kjeldahl, nitrogênio amoniacal, nitrogênio nitrato/nitrito, pH em água (1:10), potássio total, sódio total, enxofre total, cálcio total, magnésio total, umidade, e sólidos voláteis e totais;
- Caracterizar o lodo de esgoto quanto à presença dos elementos são: Arsênio, Bário, Cádmio, Chumbo, Cobre, Cromo, Mercúrio, Molibdênio, Níquel, Selênio e Zinco (CONAMA 375/2006);
- Determinar a toxicidade dos extratos aquosos de lodo utilizando testes com plantas (*Lactuca sativa*), microcrustáceo (*Daphnia similis*) e bactéria (*Vibrio fischeri*);
- Aplicar o Índice de Perigo de Lodo de Esgoto (IPLE) desenvolvido por DAMATTA (2011) nas amostras de lodo das 6 estações;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Lodo de esgoto (LE)

Os diferentes sistemas de tratamento de esgotos utilizam, de forma otimizada, os fenômenos de biodegradação da natureza a partir de processos físicos, químicos e biológicos. Esses sistemas degradam a matéria orgânica e removem substâncias indesejáveis, visando devolver a água aos mananciais com alto grau de pureza e atender aos requisitos de padrão de qualidade exigidos na legislação vigente (FERREIRA *et al.*, 1999a; ANDRADE e MATTIAZZO, 2000; VON SPERLING, 2005).

No tratamento de esgoto, após unidades de separação de sólidos e líquidos, há a geração de um resíduo semissólido, pastoso e de característica predominantemente orgânica (ANDRADE E MATTIAZZO, 2000; BRASIL, 2006a; UGGETTI *et al.*, 2012). Esse resíduo corresponde a 0,1% de todo o esgoto, enquanto 99,9% é água (VON SPERLING e GONÇALVES *et al.*, 2001). Lodo é o nome dado a esse resíduo separado no tratamento de esgoto, esse material contém substâncias orgânicas, compostos inorgânicos (suspensos e dissolvidos) e micro-organismos.

A fração orgânica desse resíduo é uma mistura de gorduras, proteínas, carboidratos, lignina, aminoácidos, açúcar, celulose, material húmico e ácidos graxos, na maior parte, proveniente de efluentes domésticos, embora possa sofrer influência dos despejos industriais, além de micro-organismos vivos ou mortos. A fração inorgânica é composta por macronutrientes, micronutrientes e contaminantes (SHOWANEK, 2004).

As propriedades físicas, químicas e biológicas do lodo dependem da origem dos despejos (que podem ser doméstica, industrial ou mista), das características das fontes geradoras e do tipo de tratamento do esgoto e do lodo (BETTIOL e CAMARGO, 2006; SHOWANEK, 2004). O volume de lodo gerado dependerá das características do esgoto e do tratamento utilizado (UGGETTI *et al.*, 2012).

A disposição final do lodo de ETE é uma preocupação mundial, em razão do crescente volume produzido De acordo com relatório do PCJ (2011), em 2010 os sistemas de

saneamento básico dos 62 municípios pertencentes à Bacia Hidrográfica dos Rios Piracicaba, Capivari e Jundiá geraram 357 toneladas por dia de sólidos totais, desaguados a 20%, quanto ao lodo de ETE, e estimam que em 2020 esse valor passe para 910 toneladas por dia, um crescimento estimado de 255%.

A grande problemática é o não conhecimento de grande parte dos poluentes presentes no esgoto recebidos pelos sistemas de tratamento, que refletirá na característica do lodo final. As diversidades de atividades implicam em variedade de substâncias que são lançadas no esgoto e que nunca serão analisadas e quantificadas no lodo. Sendo assim, o lodo pode conter diversos poluentes como metais, compostos orgânicos persistentes e agentes patogênicos ao homem, que devem ser estudados com cautela.

Na Europa, as diretivas estão cada vez mais exigentes para o lançamento de efluentes, principalmente quando se refere aos poluentes orgânicos prioritários. Com isso, o controle de emissão na fonte pelas indústrias têm se intensificado, ocorrendo diminuição do aporte nas ETE e diminuição da concentração de poluentes no lodo (EC, 2010 *apud* DA MATTA, 2011).

3.2 Tratamento e disposição final do lodo de esgoto

É muito comum que os projetos de ETE omitam o tema gestão de resíduos, fazendo com que esta atividade seja realizada sem planejamento pelos operadores das estações, muitas vezes em condições emergenciais. Por esta razão, alternativas inadequadas de disposição final dos lodos têm sido adotadas, comprometendo os benefícios dos investimentos realizados nos sistemas de esgotamento sanitário e colocando em risco a saúde pública. (ANDREOLI, 2003; BETTIOL e CAMARGO, 2006). De acordo com Bettiol e Camargo (2006), o potencial tóxico do lodo, com qualidades e quantidades variáveis, torna complexo seu manejo e o custo operacional da gestão desse resíduo é 20 a 60% de toda a estação de tratamento.

O Plano Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) ressalta-se a necessidade de atenção à política dos 3 Rs, conceito esse presente na Agenda 21, que visa, por ordem de prioridade, reduzir a geração dos resíduos, reutilizar e reciclar (BRASIL, 2012). Para a reutilização, o lodo de esgoto deve passar por processo de tratamento. Os principais objetivos do tratamento do lodo de esgoto são reduzir o odor, os agentes patogênicos e o volume de lodo gerado

(SHOWANEK *et al.*, 2004) tendo influência na decisão da melhor disposição final, seja nos custos ou na questão ambiental.

Em estações convencionais, o lodo gerado apresenta grande quantidade de água (MIKI *et al.*, 2001). A desidratação do resíduo pode ser feita por processos naturais (leitos de secagem e lagoas de lodo) ou mecânicos (centrífugas, prensas desaguadoras e filtros-prensa), sendo indicados para ETE de pequeno porte os processos naturais, e para as de grande porte, os processos mecânicos (GONÇALVES *et al.*, 2001). Essa desidratação traz como benefícios: minimização do custo de transporte, melhores condições para manejo, aumento do poder calorífico do material em casos de incineração, redução do volume para a disposição em aterros ou reuso na agricultura (GONÇALVES *et al.*, 2001).

Para potencializar essa desidratação, o lodo pode ser previamente condicionado, por processos de coagulação com adição de produtos químicos inorgânicos (sulfato de alumínio, cloreto férrico, sulfato ferroso, sulfato férrico e cal virgem/hidratada) seguidos de uma etapa de floculação. A coagulação tem por finalidade desestabilizar as partículas via diminuição das forças eletrostáticas de repulsão entre elas, e a floculação possibilita a aglomeração dos colóides e dos sólidos finos pela baixa agitação (GONÇALVES *et al.*, 2001).

A alta fração de material biodegradável, encontrada nos lodos de processo aeróbio, faz com que seja necessário estabilizar o material, diminuindo odor e conteúdo de patógenos. A estabilização do lodo é um processo de tratamento indispensável dependendo da destinação final que será aplicada ao resíduo. O grau de estabilização do material vai depender do processo de tratamento de esgoto adotado. Para a utilização do lodo na reciclagem agrícola, esse grau de estabilização é de extrema importância (FERNANDES e SOUZA, 2001).

Para a estabilização do lodo podem ser usadas digestão aeróbia ou anaeróbia. O objetivo da estabilização é a redução ou destruição dos agentes patógenos, diminuição do volume de lodo, estabilização da matéria orgânica, redução do odor e da presença de vetores (FERREIRA *et al.*, 1999a). No entanto, a estabilização nem sempre é capaz de eliminar completamente os patógenos, sendo necessário que o lodo passe por processos de desinfecção ou higienização, principalmente se for objetivo a utilização agrícola (FERNANDES, 2000).

A higienização contribui para potencializar a diminuição do risco de infecção humana e animal (ANDREOLI *et al.*, 2001). Se a escolha da destinação final for aterro sanitário, o grau de estabilização do lodo tem importância média, apenas ligada a facilidade de desidratação do lodo e diminuição de odores (FERNANDES, 2000), já se a destinação final for a reciclagem agrícola, o controle de organismos patogênicos deve ser ainda mais rigoroso (ANDREOLI *et al.*, 2001).

Dentre os processos de higienização existentes estão a radiação beta e gama, pasteurização, tratamento térmico, caleação e compostagem (ANDREOLI *et al.*, 2001; MOSQUERA-LOSADA *et al.*, 2010), sendo os dois últimos alternativas mais difundidas pela facilidade de aplicação e baixo custo. A caleação tem como princípio o aumento do pH com valores iguais ou superiores a 12, inativando e destruindo a maior parte dos patógenos a partir do calor gerado na reação química de cal mais água. O processo de compostagem elimina ou reduz os micro-organismos por elevação da temperatura que ocorre com a biodegradação da matéria orgânica (ANDREOLI *et al.*, 2001).

A Resolução CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a) estabeleceu processos de tratamento que o lodo deve ser submetido antes da aplicação na agricultura, são eles: (a) digestão aeróbia com adição de ar ou oxigênio, com tempo mínimo de retenção de 40 dias a 20°C ou 60 dias a 15°C; (b) digestão anaeróbia com tempo mínimo de retenção de 15 dias a 35-55°C ou 60 dias a 20°C; (c) secagem em leitos de areia ou em bacias, durante um período mínimo de 3 meses; (d) compostagem em que a biomassa atinja pico de 55°C por 4 horas e temperatura mínima de 40°C seja atingida por pelo menos 5 dias; (e) estabilização com cal elevando o pH para no mínimo 12, por pelo menos 2 horas. Outros tipos de tratamento poderão ser utilizados desde que haja comprovação de sua eficiência e seja reconhecido pelo órgão ambiental.

De acordo com Kelessidis e Stasinakis (2012), 24 dos 27 países da União Européia tem como métodos mais comuns de tratamento do lodo a estabilização por digestão anaeróbia e aeróbia, e a remoção da umidade na maioria dos casos é realizada por desidratação mecânica. No Brasil, os tratamentos mais utilizados pelas companhias de saneamento são compostos por desidratação do lodo, como deságue natural em lagoas e leitos de secagem,

adensamento mecânico em centrífugas e uso de filtros prensa (ANDREOLI *et al.*, 2001; VAN HAANDEL e ALEM SOBRINHO, 2006).

Os órgãos ambientais têm exigido das operadoras de tratamento de esgoto novas alternativas para a disposição do lodo gerado. O destino final adequado do lodo de esgoto é fator fundamental para o sucesso de um sistema de saneamento, no entanto, esta atividade tem sido negligenciada em muitos países (ANDREOLI, 2003). A legislação brasileira e de diversos países responsabilizam os produtores dos resíduos aos danos que podem ser causados pelo destino inadequado, que podem ser considerados crimes ambientais de acordo com a Lei nº 9.605 de 12/02/98.

Segundo Sampaio (2010) não há nada mais atrativo, para os responsáveis pelo gerenciamento do lodo de esgoto das ETE, que enviar esse resíduo para aterros sanitários, em que os aspectos logísticos são muito mais simples e requerem apenas a viabilização de contratos com empresas operadoras de aterros e de carregamento e transporte do material, contratos esses de fácil fiscalização. Mas no artigo 55 da Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010, que institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, determina que a partir de agosto de 2014, os aterros sanitários passem a receber somente rejeitos e não mais resíduos. A Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) conceitua resíduo sólido como:

“material, substância, objeto ou bem descartado resultante de atividades humanas em sociedade, a cuja destinação final se procede, se propõe proceder ou se está obrigado a proceder, nos estados sólido ou semissólido, bem como gases contidos em recipientes e líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou em corpos d’água, ou exijam para isso soluções técnica ou economicamente inviáveis em face da melhor tecnologia disponível” (BRASIL, 2010).

A PNRS ainda denomina rejeitos como:

“resíduos sólidos, depois de esgotadas todas as possibilidades de tratamento e recuperação por processos tecnológicos disponíveis e

economicamente viáveis, não apresentem outra possibilidade que não a disposição final ambientalmente adequada” (BRASIL, 2010).

De acordo com essas definições, o lodo de esgoto após passar pelo tratamento será considerado um resíduo, com possibilidade de reuso, e não como rejeito. Sendo assim, sua disposição em aterros sanitários não poderá mais ser realizada após agosto de 2014.

Todo o lodo gerado, que tende a aumentar nos próximos anos deve receber destinações finais que vise os aspectos econômicos, sociais e ambientais, o que faz necessário a elaboração de legislações específicas para cada tipo de disposições adotadas (DE MELO *et al.*, 2010). Algumas das alternativas de disposição final do lodo de esgoto utilizadas são: aterro sanitário, reuso industrial (produção de agregados leves, fabricação de tijolos e outros); incineração (incineração exclusiva e co-incineração com resíduos sólidos urbanos); conversão em óleo combustível; recuperação de solos (recuperação de áreas degradadas e de mineração); *landfarming* e uso agrícola e florestal com aplicação direta no solo, compostagem, fertilizante e solo sintético, sendo que o reuso agrícola é a maneira mais utilizada em muitos países do mundo (BETTIOL e CARMARGO, 2006).

Na maior parte, as estações brasileiras enviam o lodo de esgoto gerado para aterros sanitários. Poucas ETE dão outro destino a esse resíduo, como por exemplo, uso agrícola, embora tal destinação esteja crescendo nos últimos anos, principalmente nos estados do Paraná, São Paulo, Rio Grande do Sul e Distrito Federal (SAMPAIO, 2010).

3.3 O uso do lodo na agricultura

Segundo Bettiol e Camargo (2006), entre as diversas formas de disposição do lodo de esgoto, a aplicação agrícola e florestal é a mais vantajosa, pois esse material é rico em macro e micronutrientes e matéria orgânica, podendo ser utilizado como fertilizante e condicionador do solo. Andrade *et al.* (2010) afirmam que lodos de esgoto apresentam alto potencial para fornecer nitrogênio (N) às culturas, sendo possível diminuir a fabricação e uso de fertilizantes nitrogenados que resulta em economia de recursos não renováveis, economia de combustíveis fósseis utilizados no processo de fabricação, reciclagem de outros nutrientes e matéria

orgânica no solo além de reduzir o envio de material orgânico para aterros, dentre outras vantagens.

A presença de matéria orgânica e nutrientes no lodo promove melhorias nas propriedades do solo como porosidade, densidade, estabilidade de agregados, capacidade de retenção de água, aumento da atividade microbiana e bioquímica do solo e da biomassa, além de ser interessante do ponto de vista econômico e ambiental (CESAR *et al.*, 2011; ROIG *et al.*, 2012). Em regiões tropicais e subtropicais, como o Brasil, por apresentar um solo com baixos teores de matéria orgânica e nutrientes disponíveis, o uso agrícola pode proporcionar ótimos benefícios agrônômicos (BERTON e NOGUEIRA, 2010)

Essa prática é popularmente consagrada em diversos países desenvolvidos, e representa uma opção sustentável para as regiões com agricultura intensa, amplas áreas de solo empobrecido e baixa parcela de matéria orgânica (ANDREOLI *et al.*, 2001). Estima-se que na Espanha 65% do lodo de esgoto produzido é aplicado em solo agrícola, Reino Unido 64%, França e Irlanda 62%, Dinamarca e Grã-Bretanha 55%, EUA 54%, Luxemburgo 47%, Republica Checa 45%, Bulgária 40%, Bélgica, Itália e Alemanha 32%, Hungria 26%, Polônia 14%, Áustria e Finlândia 12%. (BETTIOL e CAMARGO, 2006; DA MATTA, 2011; ROIG *et al.*, 2012). No Brasil, o lodo com uso agrícola atende a 3% de todo o lodo gerado (ALMÉRI, 2010). Já na Holanda, por estar se desenvolvendo com uma política rigorosa, essa prática é proibida (ROIG *et al.*, 2012).

No Brasil o uso agrícola de lodo de esgoto ainda não está amplamente difundido. Segundo De Melo *et al.* (2010) é evidente que a porcentagem de destinação do lodo em áreas agrícolas está relacionada à legislação vigente do país e da qualidade do resíduo gerado nas ETE.

Embora, no Brasil, haja pesquisas da aplicação de lodo de esgoto no solo, a grande maioria são experimentos de curta duração (1 a 3 anos) e em condições de laboratório. A área territorial brasileira torna as pesquisas ainda mais árduas, pois devem englobar grande variedade de solos, climas e exploração agrícola (De MELO *et al.* 2010).

O uso do lodo na agricultura garante a sustentabilidade do material, mas essa atividade deve garantir a segurança sanitária, ambiental, agronômica e econômica (TABACZENSKI, 2010). Apesar das muitas vantagens resultantes da aplicação do lodo de esgoto na agricultura, há também alguns riscos, entre eles, presença de patógenos, metais, e poluentes orgânicos (HARRISON *et al.*, 2006; OLESZCZUK, 2008). A reutilização agrícola deve estar combinada com a adoção de tecnologias de tratamento de lodo, com objetivo de alcançar maior remoção de patógenos, controle de odores e remoção de compostos tóxicos (KELESSIDIS e STASINAKIS, 2012).

Hospido *et al.* (2010) compararam o lodo digerido anaerobiamente e outro sem nenhum tipo de tratamento visando aplicação na agricultura, utilizando uma metodologia de avaliação de ciclo de vida, mais especificamente de substâncias presentes em produtos fármacos e de higiene pessoal e análises dos macronutrientes e toxicidade. Foram analisados 13 fármacos e os autores observaram que a concentração de 12 deles foi reduzida com a digestão anaeróbia, o que mostra a necessidade do tratamento do lodo antes de aplicar ao solo. Quanto aos macronutrientes, não houve alterações significativas do lodo bruto para o lodo tratado. Hospido *et al.* (2010) afirmam que, no ponto de vista ambiental, o uso dos lodos não digerido é a alternativa menos adequado, já os resultados do lodo digerido contradizer este fato. Portanto, a digestão do lodo de esgoto antes da aplicação ao solo agrícola é uma atividade significativa, não só porque é uma exigência de acordo com a legislação vigente, mas também porque reduz o impacto ambiental associado aos poluentes presentes no lodo.

Rigueiro-Rodríguez *et al.* (2012) estudaram diferentes modificações nas características do solo, crescimento das árvores, composição de pasto e desenvolvimento de pastagens de acordo com o tipo de lodo de esgoto utilizado. No trabalho foram utilizados lodos anaeróbios, compostados e peletizados. A partir dos resultados obtidos, os autores observaram que os lodos anaeróbios tiveram maior efeito inicial no crescimento das árvores e na produtividade da pastagem, já o lodo compostado foi considerado o tratamento mais adequado para melhorar as características do solo, especialmente no arenoso, em longo prazo. A utilização do lodo peletizado aumentou a produtividade e, comparado ao lodo anaeróbio e compostado, foi mais fácil de ser manuseado e armazenado. Apesar do aumento dos teores de Zn e Cu no solo após a aplicação dos lodos, não foram encontradas níveis tóxicos em plantas ou solo.

Segundo Sampaio (2010) a elaboração de projetos e planejamento das ações, para viabilizar o uso do lodo de esgoto na agricultura, ainda é abordada de forma simplificada e pouco abrangente. Falta aos responsáveis pelos sistemas de tratamentos de esgoto a preocupação em adotar sistemas que diminuam a periculosidade do lodo gerado e o volume produzido, caso isso não aconteça o custo com o condicionamento e destinação final aumentarão.

3.4 Regulamentação brasileira para aplicação do lodo na agricultura

O Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) regulamenta a compra, venda, cessão, empréstimo e permuta do lodo de esgoto e seus derivados. Segundo a Instrução Normativa SDA no. 25, de 23 de julho de 2009 (BRASIL, 2009), lodo de esgoto é a “matéria prima proveniente do sistema de tratamento de esgotos sanitários, possibilitando um produto de utilização segura na agricultura”, classificado como fertilizante classe “D”, para o qual a Instrução Normativa SDA nº. 27, de 5 de junho de 2006 (BRASIL, 2006b), estabelece limites de contaminantes, considerando o lodo como fertilizante orgânico.

Quando o lodo de esgoto é considerado um fertilizante agrícola, o Decreto nº 4.954, de 14 de janeiro de 2004 (BRASIL, 2004), que regulamenta a Lei nº 6.894, de 16 de dezembro de 1980 deve ser atendido. Esse decreto dispõe sobre a fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes ou biofertilizantes destinados à agricultura

No Brasil, a Resolução CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a) normatizou a prática de utilização do lodo na agricultura originados do tratamento de esgoto sanitário e seus produtos derivados. A caracterização do lodo de esgoto a ser aplicado, segundo a Resolução deve incluir os aspectos: (i) potencial agrônômico, (ii) substâncias inorgânicas e orgânicas potencialmente tóxicas, (iii) indicadores bacteriológicos e agentes patogênicos e (iv) estabilidade.

Governos municipais, estaduais e federais e diversos setores da sociedade (ONG, pesquisadores, convidados, empresas de saneamento, entre outros) participaram das discussões e elaboração de regulamento para o setor, que resultou na Resolução CONAMA nº375/2006 (TABACZENSKI, 2010). O CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a) não se

aplica a efluentes industriais e veta a utilização de lodos na agricultura provenientes de: (a) estações de tratamento de efluentes de instalações hospitalares; (b) estações de tratamento de efluentes de portos e aeroportos; (c) gradeamento; (d) desarenador; (e) decantadores primários, caixas de gorduras e reatores anaeróbios (material lipídico sobrenadante); (f) sistemas de tratamento individual, coletados por veículos, antes de seu tratamento por uma ETE; (g) lodo de esgoto não estabilizado; (h) e lodos classificados perigosos de acordo com normas brasileiras vigentes. Também veta a utilização de qualquer classe de lodo de esgoto ou produto derivado em pastagens e cultivo de olerícolas, tubérculos, raízes e culturas inundadas, bem como as demais culturas cuja parte comestível entre em contato com o solo.

Os parâmetros, definidos pelo CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a), que caracterizam o potencial agrônômico do lodo de esgoto são: carbono orgânico, fósforo total, nitrogênio Kjeldahl, nitrogênio amoniacal, nitrogênio nitrato/nitrito, pH em água (1:10), potássio total, sódio total, enxofre total, cálcio total, magnésio total, umidade, e sólidos voláteis e totais, mas a resolução não apresenta valores limites. Os valores da série de nitrogênio são usados para calcular a taxa de aplicação máxima anual de lodo de esgoto e produtos derivados para uma determinada cultura (em kg/ha), segundo a recomendação agrônômica oficial do estado, que no caso de São Paulo o responsável é o Instituto Agrônômico de Campinas.

Os riscos ambientais, que podem ser ocasionadas pela aplicação do lodo na agricultura, estão relacionados à sua composição química e microbiológica (DE MELO *et al.*; 2010). A Resolução CONAMA nº375/2006 (BRASIL, 2006a) definiu parâmetros e limites para alguns micro-organismos, classificando os lodos em classe A, que apresentam maior segurança para aplicação na agricultura por serem mais restritivos em relação à concentração de patógenos, e a classe B que, por não serem totalmente desinfetados, requerem controle rígido de seu destino e áreas dedicadas para tal fim. No entanto, desde 2011 segundo essa Resolução, o lodo classe B não pode ser mais utilizado na agricultura.

Organismos patogênicos encontrados no lodo, principalmente os ovos de helmintos, cistos e oocistos de protozoários, bactérias e vírus, são fatores limitantes para a utilização na agricultura, por representarem riscos à saúde humana e/ou animal. Esses patógenos podem ser eliminados a partir de técnicas de desinfecção com a higienização (ANDREOLI *et al.*, 2001).

Alguns metais são micronutrientes para as plantas mas podem estar presentes no lodo em níveis mais elevados do que a concentração necessária para absorção pelas plantas, além da presença de outros metais que não são essenciais (BETTIOL e CAMARGO, 2006; De MELO *et al.*; 2010). Os metais podem ser inicialmente divididos em elementos que atuam ou não como elementos essenciais nas práticas agrícolas. O Fe, Cu, Zn, Mn, Mo, Co são essenciais às plantas dependendo da dose aplicada. Se a dose for adequada, as plantas terão um ganho produtivo, já em concentração mais elevada àquela que o solo e plantas necessitam, pode colocar em risco toda a produtividade deprimindo a planta e a qualidade do solo, apresentando níveis de contaminação. Os metais não essenciais como o As, Cd, Cr, Pb, Ni e Se, a partir da dosagem encontrada no solo poderão ser tolerados ou considerados tóxicos. Os metais, além de deprimir as plantas, podem entrar na cadeia alimentar e prejudicar seres humanos ou trazer consequências em longo prazo por seu efeito acumulativo (ALCARDE,2009).

Por esse motivo é necessário que sua aplicação na agricultura seja monitorada e controlada, principalmente os elementos Zn, Cu e Ni que, em elevadas concentrações são fitotóxicos podendo afetar a planta e ser prejudicial para a cadeia alimentar (BETTIOL e CAMARGO, 2006). Os onze compostos inorgânicos exigidos no CONAMA nº375/2006 estão apresentados na Tabela 1

Tabela 1 - Concentração máxima de substâncias inorgânicas para a aplicação do lodo na agricultura, de acordo com a Resolução CONAMA nº 375/2006.

Substâncias Inorgânicas	Concentração máxima permitida no lodo ou produto derivado (mg Kg⁻¹ base seca)
Arsênio	41
Bário	1300
Cádmio	39
Chumbo	300
Cobre	1500
Cromo	100
Mercúrio	17
Molibdênio	50
Níquel	420
Selênio	100
Zinco	2800

Fonte: BRASIL, 2006a

Os metais são encontrados naturalmente no solo, em função da sua presença na rocha de origem, ou por outros processos naturais, mas as ações antrópicas podem elevar a concentração desses metais, comprometendo a saúde das plantas, animais e homem e alterar a qualidade desse solo. Os limites de metais que regulamentam a aplicação no solo é uma forma de proteger o ambiente e a saúde humana da aplicação discriminada desse resíduo no solo (DE MELO *et al.*, 2010).

Ao adicionar lodo de esgoto no solo, os metais serão solubilizados e mineralizados pela biota e sofrerão uma série de reações como adsorção, complexação, precipitação e/ou coprecipitação. Os metais que permanecerem no solo poderão ser absorvidos pelos micro-organismos, raízes das plantas ou ser lixiviados até o lençol freático (DE MELO *et al.*, 2010).

A preocupação quanto à utilização do lodo de esgoto, é o acúmulo de metais no solo e, lixiviação até as águas subterrâneas. Além dos metais, o mesmo pode acontecer com os poluentes orgânicos, como por exemplo, os compostos aromáticos de difícil degradação.

Os poluentes orgânicos a serem determinados no lodo de esgoto, de acordo com CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a), estão apresentados na Tabela 2. Segundo Sampaio (2010) essa exigência da resolução é exclusiva do Brasil e foi elaborada sem realizar estudos para avaliar a presença e concentração de substâncias orgânicas no lodo gerado no território nacional.

Tabela 2 - Substâncias orgânicas potencialmente tóxicas a serem determinadas no lodo de esgoto ou produto derivado a partir do CONAMA nº 375/2006.

Substâncias	
Benzenos clorados	Hidrocarbonetos aromáticos policíclicos
1,2-Diclorobenzeno	Benzo(a)antraceno
1,3-Diclorobenzeno	1,3-Diclorobenzeno Benzo (a) pireno
1,4-Diclorobenzeno	1,4-Diclorobenzeno Benzo(k) fluoranteno
1,2,3-Triclorobenzeno	1,2,3-Triclorobenzeno Indeno(1,2,3-c,d)pireno
1,2,4-Triclorobenzeno	1,2,4-Triclorobenzeno Naftaleno
1,3,5-Triclorobenzeno	1,3,5-Triclorobenzeno Fenantreno
1,2,3,4-Tetraclorobenzeno	1,2,3,4-Tetraclorobenzeno Lindano
1,2,4,5-Tetraclorobenzeno	Poluentes Orgânicos Persistentes (POP's) Constantes da Convenção de Estocolmo
1,2,3,5-Tetraclorobenzeno	Aldrin
Ésteres de ftalatos	Ésteres de ftalatos Dieldrin
Di-n-butil ftalato	Di-n-butil ftalato Endrin
Di (2-etilhexil) ftalato (DEHP)	Di (2-etilhexil)ftalato (DEHP) Clordano
Dimetil ftalato	Dimetil ftalato Heptacloro
Fenóis não clorados	Fenóis não clorados DDT
Cresóis	Cresóis Toxafeno
Fenóis clorados	Fenóis clorados Mirex
2,4-Diclorofenol	2,4-Diclorofenol Hexaclorobenzeno
2,4,6-Triclorofenol	2,4,6-Triclorofenol PCB's
Pentaclorofenol	Pentaclorofenol Dioxinas e Furanos

Nos Estados Unidos não existe regulamentação federal para monitorar qualitativa e quantitativamente compostos orgânicos. Esses compostos foram eliminados da redação final de USEPA CRF 40 Part 503 (USEPA, 1993), considerando que: (a) fabricação do produto tinha sido interrompida, (b) no levantamento realizado em 1988 pela USEPA não foram detectados nos lodos de esgoto e, por último, (c) com a análise de risco constatou que quando tais poluentes encontravam-se presentes, ocorriam em concentrações 10 a 100 vezes menores que as fixadas para a proteção da saúde humana e do meio ambiente (TSUTIYA, 2001; AGENCY, 1999 *apud* HAY, 2010). Assim como os Estados Unidos, o Reino Unido e a Comunidade Européia não existem limites para orgânicos na regulamentação de lodo de esgoto para uso agrícola (DA MATTA, 2011).

A regulamentação de compostos orgânicos no lodo de esgoto tem sido um desafio para as agências de meio ambiente (DA MATTA, 2011). Nos Estados Unidos, a USEPA (1972) estabeleceu a necessidade de revisão bianual da regulamentação de lodo de esgoto CFR 40 part 503. A partir de estudos, para as revisões realizadas nos anos de 2005 e 2007, a USEPA detectou cerca de 800 substâncias químicas no lodo de esgoto, mas apenas 40 poluentes apresentaram informações suficientes para a agência avaliar a exposição e risco e verificar a necessidade de ações regulatórias (USEPA, 2007). Os poluentes orgânicos são potencialmente perigosos por apresentarem baixa solubilidade em água, não se moverem facilmente no solo, serem resistentes à degradação microbiana, apresentarem estabilidade no solo e acúmulo nos tecidos, passarem através da cadeia alimentar (solo – planta – animal – homem), e muitos são carcinogênicos, mutagênicos e teratogênicos (FERREIRA *et al.*, 1999b).

3.5 Ensaio ecotoxicológicos no lodo

O aumento da produção de resíduos e da crescente consciência dos perigos potenciais em relação a esses resíduos, fez com que fosse necessário quantificar os impactos ambientais. Uma das formas de se obter tais informações é realizando testes de ecotoxicidade para avaliar riscos ao ecossistema, à saúde humana e a qualidade dos recursos naturais. Diferentes grupos de organismos têm sido amplamente utilizados como bioindicadores da qualidade do meio ambiente que possibilitam conhecer níveis de contaminação em águas, solos e sedimentos (CÉSAR *et al.*, 2011).

A avaliação da toxicidade do lodo de esgoto por caracterização química e ensaios biológicos é extremamente importante para a adequação dos lodos para aplicação no solo (FUENTES *et al.*, 2006), mas em uma matriz tão complexa como é o lodo de esgoto, não é possível identificar e determinar todos os elementos químicos que possam estar presentes no material, principalmente compostos orgânicos que são inúmeros. Oleszczuk (2010) concluiu em sua pesquisa que apenas análises químicas são insuficientes para a avaliação do potencial tóxico do lodo de esgoto e compostos.

A aplicação do lodo de esgoto em áreas agrícolas pode expor a comunidade microbiana do solo, plantas e animais, incluindo os seres humanos, aos contaminantes contidos no lodo (SHOWANEK, 2004). Portanto há a necessidade de ampliar os conhecimentos dos efeitos ambientais que a disposição do lodo de esgoto pode causar no solo (BETTIOL e CAMARGO, 2006).

Métodos analíticos, normalmente realizados para caracterizar o lodo quanto a sua aplicação no solo, não são suficientes para avaliar todos os poluentes, compostos ou interação entre eles que podem ter uma influência potencialmente negativa sobre os organismos (OLESZCZUK, 2010). Os testes de ecotoxicidade vêm sendo estudados e utilizados para avaliar o potencial de perigo ao ecossistema, à saúde humana e a qualidade dos recursos naturais (CESAR *et al.*, 2011).

Os ensaios de ecotoxicidade podem ser utilizados para classificar e avaliar preliminarmente o potencial de periculosidade de amostras e substâncias, e podem ser aplicados. A partir desses conhecimentos, é possível utilizar os ensaios ecotoxicológicos como informação complementar para estabelecer limites de tolerância de lançamento de várias substâncias químicas no corpo hídrico, monitorar e atender aos requisitos legais (BLAISE e FÉRARD, 2005).

Poucos dados na literatura confirmam a influência de uma dada substância em lodo de esgoto e efeitos de sua toxicidade de forma decisiva. Uma análise detalhada dos riscos relativos à aplicação de lodo, como fertilizante ou condicionador do solo, é indispensável para garantir a segurança de seu uso (OLESZCZUK, 2010).

Segundo ROIG *et al.* (2012), o estudo dos parâmetros de funcionamento do solo, complementado por ensaios ecotoxicológicos e análise do teor de poluente, deve ser feito de forma mais rotineira. Isso garante uma avaliação mais realista dos efeitos em longo prazo de esgoto aplicado em terras agrícolas.

Devido ao aumento da procura pela avaliação do efeito das amostras ambientais complexas, o teste de toxicidade em pequena escala é a opção mais adequada, pela simplicidade, rápida execução e reconhecimento internacional, além de outras vantagens como a necessidade de pouco volume de amostra, sensibilidade conhecida, baixo custo comparado a outros testes utilizando organismos de topo da cadeia trófica e por não necessitar de aprovação por comissão de ética em pesquisa (BLAISE E FÉRARD, 2005).

Os ensaios de toxicidade aguda avaliam os efeitos severos e rápidos, sofridos pelos organismos expostos ao agente químico ou a uma matriz a ser estudada em um curto período de tempo (1 a 4 dias). É possível observar alguns efeitos como mortalidade (principalmente para vertebrados) e de imobilidade (principalmente para os invertebrados). Facilmente determinados, esses efeitos tem um amplo significado biológico e ecológico para o ambiente (RAMIREZ, 2009).

Cesar *et al.* (2011) propuseram uma avaliação ecotoxicológica de latossolos e chernossolos após a aplicação do lodo de esgoto, utilizando testes agudos com microcrustáceos aquáticos (*Daphnia similis*), testes crônicos com algas clorofíceas (*Pseudokirchneriella subcaptata*) e testes de bioacumulação de metais com oligoquetas (*Eisenia andrei*). Os organismos aquáticos apresentaram uma relação significativa e positiva às concentrações de agentes tóxicos e o bioensaio com as algas demonstraram ser o mais sensível à toxicidade do lodo.

3.5.1 Ensaios ecotoxicológicos com *Daphnia similis*

Conhecidas como pulgas-d'água e medindo de 0,5 a 5,0mm, as espécies do gênero *Daphnia* são importantes fontes de alimento para peixes. No Brasil existem as espécies *Daphnia gessnerii*, *D. ambígua* e *D. Lewis*, mas as mais utilizadas em laboratórios são a

Daphnia magna e a *Daphnia similis* as quais não são naturalmente encontradas no país (DOMINGUES e BERTOLETTI, 2006).

BURATINI *et al.* (2004) compararam testes agudos com *Daphnia magna* e *Daphnia similis* em diversos efluentes industriais. Os autores comprovaram que os dois organismos estão estreitamente relacionados e que a *Daphnia similis* atende satisfatoriamente os critérios estabelecidos pelas normas do Canadá e dos Estados Unidos, sendo uma boa escolha.

A espécie *Daphnia similis* é importante para testes de toxicidade aguda, por ser organismo partenogenético, isto é, apresenta estabilidade genética que possibilita lotes uniformes de organismos (DOMINGUES e BERTOLETTI, 2006). Além dessa vantagem, a *Daphnia similis* é muito utilizada em testes ecotoxicológicos por ser bastante sensível a poluentes, abundante na água doce, facilmente cultivável em laboratório, ampla distribuição geográfica e relevante papel no ecossistema aquático (Da MATTA, 2011; RAMIREZ, 2009).

Esses cladóceros (ordem do subfilo crustácea) ou microcrustáceos podem ser avaliados por diferentes efeitos tóxicos como: imobilização, mortalidade e inibição da reprodução. Os resultados de testes ecotoxicológicos com *Daphnia similis* têm apresentado sensibilidade à metais (Da MATTA, 2011).

3.5.2 Ensaios ecotoxicológicos com *Vibrio fischeri*

Em 1979, Bulich, desenvolveu o método para a avaliação da toxicidade de efluentes, sedimentos e solos contaminados utilizando uma bactéria luminescente denominada *Vibrio fischeri*. Encontrado nos oceanos, em vida livre ou associada a outros organismos marinhos, o *Vibrio fischeri* apresenta sensibilidade a baixas concentrações de poluentes e sua utilização em ensaios é favorável pela rapidez dos resultados (15 a 30 minutos de exposição) e custo eficiência (DA MATTA, 2011; RAMIREZ, 2009).

O bioensaio com essa bactéria marinha, anteriormente denominada *Photobacterium phosphoreum* (CETESB, 2001), é baseado na observação das variações na emissão de luz medido por um aparelho chamado luminômetro ou fotômetro, em uma unidade de tempo, por cultura de bactérias de um milhão de células. A emissão de luz é o resultado da atividade

celular, mas, ao entrar em contato com substâncias tóxicas, pode haver a inibir da produção de energia, as bactérias cessam ou diminuem a produção de luz (RAMIREZ, 2009).

Segundo Araújo *et al.* (2006), teste agudo com *Vibrio fischeri* tem apresentado correlação com bioensaios em peixes de água doce e microcrustáceos, exceto para amostras contendo amônia, que causa menos toxicidade em *Vibrio fischeri*. Por esse motivo, essa bactéria pode identificar outros elementos tóxicos mesmo se a matriz em análise apresentar alta concentração de amônia.

De acordo com Kapanen *et al.* (2013) já é comumente utilizado o teste baseado na determinação do efeito inibitório de amostras de lodo de esgoto na emissão de luz do *Vibrio fischeri*. Os próprios autores realizaram testes com *Vibrio fischeri* em lodo de esgoto fresco e lodo compostado e observaram que após 124 dias de compostagem o lodo não apresentava mais toxicidade para o organismo.

3.5.3 Ensaios ecotoxicológicos com *Lactuca sativa*

O teste de fitotoxicidade aguda com *Lactuca sativa* (alface) pode avaliar o efeito tóxico agudo do extrato aquoso da amostra a partir da observação do processo de germinação das sementes e no desenvolvimento das raízes das plântulas nos primeiros dias de alongamento. Sua aplicação tem sido comumente utilizada para registro de praguicidas e avaliação da toxicidade de solos, sedimentos e resíduos orgânicos. É um método custo-eficiente, rápido e sensível, podendo empregar de uma a dez espécies de plantas (DA MATTA, 2011; USEPA, 1972) e ensaios fitotóxicos, em que a matriz é o lodo de esgoto, vêm sendo muito utilizada.

A aplicação dos testes de fitotoxicidade permite não só a avaliação da aplicabilidade de lodo para fins de recuperação de solos agrícolas, mas também para identificar potenciais ameaças para o ambiente e para a saúde humana (SCHOWANEK *et al.*, 2004). Segundo Czerniawska-Kusza *et al.* (2006), relatórios recentes têm considerado o teste de fitotoxicidade útil na avaliação ambiental (solos, sedimentos) e do lodo de esgoto.

O princípio de ensaios com plantas é avaliar o efeito fitotóxico no processo de germinação das sementes e desenvolvimento das raízes nos primeiros dias de crescimento. Neste período de desenvolvimento ocorrem numerosos processos fisiológicos em que a presença de uma substância tóxica pode interferir e alterar a sobrevivência e o seu desenvolvimento normal.

3.6 Índice de Perigo do Lodo de Esgoto (IPLE)

O uso de diferentes espécies em ensaios ecotoxicológicos, para uma mesma matriz, tem possibilitado melhores informações quanto aos riscos ambientais, por considerar as diferentes sensibilidades apresentadas pelos organismos a um determinado composto. Plantas, peixes e invertebrados são os organismos utilizados nesses testes e a integração das análises químicas com os bioensaios é bem apropriada para identificar frações tóxicas e compostos tóxicos presentes em efluentes e lodo (FARRÉ e BARCELÓ, 2003).

Da Matta *et al.* (2009) realizaram testes de toxicidade aguda com *Vibrio fischeri*, teste de inibição da germinação e crescimento de raiz com as sementes de alface, mostarda e couve flor, teste de citotoxicidade *in natura* pelo método de difusão em ágar e teste de mutagenicidade *Salmonella*/microsoma em amostras de lodos de esgoto coletadas em cinco Estações de Tratamento de Esgoto (ETE) do estado de São Paulo. Com os resultados das toxicidades foi elaborada uma classificação preliminar da periculosidade de lodo de esgoto, e pareceu ser uma ferramenta promissora para avaliar o grau de periculosidade de lodos de esgoto.

Posteriormente, Da Matta (2011) desenvolveu o IPLE a partir de análise crítica e adaptação matemática de modelos já existentes como o Índice de Qualidade de Água (IQA), o Potencial de Periculosidade Ambiental (PPA), para o registro de praguicidas, e o Índice de Potencial Efeito Ecotóxico (PEEP - Potential Ecotoxic Effects Probe). O autor propôs o índice para avaliar a periculosidade de lodo de esgoto e subsidiar decisões mais rápidas quanto à aplicação de lodo de esgoto em solo agrícola, utilizando ensaios ecotoxicológicos de curta duração e baixo custo.

Para calcular o Índice de Perigo do Lodo de Esgoto (IPLE), foi utilizada a Equação 1, proposto por Da Matta (2011).

$$(1) \quad IPLE = \ln \left(1 + n \left(\frac{\sum_{i=1}^N T_i}{N} \right) \right)$$

Onde:

IPLE - índice de periculosidade do lodo de esgoto

n - número de resultados positivos

N - número de bioensaios realizados

T_i – resultado dos testes de toxicidade

O resultado dos testes de toxicidade é expresso em unidade tóxica (UT), e obtida a partir da Equação 2.

$$(2) \quad UT = \frac{100}{CE50(\%)}$$

Onde:

UT = Unidade Tóxica adimensional

CE50(%) = Concentração Efetiva 50% expresso em % da amostra

O IPLE pode variar de 0 a 5 (escala adequada para interpretação dos resultados), e nas faixas de 0 a 2 o índice é mais sensível, isso porque pequenas variações no eixo de UT geram grandes variações na resposta do IPLE. Se o IPLE for ≥ 2 , seria necessário uma melhor avaliação (DA MATTA, 2011).

Segundo Da Matta (2011) o desenvolvimento do IPLE se baseou na possibilidade de integração de múltiplos resultados de testes de toxicidade em um único índice, relação direta entre índice de perigo e ocorrência de toxicidade em mais de um teste e relação entre o índice e o perigo, isto é, quanto maior o índice maior o perigo.

Da Matta (2011) utilizou o Índice de Perigo de Lodo de Esgoto (IPLE), apresentado na equação 1, integrando os resultados de teste de ecotoxicidade com bactérias, microcrustáceos e plantas sendo eles, respectivamente, *Vibrio fischeri*, *Daphnia similis* e teste de inibição do alongamento de raiz e germinação de semente com as espécies *Lactuca sativa* (alface) e *Brassica juncea* (mostarda). O autor utilizou dados publicados no ano de 2008 e 2009 pela CETESB de caracterização físico-química, microbiológica, parasitológica e ecotoxicológica de 28 amostras de lodo de esgoto coletadas em 7 ETE do Estado de São Paulo. A partir dos resultados do índice, foi constatado que as amostras com $IPLE \geq 2$ resultaram uma maior frequência de não conformidade quando comparados aos parâmetros recomendados pelo CONAMA nº 375/2006 e orgânicos, enquanto os $IPLE < 2$ atenderam os limites preconizados.

Silva (2012) realizou uma avaliação física, química, biológica e ecotoxicológica em 6 diferentes amostras de lodo de esgoto, para avaliar o IPLE e verificar a possibilidade do uso agrícola. De acordo com os resultados obtidos, todas as amostras de lodo atenderam aos limites preconizados por Brasil (2006) referentes aos metais tóxicos e à concentração de patógenos, mas apenas 2 amostras de lodo estavam aptas ao uso agrícola quando utilizado o IPLE.

Ensaio com *Vibrio fischeri*, *Daphnia similis* e de fitotoxicidade vem sendo utilizados em avaliações de toxicidade de amostras complexas, e foram recomendados para a aplicação no IPLE por mostrarem sensibilidade distinta para poluentes importantes a serem controlados na aplicação do lodo de esgoto em solo agrícola (DA MATTA, 2011). De acordo com Da

Matta (2011), a escolha dos testes de *Vibrio fischeri*, *Daphnia similis* e *Lactuca sativa*, na composição do IPLE, foi dada pelo seu baixo custo e rapidez de resposta, além de atenderem aos efeitos causados nos organismos do solo, no desenvolvimento das plantas, nos organismos aquáticos (por lixiviação), e acumulação de poluentes nas culturas fertilizadas.

Ainda de acordo com Da Matta (2011), os ensaios com *Vibrio fischeri* e *Daphnia similis* são relevantes para integração no IPLE por se mostrarem complementares na sensibilidade para metais e compostos orgânicos, serem representativos do ecossistema aquático e serem utilizados para avaliação preliminar de matrizes ambientais, como solo, sedimentos, resíduos e lodo de esgoto. O autor ainda afirma que para a avaliação da toxicidade do lodo de esgoto ao solo agrícola e sua integração no IPLE, a fitotoxicidade se torna essencial, já que o método utiliza a mistura da amostra com o solo de referência, agregando maiores informações ao teste realizado com o extrato aquoso da amostra de lodo de esgoto.

Esse índice pareceu ser um bom indicador preliminar para as amostras de lodo de esgoto, sugerindo a tomada de decisão precoce de seu uso agrícola e como ferramenta para o acompanhamento e gestão da qualidade do lodo (DA MATTA, 2011).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Locais de amostragem

Foram realizadas amostragens de lodos em 6 diferentes ETE sendo que 5 das amostras foram retiradas logo após o processo de desidratação e uma amostra estava acondicionada em bags (manta geotêxtil, com a finalidade de contenção e desaguamento do lodo) por aproximadamente 4 meses. Todas as estações amostradas estão localizadas no interior do Estado de São Paulo e pertencem a Unidade de Gerenciamento de Recursos Hídricos, UGRHI-5-Piracicaba/Capivari/Jundiaí. Os esgotos tratados são predominantemente domésticos, mas podem receber influências de efluente industrial e os lodos gerados são destinados para aterros sanitários. As amostras receberam nomeação de A à F.

A estação A recebe o esgoto sanitário em uma vazão média de 1.200 L/s e atende aproximadamente 23% da população da cidade onde está situada (254.274 habitantes). Foi inaugurada em 2007 e o tratamento consiste em reator UASB seguido de floculação química e flotores por ar dissolvido para clarificação final. Essa estação gera cerca de 25 t/dia de lodo desidratado por centrífuga, com teor de sólidos de 25%.

A estação B recebe uma vazão média de 240 L/s de esgoto, com capacidade de atender 30.556 (3% da população da cidade). A atividade teve início em 2009 e o tratamento é realizado por reator UASB (digestor anaeróbio de fluxo ascendente - DAFA) seguido de filtros biológicos percoladores e decantadores secundários para clarificação final. Gera 3,1 t/dia de lodo desidratado com teor de sólidos de 21%. A desidratação do lodo é feita a partir de filtro-prensa

A estação C opera desde fevereiro de 2002 com vazão média de 130 L/s, sendo responsável por tratar 60% do esgoto gerado na cidade. O sistema de tratamento da ETE é biológico, sendo do tipo Lodos Ativado com Aeração Prolongada, O lodo é centrifugado, a geração é em torno de 14 t/dia e o teor de sólidos é de 14%.

A estação D tem capacidade de receber 23 L/s de lodo no dia. Atende 9.522 habitantes, representando menos de 1 % da população da cidade onde atua. Foi inaugurada em 2002 e opera a partir de sistema de lodos ativados por batelada. O lodo é desidratado em centrífuga e gera cerca de 0,5 t/dia de lodo com teor de sólidos de 13%.

A Estação E recebe 15% de todo o esgoto do município (aproximadamente 41,4mil habitantes) com uma vazão de 92 L/s. O esgoto é predominantemente doméstico, mas pode receber uma parcela de efluente industrial, principalmente da atividade de galvanoplastia, frequentemente lançado indiscriminadamente sem tratamento pelos estabelecimentos clandestinos. O maior problema da qualidade do esgoto recebido é o pH baixo e concentrações altas de metais, provenientes da falta de pré-tratamento do efluente das atividades galvânicas. O tratamento é composto por um sistema conjugado de reatores UASB com o tratamento por Lodos ativados. A desidratação do lodo é feita por centrifugação e gera 3 t/dia do resíduo.

A Estação F recebe esgoto de aproximadamente 148 mil habitantes que equivale a 70% do efluente de toda a cidade onde ela se localiza. A vazão média do sistema é de 520 L/s. Essa ETE recebe um efluente sanitário cuja contribuição industrial é de aproximadamente 40% em termos de vazão, em que a atividade predominante é do segmento têxtil. O tratamento é composto por filtros biológicos, seguidos de decantadores secundários. O lodo, gerado nos decantadores (primários e secundários), é encaminhado ao biodigestor (1,5% de sólidos), que tem um tempo de detenção entre 30 e 40 dias. Sendo que o lodo após a digestão é encaminhado à centrífuga (4,5 - 5% de sólidos) para desaguamento e é encaminhado para aterro sanitário licenciado com um teor de sólidos entre 30 e 35%. O lodo em questão estava armazenado por 4 meses no bag. Em operação normal a ETE gera um total de 13 t/mês.

As principais características da Estação de Tratamento de esgoto amostradas e sua geração de lodo foram descritos na Tabela 3.

Tabela 3 - Principais características das ETE amostradas e do lodo gerado.

Estação	A	B	C	D	E	F
n° de habitantes atendidos pela estação	254.274	30.556	38.167	9.522	41.400	148.000
Vazão do esgoto (L/s)	1200	240	130	23	92	520
Sistemas de tratamento	Reator UASB seguido de floculação química e flotadores por ar dissolvido	Reator UASB seguido de filtros biológicos percoladores e decantadores secundários	Lodos Ativados com Aeração Prolongada	Lodos ativados por batelada	Sistema conjugado de reatores UASB com Lodos ativados	Filtros biológicos percoladores e decantadores secundários
Geração de lodo	25 t/dia	3,1 t/dia	14 t/dia	0,5 t/dia	3 t/dia	13 t/dia
Pós - tratamento do lodo	Desidratação por centrífuga	Desidratação por filtro-prensa	Desidratação por centrífuga	Desidratação por centrífuga	Desidratação por centrífuga	Biodigestor (30 a 40 dias) + desidratação por centrífuga
Destinação final do lodo	Aterro sanitário					
Teor de sólidos no lodo	25%	21%	14%	13%	*	30-35%

*não informado

UASB = Upflow anaerobic sludge blanket = Digestor anaeróbio de fluxo ascendente (DAFA).

4.2 Coleta e preservação das amostras

Para cada ETE foi realizada uma amostragem simples de aproximadamente 5 kg de lodo. Os lodos A, B, C, D e E foram coletados imediatamente na saída da centrifuga ou filtro-prensa, já para a coleta do lodo F, acondicionado em bag, foram coletadas amostras das partes superiores, já que o acesso às partes intermediárias e inferiores não foi possível para a forma em que estava armazenado. O material foi acondicionado em sacos plásticos atóxicos e o transporte foi realizado sob refrigeração, para garantir a preservação das amostras.

Após as amostras chegarem ao laboratório, foram realizadas as análises de pH, umidade, sólidos, condutividade e nitrogênio na forma amoniacal e na forma nitrito/nitrato no lodo bruto. As amostras para testes realizados no Laboratório de Fertilizantes e Resíduos do Instituto Agrônômico de Campinas (IAC) foram enviadas no mesmo dia da coleta. Outra parte do material foi armazenada em câmara fria a 4°C para ser utilizada de acordo com a necessidade de cada ensaio.

4.3 Preparo das amostras

As amostras foram preparadas de acordo com as necessidades de cada tipo de ensaio realizado. Em alguns casos foram utilizadas as amostras brutas, da maneira que foram coletadas, e para outras análises foi necessário fazer extrato aquoso do lodo.

4.3.1 Preparo dos extratos aquosos

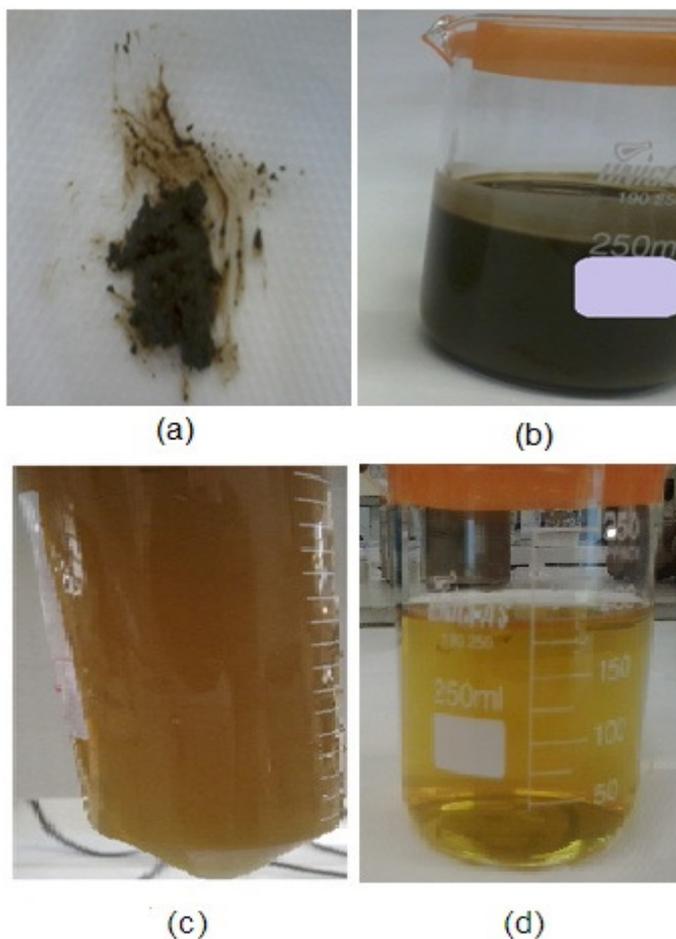
O procedimento para preparação dos extratos aquosos seguiu de acordo com o proposto por Matthews e Hastings (1987). Inicialmente as amostras de lodo foram secas à 63 °C, em estufa, até peso constante, triturada em moinhos de faca e em seguida homogeneizadas.

Para a realização dos testes de toxicidade com *Lactuca sativa L.* e *Vibrio fischeri* foram pesados 100g do lodo seco, adicionado 400 mL de água Milli Q e homogeneizado em

agitador mecânico por tombamento (*Tumbler*), a 30 rotações por minuto (rpm) durante 22 ± 2 horas, à temperatura ambiente. Para os testes de toxicidade com *Daphnia similis*, a mesma proporção de 1:4 (amostra: água) foi utilizada só que substituindo a água Milli-Q pela água mineral reconstituída, com dureza total de 40 a 48mg/L, utilizada no cultivo da *Daphnia similis*.

Após a agitação as amostras foram deixadas em repouso em tubos cônicos por 1 hora. Após esse período foram retiradas alíquotas do sobrenadante para serem centrifugadas em frasco atóxico novos (para evitar contaminação) por 10 minutos a 3500 rpm e filtradas à vácuo. A Figura 1 apresenta a amostra de lodo bruto, antes e depois da centrifugação e após filtração.

Figura 1 - Amostra de lodo, onde (a) é o lodo retirado da centrífuga, (b) extrato de lodo homogeneizado a proporção 1:4, (c) após centrifugação do extrato e (d) após a filtração.



A fase líquida foi filtrada em pré-filtro de microfibras de vidro AP20 (Millipore) e, em seguida, em membrana de acetato de celulose de 1,2 e 0,45 µm (Millipore) de acordo com CETESB (2009). A conservação do extrato aquoso resultante para posteriores testes foi feita em geladeira (no máximo 48 horas) ou em congelador (no máximo por três meses) em tubos de plásticos atóxicos.

4.4 Metodologia das análises químicas

Para a caracterização do potencial agronômico das amostras de lodo, foram utilizadas as metodologias descritas em Embrapa (2009) e em Brasil (2006a). Os parâmetros Carbono Orgânico, Fósforo, Sódio, Potássio, Prata e os 11 metais previstos na Resolução CONAMA nº 375/2006 foram analisados no Laboratório de Fertilizantes e Resíduos do Instituto Agronômico de Campinas (IAC) que tem os parâmetros de interesse acreditado pela ISO/IEC 17025. Os demais parâmetros foram analisados no Laboratório Físico-químico da Faculdade de Tecnologia - FT/UNICAMP. A Tabela 4 apresenta os parâmetros e as metodologias utilizadas.

Tabela 4 - Metodologias para as análises químicas.

Parâmetros	Extração	Determinação	Método utilizado
Arsênio	Digestão com HNO ₃ e HCl	ICP-AES	SW 846 USEPA 2007 método 3051A
Bário			
Cádmio			
Cálcio			
Carbono orgânico	Digestão com H ₂ SO ₄ e K ₂ Cr ₂ O ₇	Titulação volumétrica	Andrade e Abreu (2006)
Chumbo	Digestão com HNO ₃ e HCl	ICP-AES	SW 846 USEPA 2007 método 3051A
Cobre			
Condutividade Elétrica (1:10)	Solubilização em água Milli Q	Condutivímetro	Camargo <i>et al.</i> (1986)
Cromo	Digestão com HNO ₃ e HCl	ICP-AES	SW 846 USEPA 2007 método 3051A
Enxofre			
Fósforo			
Magnésio			
Mercúrio			
Molibdênio			
Níquel			
Nitrito + Nitrato Nitrogênio Amoniacal	Solubilização em NaCl	Destilação e titulação	Raij <i>et al.</i> (2001)
Nitrogênio total	Digestão em H ₂ SO ₄	Destilação e titulação	Raij <i>et al.</i> (2001)
pH (1:5)	Solubilização em água Milli Q	pHmetro	Camargo <i>et al.</i> (1986)
Potássio Total	Digestão com HNO ₃ e HCl	ICP-AES	SW 846 USEPA 2007 método 3051A
Prata			
Selênio			
Sólidos totais			
Sólidos voláteis		Secagem	APHA (2005)
Umidade			
Zinco	Digestão com HNO ₃ e HCl	ICP-AES	SW 846 USEPA 2007 método 3051A

4.5 Teste de Toxicidade Aguda com *Daphnia similis*

O cultivo e a realização dos testes de toxicidade com *Daphnia similis* ocorreram no Laboratório de Ecotoxicologia e Microbiologia Ambiental Profº Dr. Abílio Lopes (LEAL) no campus da FT-UNICAMP em Limeira, conforme ABNT NBR 12.713 (ABNT, 2009).

Os organismos foram cultivados em incubadoras com fotoperíodo de 16h luz e 8 h escuro, temperatura de 18 a 22 °C, em cristalizadores com água de cultivo. Cada cristalizador continha 50 adultos por litro, em recipiente de 2.000 mL. As trocas da água de cultivo nos cristalizadores e a alimentação foram realizadas 3 vezes na semana. As *Daphnia similis* foram alimentadas com cultura da alga *Pseudokirchneriella subcapitata* em fase exponencial de crescimento e vitormônio (ração para truta).

O ensaio agudo consistiu na exposição de neonatas de *Daphnia similis*, com idade de 6 a 24 horas, em concentrações do extrato das amostras de lodo com água de cultivo, e um controle negativo, por um período de 48 horas.

Para cada concentração e controle foram adicionados 20 neonatas, distribuídos em número de cinco em cada uma das quatro réplicas, mantidos a temperatura de 20 ± 2 °C por 48 horas, em ambiente escuro, em recipientes de polietileno com tampa e sem alimentação dos organismos. Após o período de 48 horas foram realizadas as leituras do número de organismos imóveis de cada concentração e do controle.

Testes preliminares foram realizados para reconhecimento das 6 amostras. Os organismos foram expostos às concentrações: 100; 50; 25; 12,5 e 6,2% de extrato do lodo de esgoto. Observou-se a resposta de cada amostra, e foram estabelecidas concentrações ajustadas para cada amostra, que melhor atenda as faixa de toxicidade, e realizado os testes definitivos, segundo a Tabela 5.

Tabela 5 - Concentrações do extrato aquoso de lodo utilizados no ensaio ecotoxicológico com *Daphnia similis*, em porcentagem, referentes a cada estação de tratamento.

Estação	Concentrações (%)
A	10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0
B	3,1; 6,2; 12,5; 25,0; 50,0
C	0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0
D	0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4
E	2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0
F	6,2; 12,5; 25,0; 50,0; 100,0

No tratamento dos dados foram calculadas as concentrações das amostras que causaram efeito agudo, ou seja, a imobilidade de 50% dos organismos expostos (CE50), através do programa estatístico programa estatístico TRIMMED SPEARMAN-KARBER (*JSPEAR*) (HAMILTON *et al.*, 1977).

Testes de sensibilidade foram realizados mensalmente para verificar a saúde dos organismos, com a substância de referência Cloreto de sódio nas concentrações (1,0; 2,0; 2,5; 3,0 e 4,0 mg/L), seguindo as mesmas condições descritas para o teste agudo.

4.6 Teste de Toxicidade Aguda com *Vibrio fischeri*

O teste de toxicidade aguda com *Vibrio fischeri* foi realizado no Laboratório de Saneamento da Faculdade de Engenharia Agrícola/UNICAMP (FEAGRI) em Campinas, seguindo a norma CETESB L5. 227 (CETESB, 2001).

A bactéria foi mantida a -25°C , até a realização do ensaio, e o equipamento utilizado foi o *Toxicity Analyser M500, Microbics®*.

O ensaio consistiu em expor as bactérias bioluminescentes à amostra por 15 minutos, registrando a quantidade de luminescência inicial (I0) e aquela obtida após a exposição (I15). Por tratar-se de uma bactéria salina, foi realizado o ajuste da pressão osmótica da amostra

com uma solução salina (NaCl 20%) na maior concentração utilizada neste ensaio, que foi de 81,9%.

Foram utilizadas 9 diluições em série 1:2, que foram: 81,9, 40,95, 20,48 10,24, 5,12, 2,56, 1,28, 0,64 e 0,32% da amostra do extrato aquoso de lodo e o branco.

Os resultados obtidos com o teste agudo de *Vibrio fischeri* foram expressos por CE50 (I15), representando a concentração que reduziu 50% da luminescência produzida pela bactéria, a uma exposição de 15 minutos, a 15 °C. A partir dos dados brutos foi gerada uma curva de regressão linear com valores de gama (relação entre luz perdida e luz remanescente) e concentrações da diluição serial, utilizando o programa estatístico específico da *Microbics*®.

Foram feitas testes de sensibilidade com sulfato de zinco heptahidratado ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$), utilizando método descritos norma CETESB L5. 227 (CETESB, 2001). Foram também medidos pH e oxigênio dissolvido (O.D.) dos extratos de lodo, e a absorbância da amostra concentrada e das diluições feitas para o ensaio.

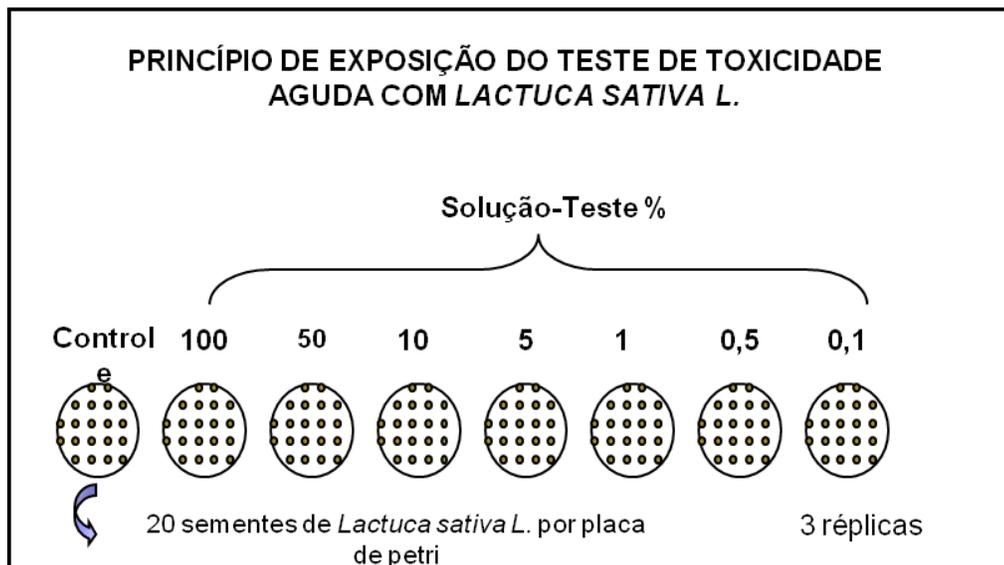
4.7 Teste de Toxicidade Aguda com *Lactuca sativa*

O teste de toxicidade com *Lactuca sativa* foi realizado no Laboratório de Ecotoxicologia e Microbiologia Ambiental Profº Dr. Abílio Lopes (LEAL), FT/UNICAMP em Limeira, seguindo a Norma OPPTS 850.4200 (USEPA, 1996).

Para a realização do teste de toxicidade aguda com *Lactuca sativa L.* foi utilizada a variedade Regina de Verão, preferida pela rápida germinação, e fácil aquisição em lojas de produtos agropecuários. As sementes usadas são isentas de pesticidas, praguicidas e defensivos. Só foram utilizadas sementes com germinação superior a 90%.

O método consistiu em preparar um controle negativo com água altamente purificada e extratos aquosos (na proporção 1:4) de cada amostra de lodo de esgoto diluídos em água Milli Q, nas seguintes concentrações: 100; 50; 10; 5; 1, 0,5 e 0,1%, como mostra a Figura 2.

Figura 2 - Metodologia para a realização do teste com *Lactuca sativa*.



Fonte: Silva, 2011.

Em cada placa de Petri foi colocado papel de filtro qualitativo e adicionado 4 mL da diluição da amostra ou controle negativo, e com o auxílio de pinça foram adicionadas 20 sementes, em triplicata. Para não ocorrer perda de umidade, a placa de Petri foi fechada, sendo logo em seguida coberta com papel alumínio. As placas foram incubadas em estufa por 120 h ou 5 dias, à temperatura controlada de 22 ± 1 °C.

Ao final da exposição, os comprimentos das raízes de cada uma das plântulas correspondentes a cada concentração foram medidos cuidadosamente, com o auxílio de uma régua. As sementes que não germinaram foram contadas e a porcentagem de variação do crescimento das raízes calculadas.

Os resultados foram avaliados de acordo com os critérios estabelecidos por Tam & Tiquia (1994), determinando-se a germinação relativa das sementes, alongamento relativo das raízes e índice de germinação a partir da Equação 3, Equação 4 e Equação 5. Esses dados foram calculados utilizando o software Excel, a partir das equações das retas entre as concentrações testadas e os comprimentos das raízes.

$$(3) \text{ Germinação} = \frac{\text{Número de sementes germinadas na amostra}}{\text{Número de sementes germinadas no controle}} \times 100$$

$$(4) \text{ Raiz} = \frac{\text{Média de alongamento da raiz da amostra}}{\text{Média de alongamento da raiz no controle}} \times 100$$

$$(5) \text{ IG} = \frac{(\% \text{ germinação de sementes}) \times (\% \text{ alongamento da raiz})}{100\%}$$

Para cada amostra os dados foram apresentados na forma de um gráfico concentração-resposta, onde na ordenada colocou-se a porcentagem de inibição e na abscissa a concentração testada. O cálculo de CE50 para o teste de fitotoxicidade foi efetuado a partir da equação da reta traçada a partir dos resultados do alongamento relativo da raiz.

Em paralelo, foram realizados testes de sensibilidade com a substância de referência Sulfato de Zinco (ZnSO_4), utilizando 6 concentrações (0,2; 0,4; 0,8; 1,6; 3,2; 6,4 g L^{-1} de ZnSO_4) e um controle negativo (com água Milli Q), seguindo a mesma metodologia do teste com amostra e obtendo o resultado de CE50.

Após ser obtido os CE50 dos três organismos testados, foram calculados os IPLE das amostras, de acordo com as equações do item 3.6.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram realizadas análises físico-química, química (nutrientes), metais previstos no CONAMA nº 375/2006 e ensaios ecotoxicológicos. Os resultados estão dispostos na Tabela 6.

Tabela 6 - Resultados dos parâmetros físico-químicos, potencial agrônômico, metais e dos ensaios ecotoxicológicos das 6 amostras de lodo de esgoto.

Parâmetros físico-químicos						
	A	B	C	D	E	F
Umidade (%)	76,9	79,4	87,8	87,4	79,2	59,8
Sólidos totais (S.T.) % (m/m)	23,1	20,6	12,2	12,6	20,8	40,2
Sólidos voláteis (S.V.) % (m/m)	57,5	59,2	75,8	85,0	65,5	34,0
S.V./S.T.	2,49	2,87	6,20	6,75	3,15	0,85
pH (1:5)	7,52	7,68	6,45	6,91	7,6	7,77
Condutividade Elétrica (1:10) ($\mu\text{s/cm}$)	137,4	182,0	165,8	540,5	305,0	635,0
Potencial agrônômico (g Kg⁻¹ base seca)						
Cálcio (Ca)	13,1	5,9	3,7	10,7	38,5	4,5
Carbono Orgânico	335	352	309	480	383	112
Carbono/Nitrogênio	8/1	8/1	4/1	5/1	8/1	8/1
Enxofre (S)	54,3	15,8	6,8	7,6	23,6	8,9
Fósforo (P)	25,7	3,7	20,7	12,2	10,6	4,3
Magnésio (Mg)	1,3	1,9	3,9	2,7	2,0	0,77
Nitrato + Nitrito ($\text{NO}_3^+ + \text{NO}_2^-$)	0,036	0,034	0,027	0,025	0,044	0,064
Nitrogênio amoniacal (NH_3^+)	0,32	0,37	0,12	0,53	0,28	0,99
Nitrogênio disponível	13,49	14,84	24,80	33,69	18,55	2,86
Nitrogênio total	33,55	36,93	61,90	84,03	46,19	12,48
Potássio (K)	0,56	1,0	6,7	4,4	0,88	0,95
Sódio (Na)	0,75	0,68	1,0	1,1	0,85	0,084
Metais (mg Kg⁻¹ base seca)						
Arsênio	3,9	4,6	3,8	< 1,0 ⁽¹⁾	4,2	< 1,0 ⁽¹⁾
Bário	650	315	320	116	259	183
Cádmio	1,6	1,2	0,4	0,4	5,5	1,4
Chumbo	15,6	27,6	12,5	19,6	74,5	41,5
Cobre	276	456	171	502	2260	173
Cromo	58,8	37,4	17,8	18,8	113	92,9
Mercúrio	< 1,0 ⁽¹⁾					
Molibdênio	19,4	4,8	2,2	3,0	6,4	0,9
Níquel	26,2	22,1	10,2	12,7	312	80,8
Prata	< 1,0 ⁽¹⁾	< 1,0 ⁽¹⁾	< 1,0 ⁽¹⁾	< 1,0 ⁽¹⁾	14,0	2,2
Selênio	< 1,0 ⁽¹⁾	< 1,0 ⁽¹⁾	< 1,0 ⁽¹⁾	< 1,0 ⁽¹⁾	3,0	< 1,0 ⁽¹⁾
Zinco	482	580	1010	517	4649	510
Ensaio Ecotoxicológicos						
<i>Daphnia similis</i> (CE50%)	25,2	18,9	0,48	0,37	9,15	NT
<i>Vibrio fischeri</i> (CE50%)	44,1	5,5	1,9	1,3	9,0	40,0
<i>Lactuca sativa</i> (CE50%)	21,7	32,4	2,3	3,1	6,6	65,6
IPLE	2,5	3,3	5,7	5,9	3,6	1,3

NT= Não tóxico

(1) Não detectado, concentrações menores do que os limites de quantificação.

5.1 Caracterização físico-química

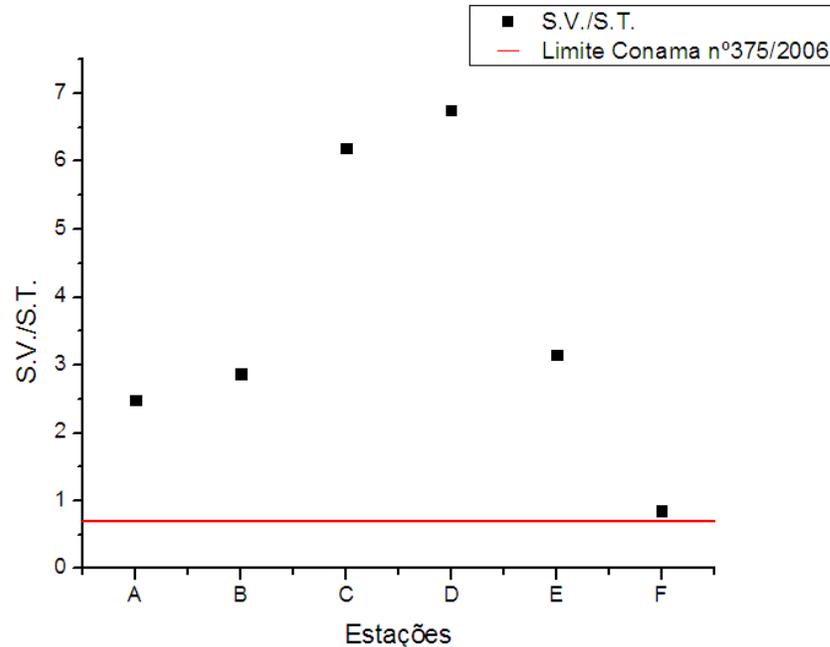
5.1.1 Umidade, sólidos voláteis e pH

Foram realizadas análises físico-químicas para a caracterização do potencial agrônômico das amostras de lodo de esgoto das seis ETE, como mostra a Tabela 6.

A umidade dos lodos de esgoto variou de 59,8 a 87,8%, sendo que desidratação dos lodos foi realizada por centrífugas (estação A, C, D, E e F) e filtro-prensa (estação B). A amostra F ficou acondicionada em bag por 4 meses, por isso apresentou menor valor de umidade. A umidade é fator importante nos custos de transporte do lodo e manuseio para aplicação no solo, sendo assim, quanto menor umidade presente no lodo mais atrativo pode ser sua aplicação agrícola, além da economia no transporte pela diminuição do volume de lodo.

Segundo os resultados obtidos para sólidos totais e voláteis e relação sólidos voláteis/totais (Tabela 6), as amostras de lodo de esgoto foram consideradas não estáveis, pois os valores dessa relação foram maiores que 0,70, ultrapassando o estabelecido pela Conama 375/2006 (BRASIL, 2006a). Isso pode estar relacionado a não estabilização da matéria orgânica nesses lodos, já que as amostras de A a E foram coletadas imediatamente após a centrifugação. No caso da amostra F que estava armazenada em “bag” por 4 meses, apresentou valor mais próximo de 0,70, como mostra a Figura 3.

Figura 3 – Valores da relação sólidos voláteis sobre sólidos totais (S.V./S.T.) das amostras de lodo de esgoto e o limite estabelecido pelo CONAMA nº375/2006.



O pH em extratos aquosos de amostras agrônômicas, como o lodo de esgoto à ser aplicado na agricultura, é um parâmetro importante, pois a acidez ou alcalinidade interfere na forma que os elementos químicos estão disponíveis no solo, podendo ser absorvidos ou não pela planta (DE ABREU *et al.*, 2010) além de fornecer informação sobre o estágio de decomposição da matéria orgânica (CARVALHO *et al.*, 2010). Os valores de pH variaram de 6,45 – 7,77, apresentando um valor próximo a neutralidade (pH=7,00) para todas as amostras que corrobora com os resultados obtidos na literatura (ANDREOLI *et al.*, 2001, COSCIONE *et al.*, 2010).

A condutividade elétrica (CE) dos lodos de esgoto variou 137,4 a 635,0 $\mu\text{s}/\text{cm}$. Esse parâmetro não está previsto no CONAMA nº375/2006, mas é muito importante, pois expressa a concentração de sais solúveis do resíduo. Segundo De Abreu *et al.* (2010) a determinação de CE é necessária para o caso de solos que recebem resíduos e permite o monitoramento da quantidade de sais totais presente nas soluções resíduo-água e solo-água. A condutividade também pode apresentar efeito nos ensaios de toxicidade, como *Daphnia similis*.

5.2 Potencial agronômico

Os lodos contêm matéria orgânica, macro e micronutrientes responsáveis pela produção agrícola e manutenção da fertilidade do solo (TSUTIYA, 2001). Segundo Berton e Nogueira (2010), ensaios com diversas culturas, em que aplica lodo no solo, têm apresentado produtividade igual ou superior ao tratamento com adubação mineral.

O Nitrogênio é um nutriente essencial para o desenvolvimento da planta e a matéria orgânica contribui para as propriedades físicas, químicas, físico-químicas e biológicas do solo. Segundo Ferreira *et al.* (1999b), o teor de nitrogênio no lodo é o fator determinante para seu uso na agricultura.

De acordo com De Melo e Marques (2000), o valor típico de nitrogênio total no lodo de esgoto é de 4%, e esse valor já supre a necessidade de nitrogênio da planta. Os valores de N total dos seis lodos em estudo variaram de 1,2 a 8,4% (Tabela 6).

Para calcular o nitrogênio disponível foram utilizados valores fixos de fração de mineralização (FM) preconizados no CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a). Para as estações A, B, C, D e E o valor foi de 40% e para a estação F foi 20%. Os resultados de nitrogênio disponível variaram de 2,86 a 24,8 g Kg⁻¹ (Tabela 6). Para determinar a dose agronômica ideal para aplicação de lodo, há necessidade de determinar a quantidade do nitrogênio orgânico que pode ter no lodo de esgoto que é potencialmente mineralizável (BOEIRA, 2004).

As formas de Nitrogênio (N) encontradas no solo estão na forma orgânica, mas as formas de nitrogênio absorvidas pela planta são amônio (NH₄⁺) e nitrato (NO₃⁻), portanto o N contido nos compostos orgânicos deve ser mineralizado. O conhecimento da taxa de mineralização é necessário para tomar decisões de quando aplicar fertilizantes e definir a dosagem (ANDRADE *et al.*, 2010). Ainda em relação ao nitrogênio é preciso considerar a necessidade da cultura e o comportamento do solo após aplicações sucessivas de lodo, principalmente no que diz respeito ao risco de lixiviação do nitrato, quando ocorre a mineralização do lodo no solo.

A matéria orgânica de boa qualidade traz como benefício à melhoria da densidade e estruturação do solo, retenção da água, aeração e drenagem, maior tamponamento e correção do pH do solo, além de melhorar a fauna e flora, aumentar a capacidade de troca catiônica (CTC) e adsorção de nutrientes (CARVALHO *et al.*, 2010). A determinação de Carbono orgânico nas ETE estudadas variou de 112 a 480 g Kg⁻¹ seco (Tabela 6). Tsutiya (2001) afirmou que a variação dos valores de matéria orgânica nos lodos está relacionada ao tratamento adotado para o lodo.

Os valores apresentados na Tabela 6 mostram que quanto maior a taxa de estabilização, maior a concentração de Carbono orgânico nos lodos, exceto a amostra da estação C. Isso pode ter acontecido por algum erro analítico, já que a análise de Carbono Orgânico é um método muito sensível e de muitos interferentes, ou por outro fator desconhecido. A amostra F apresentou menor valor de Carbono Orgânico, isso se dá ao tratamento final do lodo adotado (biodigestor) e ao tempo que ficou em bags (4 meses), diferente das outras estações que apenas desidratou o lodo de esgoto. Esse tratamento possibilitou uma melhor estabilização, ou podendo também ser chamado de mineralização.

A Relação Carbono/Nitrogênio (C/N) no lodo tem uma função essencial para o metabolismo de desenvolvimento de microorganismos, que necessitam de carbono como fonte de energia e nitrogênio para a síntese de proteínas. Essa relação é a que melhor caracteriza o equilíbrio dos substratos para a compostagem (CARVALHO *et al.*, 2010). A relação C/N adequada para decomposição do material orgânico é em torno de 20/1 (RODRIGUES e SELBACH, 2003). No lodo de esgoto, a relação C/N é baixa, geralmente numa faixa entre 5 a 11/1 (FERNANDES, 2000; DE CARVALHO, 2001). Os valores de C/N dos lodos estudados variaram de 4/1 a 8/1 e estão de acordo com o encontrado na literatura (COSCIONE *et al.*, 2010). Esses valores representam uma baixa relação de C/N e alto valor de N comparado ao carbono orgânico.

Fertilizantes orgânicos têm baixo teor de nutrientes, sendo considerados condicionadores do solo, promovendo melhoria das propriedades físicas, físico-químicas e biológicas do solo. Para melhoria das características químicas, isso é adicionar nutrientes no solo, é necessário aplicação de fertilizantes minerais, que elevam o custo de produção

(CARVALHO *et al.*, 2010). O lodo além de apresentar matéria orgânica e o N, é dotado de macronutrientes necessárias para a agricultura, são eles o P, K, Na, S, Ca e Mg das amostras de lodo de esgoto.

O P presente no lodo provém da matéria orgânica constituinte da biomassa aeróbia e/ou anaeróbia e dos detergentes e sabões em pó (SAMPAIO, 2010). A concentração de P pode variar muito em cada lodo, sendo que nos lodos estudados essa variação foi de 3,7 a 25,7 g Kg⁻¹ seco (Tabela 6). No estudo de Sampaio (2010) o teor de P no lodo de esgoto variou de 0,6 a 3,7% e afirmou que esse valor poderá aumentar com as futuras adequações dos lançamentos de efluentes às exigências ambientais.

O K também é considerado nutriente essencial para o desenvolvimento da planta e é mais abundante do que o P, mas no lodo de esgoto é encontrado em baixas concentrações por ser bastante solúvel em água, variando de 0,01 a 0,36% (TSUTIYA, 2001; SAMPAIO, 2010). Nos lodos estudados esse valor variou de 0,056 a 0,67% (Tabela 6). O Ca, Mg e S são macronutrientes, presentes no lodo essencialmente na forma mineral. Mesmo em pequenas aplicações de biossólidos podem suprir as necessidades da maioria das culturas (TSUTIYA, 2001). Os valores de Ca, Mg e S variaram, respectivamente, de 0,37 a 3,85%, 0,08 a 0,39% e 0,06 a 0,67% (Tabela 6). De acordo com Tsutyia (2001) o cálcio, dentre os três, é o elemento mais abundante no lodo, o que está de acordo com os resultados obtidos.

5.3 Análises de metais

Foram realizadas as análises dos 11 substâncias inorgânicas, previstas na Resolução CONAMA nº 375/2006 (BRASIL, 2006a), e a Prata. Os resultados estão dispostos na Tabela 6.

De todos os metais analisados, apenas o elemento Zn da estação E excedeu o limite permitido pelo CONAMA nº 375/2006, e segundo a legislação já inviabilizaria a aplicação na agricultura. Esse elevado teor se deve à forte atividade de empresas de galvanoplastia da cidade, algumas delas clandestinas que lançam águas de banho do seu processo produtivo para a rede coletora de esgoto sem tratamento prévio.

A legislação para a Comunidade Européia (86/278/EEC) define limites de 7 metais no lodo para uso na agricultura, enquanto a legislação americana, estabelecida pelo Código Federal de Regulamentações, considera 9 elementos (DE MELO *et al.*, 2010). As Figuras 4 a 11 apresentam os resultados dos metais Bário, Cádmio, Chumbo, Cobre, Cromo, Molibdênio, Níquel e Zinco obtidos nos lodos coletados, os limites de metais no lodo para aplicação no solo definidos pelas legislações brasileira, americana e européia. Também são apresentados os resultados encontrados para os metais em 7 estações do estado de São Paulo (CETESB, 2009) e dos Estados Unidos (FYTILI e ZABANIOTOU, 2008).

Figura 4 – Concentração de Bário, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo e esgoto coletadas.

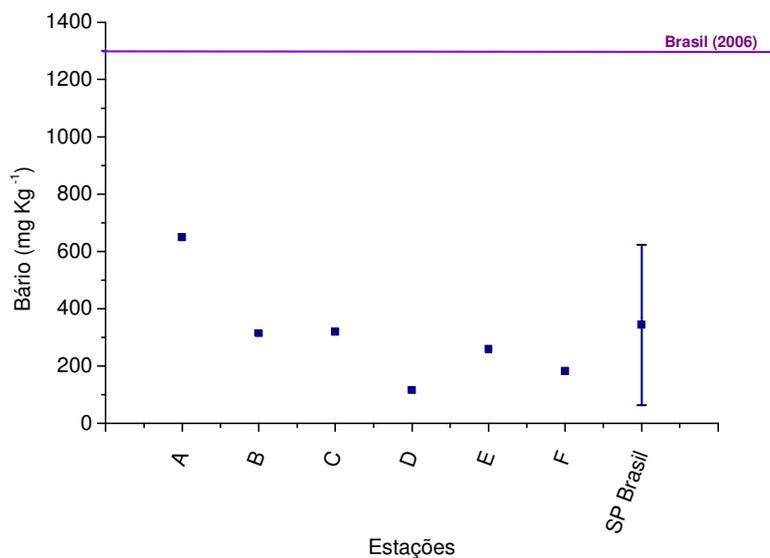


Figura 5 – Concentração de Cádmio, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.

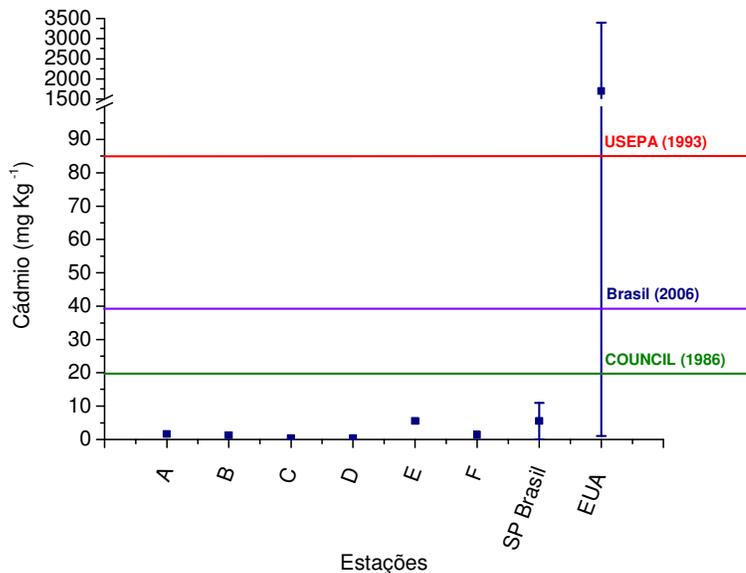


Figura 6 – Concentração de Chumbo, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.

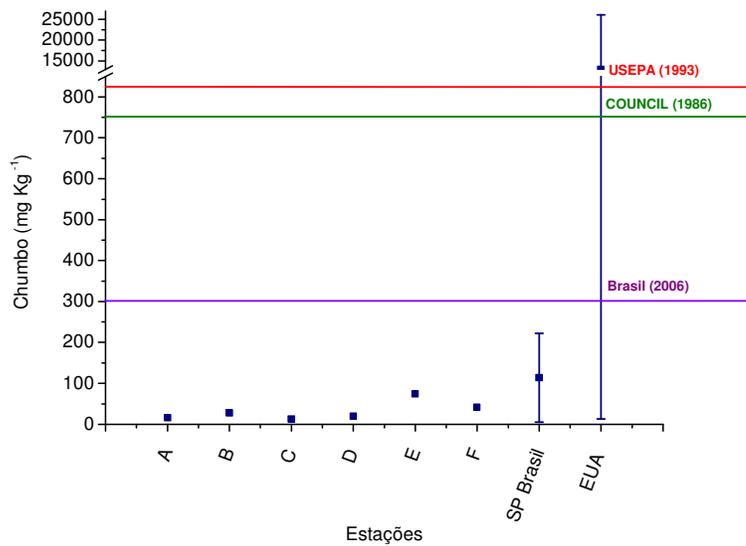


Figura 7 – Concentração de Cobre, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.

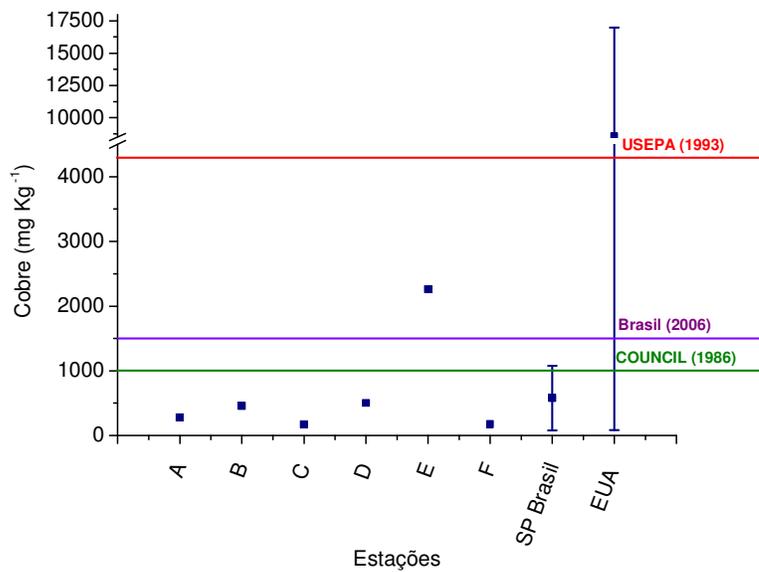


Figura 8 – Concentração de Cromo, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.

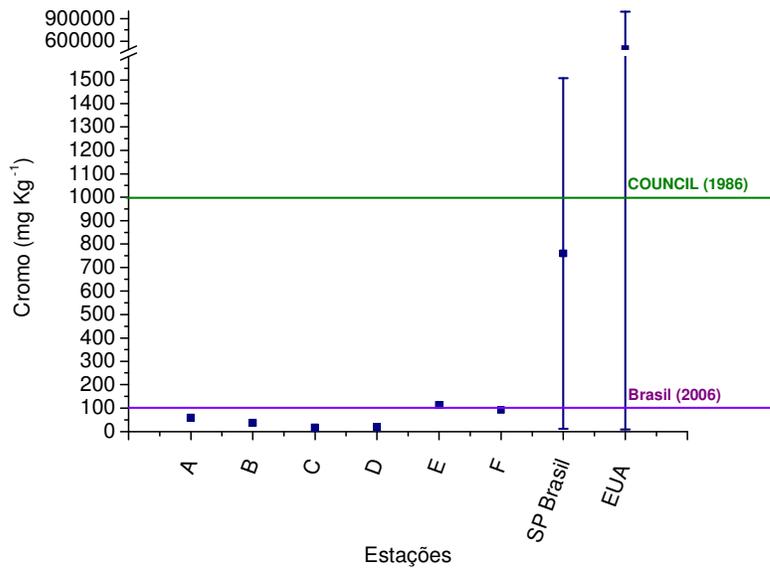


Figura 9 – Concentração de Molibdênio, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.

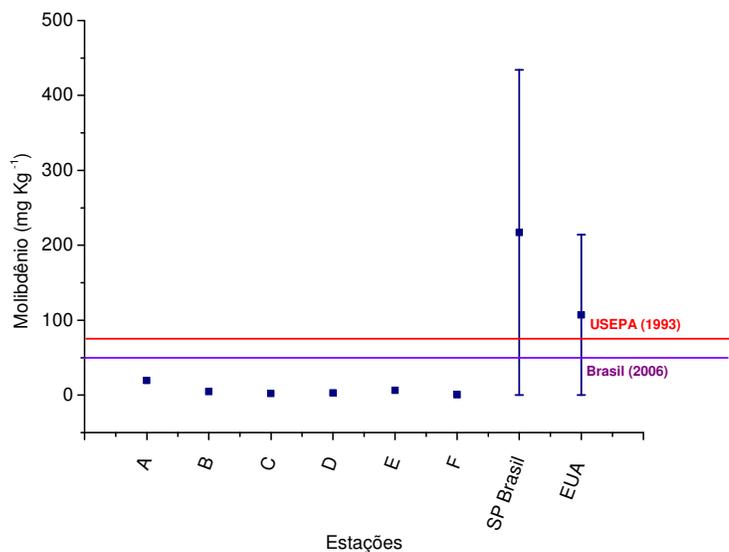


Figura 10 – Concentração de Níquel, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.

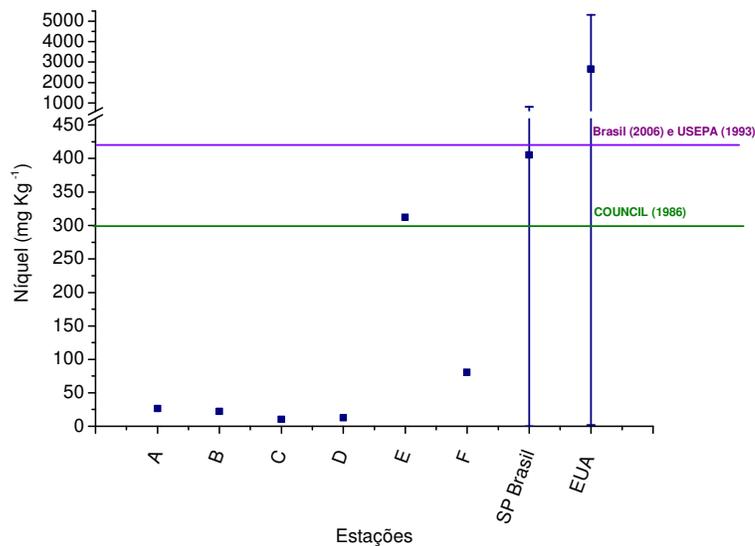
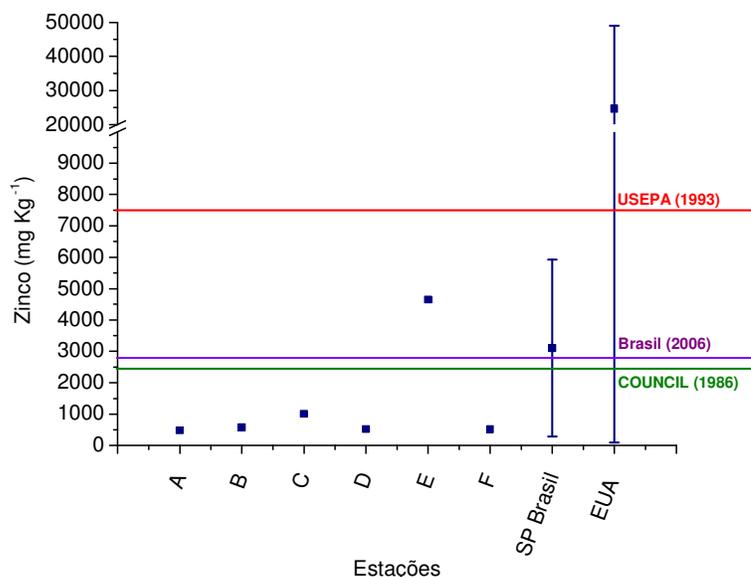


Figura 11 – Concentração de Zinco, em mg Kg^{-1} , detectados na massa bruta das 6 amostras de lodo de esgoto coletadas.



Pode se observar que para os resultados obtidos, todos os metais se encontram abaixo dos limites permitidos pela Resolução CONAMA nº 375/2006, com exceção de Cu, Cr e Zn (Figuras 7, 8 e 11) para a amostra da estação E. A presença em excesso desses metais pode estar relacionada com as atividades industriais desenvolvidas no município onde o lodo foi coletado. De acordo com ANDREOLLI *et al.* (2001) esses metais são usados na galvanoplastia e indústrias têxteis, além de outras atividades químicas, e na região das ETE que apresentaram esses metais em concentrações mais elevadas há desenvolvimento dessas atividades. O Zn é diretamente retirado e absorvido pelas plantas, quando presente em solos contaminados e o Cu, apesar de não ser prontamente disponível para as plantas, pode se acumular nas raízes restringindo seu crescimento.

Ao comparar os resultados desse trabalho com os dados obtidos em SP (CETESB, 2009) pode-se observar que de modo geral os teores de metais encontrados estiveram dentro do intervalo dos resultados de CETESB (2009). Somente o bário e cobre apresentaram respectivamente para a ETA A e E valores maiores que os obtidos por CETESB (2009). Porém é preciso ressaltar que nessa pesquisa foi analisada apenas uma amostra de lodo de

cada ETE e os dados de SP foram obtidos em 4 campanhas de amostragem nas 7 ETE, o que pode justificar essa diferença apresentada nos resultados.

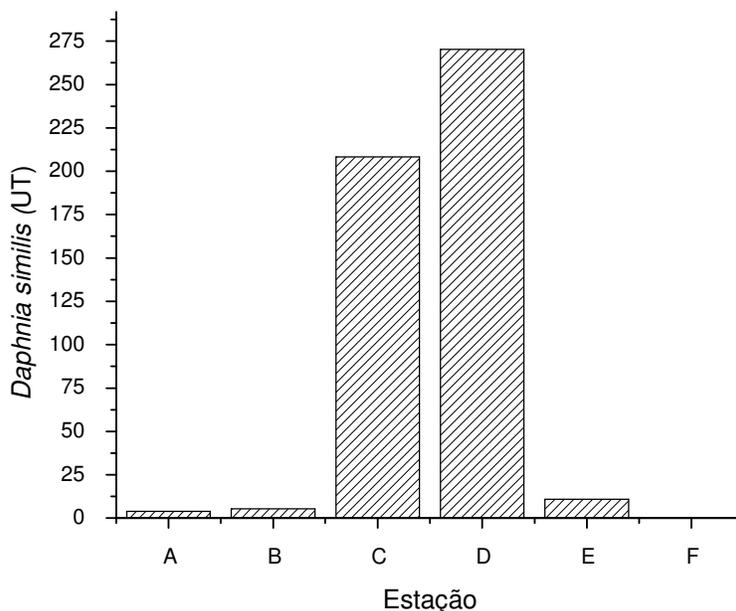
A concentração de prata também foi verificada nos lodos pesquisados e embora não seja contemplada na legislação, pode-se observar que na estação E a concentração encontrada foi de 14,0 mg Kg⁻¹ (base seca). A Ag é um metal que pode causar toxicidade às comunidades aquáticas, atuando como inibidor enzimático, sendo importante iniciar seu monitoramento para verificar se pode estar ocorrendo acúmulos desse metal no lodo, o que poderá trazer riscos futuros na aplicação de lodo em solos agrícolas.

5.4 Resultados ecotoxicológicos

5.4.1 Resultados de *Daphnia similis*

Os resultados dos ensaios de toxicidade utilizando *Daphnia similis* foram obtidos a partir de teste agudo com a espécie e expressos em CE50. A amostra de lodo da estação F não apresentou toxicidade para 50% da população. Os valores de CE50 das amostras A, B, C, D e E foram respectivamente: 25,2, 18,9, 0,48, 0,37 e 9,15% (Tabela 6). Esses valores foram convertidos para UnidadeTóxicas (UT=100/CE50) e estão apresentados na Figura 12.

Figura 12 – Valores de Unidade Tóxica (UT) para teste com *Daphnia similis*, nas 6 amostras de lodo de esgoto das estações avaliadas.



As amostras C e D foram as que apresentaram maior toxicidade para *Daphnia similis*. Já a amostra F não apresentou valores de CE50 para esse organismo. Na Tabela 6 é possível verificar que a amostra que apresentou maior concentração de metais foi a o lodo da estação E. Para os valores de cada metal, é observado uma concentração de metais inferior quando comparados as amostras C e D com a amostra E. Portanto, os metais não explicam o efeito tóxico das amostras à *Daphnia similis*.

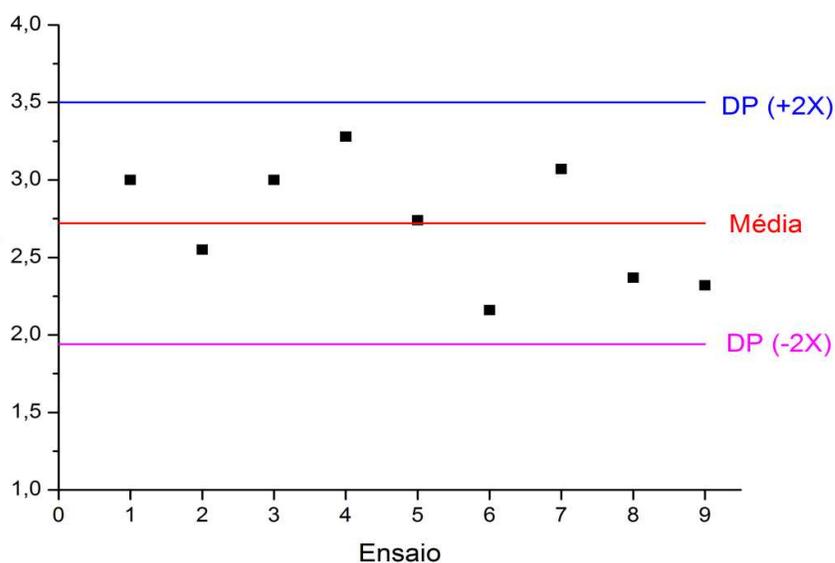
Um dos fatores de mascaramento para *Daphnia similis* pode ser a amônia, não analisado nesse trabalho, e os resultados de Nitrogênio total foram maiores para as amostras que apresentaram maior toxicidade (C e D). Mas com os resultados de *Vibrio fischeri*, menos sensível à amônia, pode ser observado o mesmo comportamento de toxicidade para as amostras C e D, portanto há um indício que outros compostos estão sendo tóxicas para os organismos testados.

Segundo a ABNT NBR 12713/2009, as amostras que apresentem valores de pH fora da faixa de 5,0-9,0, valores de Óxigênio Dissolvido (O.D.) inferiores a 1mg/L e materiais

particulados podem interferir no resultado. Todos os extrato de lodo de esgoto foram filtrados e atenderam valores de pH e O.D.

A carta-controle, especificada na ABNT NBR 12713/2009, é feita mensalmente no LEAL. Os resultados foram obtidos a partir do teste de sensibilidade aguda de *Daphnia similis* à Cloreto de sódio (NaCl), no ano de 2013 até o mês de setembro (fim dos testes com *Daphnia similis* desse presente trabalho). Todos os valores devem estar apresentados num intervalo de ± 2 desvios padrão relacionados aos valores anteriores. Na Figura 13 é visto que a exigência da norma foi atendida. .

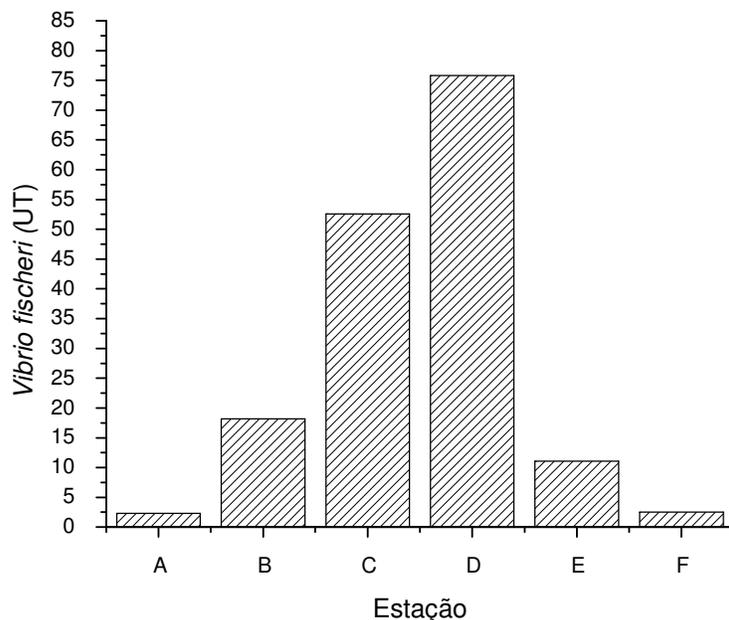
Figura 13 – Carta controle de *Daphnia similis*.



5.4.2 Resultados de *Vibrio fischeri*

Os resultados dos ensaios de toxicidade utilizando *Vibrio fischeri* foram obtidos a partir de teste agudo, por leitura da luminescência, com a espécie e expressos em CE50 após 15 minutos de exposição da bactéria às amostras. Os valores de CE50 das amostras A, B, C, D, E e F foram respectivamente: 44,1, 5,5, 1,9, 1,3, 9,0 e 40,0%. Esses valores foram convertidos para UnidadeTóxicas e os valores estão apresentados na Figura 14..

Figura 14 – Valores da Unidade Tóxica (UT) para teste com *Vibrio fischeri*, nas amostras dos 6 lodos avaliados.



Farré *et al.*(2001) e Pérez *et al.*(2001, *apud* Kapanen *et al.*, 2013), observaram uma relação da toxicidade em *Vibrio fischeri* com a presença de compostos orgânicos como hidrocarbonetos poliaromáticos (HPAs), bifenilas policloradas (BPCs), nonifenóis (NFs) e nonifenóis carboxilados (NFC).

Araújo *et al.* (2006) avaliaram sedimentos de reservatórios de água no sudeste do Brasil. Entre os ensaios, foi realizado o teste com *Vibrio fischeri* que teve sua luminescência inibida pelos compostos orgânicos encontrados nesse sedimento, como nonifenóis, benzotiazol, entre outros.

Kapanen *et al.* (2013), não utilizaram relações de compostos orgânicos com os valores de toxicidade, mas realizaram bioensaios em lodo de esgoto fresco e lodo compostado. Eles observaram que já com 26 dias do lodo iniciar a compostagem houve redução significativa de toxicidade aguda, do potencial de desregulação endócrina e da genotoxicidade. Após 124 dias de compostagem o lodo não apresentava mais toxicidade para *Vibrio fischeri*. Os autores

relacionaram essa diminuição na toxicidade ao nível de maturidade do lodo. A mesma relação de maturidade do lodo e a toxicidade foram visto nesse trabalho, como mostra a Tabela 7.

Tabela 7 - Relação da toxicidade das amostras de lodo para *Vibrio fischeri* com a estabilização (S.V./S.T).

ETE	<i>Vibrio fischeri</i> (UT)	S.V./S.T.
A	2,3	2,5
B	18,2	2,9
C	52,6	6,2
D	75,8	6,8
E	11,1	3,2
F	2,5	0,9

A Tabela 7 reforça que a afirmação de Kapanen *et al.* (2013) que a maturidade do lodo reflete na toxicidade. Quanto menor o valor de estabilização, menor é a toxicidade. Esse comportamento é reflexo da taxa de mineralização do lodo, isto é, da transformação de compostos orgânicos para inorgânicos.

Os valores de pH do extrato de lodo de cada estação foram medidos e de acordo com a norma L5.227 (CETESB, 2001) o valor de pH deve ser superior a 6,0 e inferior a 8,5, caso contrário poderá causar efeito tóxico. Nas 6 estações não foram necessárias ajuste de pH pois todos os extratos do lodo, submetidos ao teste, atendiam esse intervalo. Os valores de Oxigênio Dissolvido (OD) do extrato de lodo também atenderam a norma. Outro critério de validação, que foi atendido no teste, é o fator de correção (f_i) dos resultados das diluições, que deve ser maior ou igual a 0,7.

Quanto a salinidade, o ajuste osmótico foi feito como descrito na Norma L5.227/2001. Outro interferente relevante é a absorbância, pois uma amostra que apresente coloração, principalmente marrom ou vermelha, pode reduzir o nível de luz emitida, e que não se refere à toxicidade causada pela amostra (CETESB,2001) . Esse parâmetro foi medido para o extrato de lodo e todas as diluições em que o *Vibrio fischeri* foi exposto. Foi possível utilizar os valores das absorbâncias de cada diluição no software *Microbics*® para a correção matemática da interferência da cor nos resultados iniciais em cada diluição.

Para a validação dos resultados desse teste de toxicidade com *Vibrio fischeri* a norma L5.227/2001 exige que o valor de CE50_{15min} do organismo-teste, por meio de sulfato de zinco heptahidratado (ZnSO₄.7H₂O). Os resultados do teste de sensibilidade atenderam a faixa aceitável de 3,0 a 10,0mg/L.

5.4.3 Resultados de *Lactuca sativa*

O ensaio fitotóxico consistiu na contagem das sementes germinadas e medição do crescimento da raiz da *Lactuca sativa* após 5 dias de exposição ao controle e às amostras de lodo de esgoto. A Tabela 8 apresenta os valores do crescimento da raiz das sementes em contato a água Milli-Q (controle) e as diluições das amostras de lodo das seis estações.

Tabela 8 – Valores médios do tamanho das raízes, em centímetros, de *Lactuca sativa* após 5 dias de exposição às amostras de lodo das 6 estações.

Crescimento da raiz (cm)						
Estação	A	B	C	D	E	F
Controle	2,4±0,8	2,5±0,8	4,3±1,7	1,9±0,7	2,4±0,8	2,4±0,8
0,1%	2,3±0,8	2,3±0,8	1,6±0,7	1,6±0,5	1,9±0,5	2,6±0,8
0,5%	1,8±0,6	1,3±0,5	0,88±0,5	0,9±0,3	1,5±0,5	2,4±0,8
1%	1,7±0,6	2,2±0,5	0,94±0,4	0,7±0,3	1,0±0,4	2,4±0,8
5%	0,8±0,3	1,7±0,6	0,1±0,03	0,0	0,6±0,4	2,1±0,8
10%	0,6±0,3	1,4±0,5	0,1±0,05	0,0	0,3±0,2	2,2±0,6
50%	0,0	0,5±0,2	0,0	0,0	0,0	1,2±0,4
100%	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,7±0,3

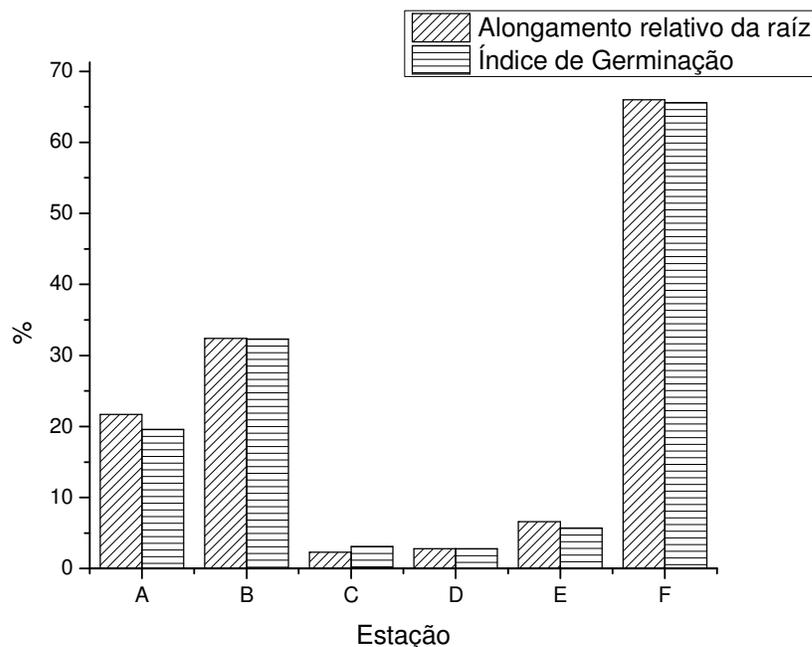
Walter *et al.* (2006) utilizaram sementes de agrião (*Lepidium sativum L.*), cevada (*Hordeum vulgare L.*) e aveia (*Avena sterilis*) para testes com lodos de esgoto que receberam tratamentos anaeróbios, peletizados e compostagem, originados de ETE a região central da Espanha. Foram também analisados os metais pesados dos lodos e foi verificado que as concentrações de metais como Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb e Zn foram similares para todos os lodos analisados. O teste de toxicidade apresentou uma variação significativa, nas sementes de aveia, a germinação relativa e o alongamento relativo da raiz foram superiores a 100%,

isso é, apresentou efeito estimulante para o crescimento da raiz, quando em contato com lodo compostado. Já com o lodo anaeróbio apresentou efeito inibitório no crescimento de raiz e índice de germinação para todas as sementes. No entanto os autores afirmam que os três lodos poderiam ser utilizados na agricultura de acordo com níveis máximos permitidos pela legislação espanhola.

Esse efeito estimulante de crescimento da raiz também foi detectado nesse trabalho, para a semente de *Lactuca sativa* exposta à amostra F apresentou crescimento em 100% do extrato de lodo de esgoto e crescimento maior que o controle nas concentrações 0,1; 0,5 e 1,0%, ainda se, considerar o intervalo de confiança do controle (1,56 - 3,14cm) e das concentrações 5,0% (1,22 - 2,90cm) e 10,0% (1,64 - 2,76cm), pode-se afirmar que os valores são próximos. Esse comportamento, possivelmente, se deve à absorção de nutrientes pela *Lactuca sativa*, presente no lodo de esgoto.

As amostras A e B apresentaram crescimento de raiz iguais ao controle apenas na 1ª concentração (0,1% de extrato de lodo). As amostras das demais estações apresentaram valores abaixo do controle. Com os valores de crescimento e germinação relativa da raiz pode ser calculada o alongamento relativo da raiz e o índice de germinação como mostra a Figura 15.

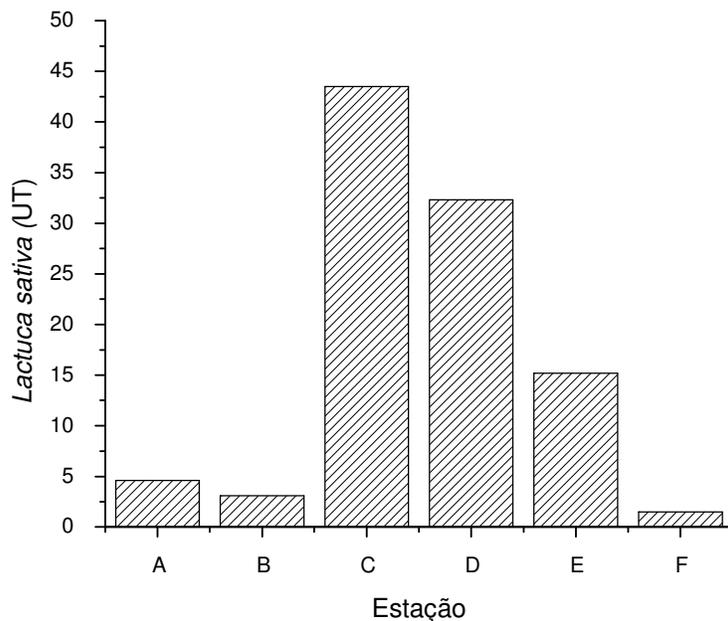
Figura 15 – Resultados do Alongamento relativo da raiz e Índice de Germinação dos ensaios de fitotoxicidade com *Lactuca sativa* para os lodos das 6 estações, em porcentagem de lodo de esgoto.



Oleszczuk (2008) afirma que o parâmetro de crescimento relativo da raiz é mais sensível que a germinação. De acordo com os resultados obtidos pode-se verificar que o comportamento das sementes quando expostas a cada lodo foi bastante semelhante, nos efeitos para o alongamento relativo da raiz e o índice de germinação (Figura 18). A amostra C apresentou maior toxicidade para a *Lactuca sativa* e o alongamento relativo da raiz foi menor que o índice de germinação.

Os resultados de *Lactuca sativa* foram obtidos a partir de teste com a espécie e medição do crescimento da raiz, expressos em CE50, e apresentados na Tabela 6. Esses valores foram convertidos para UnidadeTóxicas ($UT=100/CE50$) e os valores estão apresentados na Figura 16.

Figura 16 – Valores da Unidade Tóxica (UT) para teste com *Lactuca sativa*, nas 6 estações.



A amostra da estação F apresentou menor toxicidade seguidos das amostras da estação B e A. Já a estação C apresentou maior toxicidade.

Fuentes *et al.* (2006) quantificaram metais pesados de acordo com exigências da legislação europeia e realizaram testes de fitotoxicidade em lodos anaeróbios, aeróbios e lodos não estabilizados da região de Múrcia (Espanha). As sementes utilizadas foram de agrião (*Lepidium sativum L.*) e cevada (*Hordeum vulgare L.*). A concentração de metais pesados não ultrapassou os limites da legislação europeia. O índice de germinação da cevada diminuiu de acordo com a diminuição do grau de mineralização do lodo, e nos ensaios com agrião o índice de germinação foi menor que na cevada. Os autores concluíram ainda que a estabilização influencie na distribuição dos metais, pois o lodo melhor estabilizado mostrou uma menor taxa de metais disponíveis, ao contrario do lodo não estabilizado que continha maior acumulação de metais pesados na fração mais facilmente assimilável pela planta.

Wong *et al.* (2001) submeteram lodos digeridos anaerobiamente de quatro estações de tratamento de esgoto de Hong Kong à caracterização química e aos ensaios de toxicidade para avaliar a potencialidade de aplicação no solo. Os lodos de esgotos das várias estações de tratamento em Hong Kong demonstraram diferenças significativas em suas propriedades químicas. Isto pode ser explicado pelas diferentes fontes de esgotos e a eficiência do tratamento. Dos quatro lodos, o lodo originado a partir de efluentes de curtume apresentou níveis mais elevados do que o exigido pela USEPA de Zn (4692 mg Kg^{-1}) e Cr (2243 mg Kg^{-1}), e outro lodo apresentou altas concentrações de Ni (202 mg Kg^{-1}), esse por influência de efluentes de galvanoplastia. A caracterização química confirmou que o Zn foi o metal mais móvel em lodos de esgoto em comparação com outros metais pesados. Embora o teste de germinação de sementes não mostrarem inibição significativa sobre a germinação das sementes, houve a inibição do crescimento das raízes de *Brassica chinensis* (repolho chinês) utilizada no teste de fitotoxicidade, principalmente com o lodo que apresentou teores de Zn e Cr mais elevados.

A presença de metais, em concentrações superiores a necessidade da planta, podem inibir seu crescimento e germinação. Nesse trabalho não foi possível relacionar o comportamento da fitotoxicidade dos lodos de esgoto com os metais pesados, já que a amostra E foi o lodo que apresentou maior concentração para os três elementos, com uma grande diferença comparado ao lodo da estação C, o qual a toxicidade foi maior. Essa não relação é importante para afirmar que não é suficiente apenas caracterizar o lodo de esgoto a partir da presença de metais.

5.4.4 Cálculo do IPLE

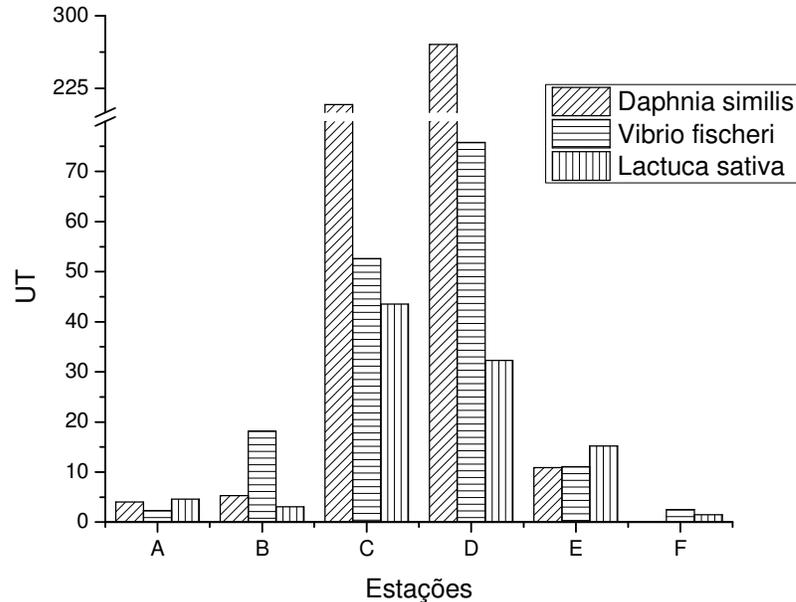
A partir dos resultados dos testes ecotoxicológicos com *Daphnia similis*, *Lactuca sativa* e *Vibrio fischeri*, expressos em Concentração Efetiva 50% (CE50) e transformados em unidade tóxica (UT), foi calculado o IPLE - Índice de Perigo de Lodo de Esgoto (Tabela 9).

Tabela 9 - Índice de lodo de Esgoto (IPLE) e respostas dos bioensaios obtidos em seis amostras de lodo de esgoto do estado de São Paulo, Brasil.

ETE	<i>Daphnia similis</i> (UT)	<i>Vibrio fischeri</i> (UT)	<i>Lactuca sativa</i> (UT)	Resultados positivos	IPLE
A	4,0	2,3	4,6	3	2,5
B	5,3	18,2	3,1	3	3,3
C	208,3	52,6	43,5	3	5,7
D	270,3	75,8	32,3	3	5,9
E	10,9	11,1	15,2	3	3,6
F	0	2,5	1,5	2	1,3

O organismo que mais apresentou variação quanto a amplitude de Unidade tóxica (UT) foi *Daphnia similis* (de não tóxico à 270,3 UT), seguido do *Vibrio fischeri* (de 2,3 a 75,8 UT) . O comportamento de cada organismo das amostras de lodo das ETE A a F, estão apresentados na Figura 17.

Figura 17 - Unidades tóxicas das amostras de lodo a partir de ensaios ecotoxicológicos com *Daphnia Similis*, *Vibrio fischeri* e *Lactuca sativa*.



Quanto maior a UT, maior a toxicidade da amostra ao organismo referido. Na amostra C e D a *Daphnia similis* foi a que mais apresentou sensibilidade, sendo que a amostra D foi extremamente tóxica ao organismo. O lodo da estação B teve como organismo mais sensível o *Vibrio fischeri*, enquanto a amostra A apresentou valores de toxicidade próximos para os três organismos. A amostra F não apresentou toxicidade para *Daphnia similis*, e valores muito baixos para *Lactuca sativa* e *Vibrio fischeri*, comparado às outras amostras. A Tabela 9 representa a ordem de sensibilidade das espécies expostas às estações amostradas, onde 1 indica maior sensibilidade, e 3 menor sensibilidade. O organismo mais sensível dentre os resultados de toxicidade obtidos nos 6 lodos, foi *Daphnia similis*, seguido da *Vibrio fischeri* e *Lactuca sativa* (Tabela 10). Da Matta (2011) também avaliou esses organismos para determinação do IPLE e obteve essa mesma ordem de sensibilidade.

Tabela 10 – Ordem de sensibilidade dos organismos *Daphnia similis*, *Vibrio fischeri* e *Lactuca sativa*.

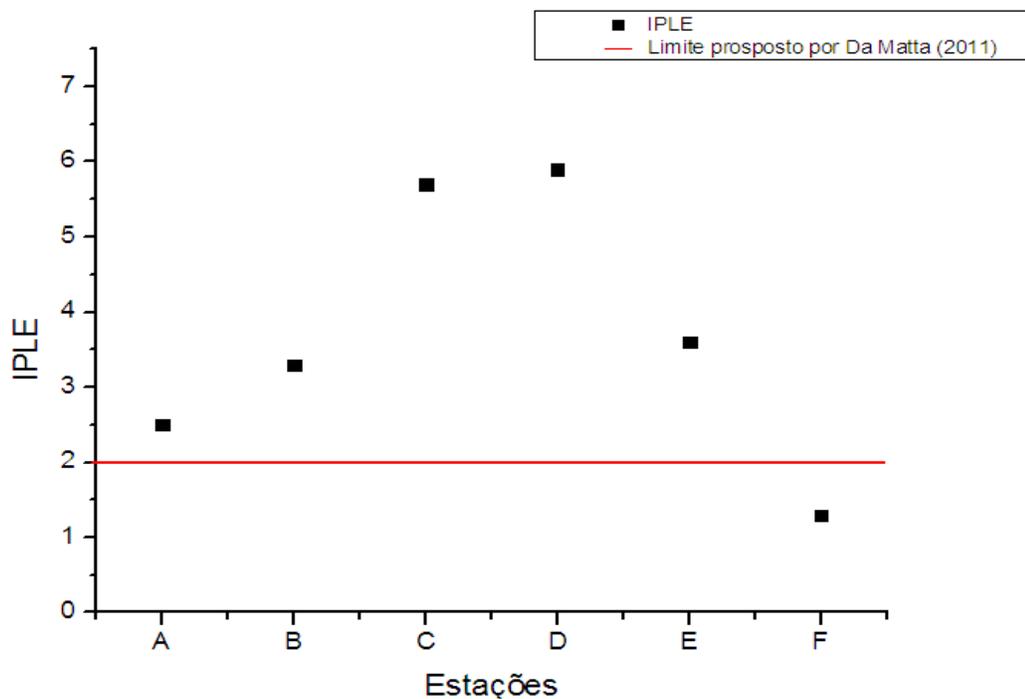
ETE	<i>Daphnia similis</i>	<i>Vibrio fischeri</i>	<i>Lactuca sativa</i>
A	2	3	1
B	2	1	3
C	1	2	3
D	1	2	3
E	3	2	1
F		1	2
Total	9	11	13

1 - ordem mais sensível

3 - ordem menos sensível

Para amostras de A à E, o IPLE alcançou valores muito superiores ao limite proposto por Da MATTA (2011) ao uso agrícola, que seria $IPLE < 2$. Apenas a estação F, está abaixo desse valor. Na Figura 18 são apresentados os valores das amostras de lodo de esgoto quanto aos valores obtidos de IPLE comparados ao limite sugerido por Da Matta (2011) ao uso agrícola.

Figura 18 - Índices de Perigo de Lodo de Esgoto (IPLE) em seis amostras de diferentes ETES do estado de São Paulo, Brasil, e o limite sugerido por Da Matta (2011) ao uso agrícola.



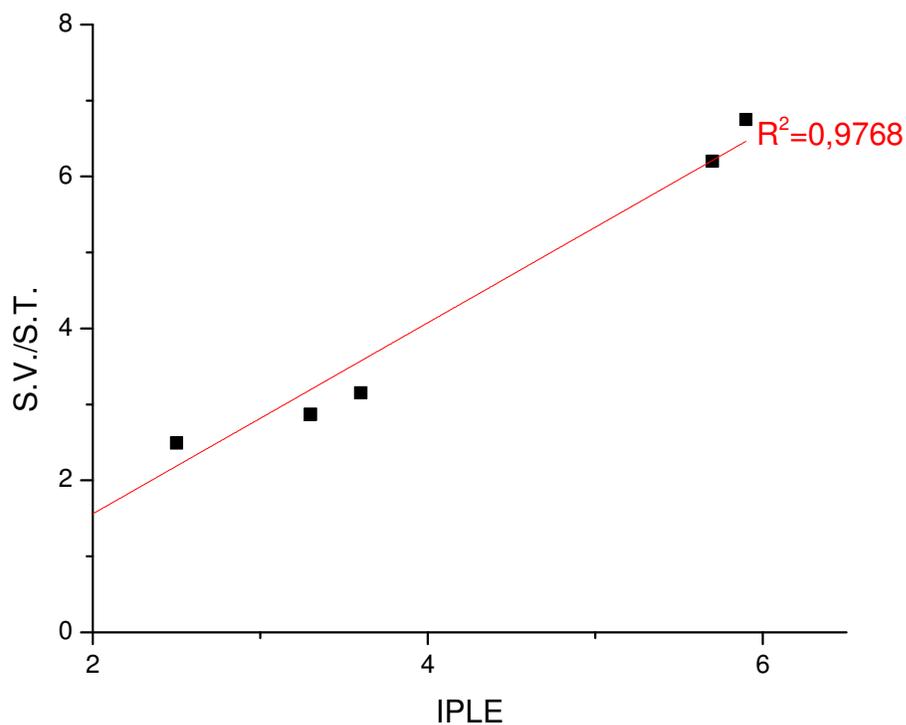
Os resultados de IPLE avaliados por Da Matta (2011), com base nos resultados da CETESB (2009), foram menores comparados a maioria dos resultados do presente trabalho. Dentre as 6 amostras de lodo analisadas nesse trabalho, apenas a amostra F apresentou valor de IPLE inferior a 2, e foi a única amostra que passou por processo de estabilização por biodigestor e armazenamento em bag. As outras amostras não sofreram nenhum processo de estabilização. Já para os lodos de esgoto analisados por CETESB (2009) dentre 7 amostras, 3 delas resultaram valores de IPLE menor que 2, e nenhum IPLE maior que 5.

As ETE C e D apresentaram os maiores valores de IPLE, no entanto, os valores de metais encontrados nos lodos atendiam à legislação (Brasil, 2006a), o que indica que a toxicidade apresenta nessas amostras, que elevou o IPLE, pode ter sido causada por outras substâncias que não são os metais analisados, como por exemplo, substâncias orgânicas, que não foram avaliadas nesse estudo. As ETE E e F apresentaram alguns metais em

concentrações bastante elevadas e IPLE menores, principalmente a ETE F, o que pode confirmar que a toxicidade apresentada pode não ter sido causada pelos metais avaliados.

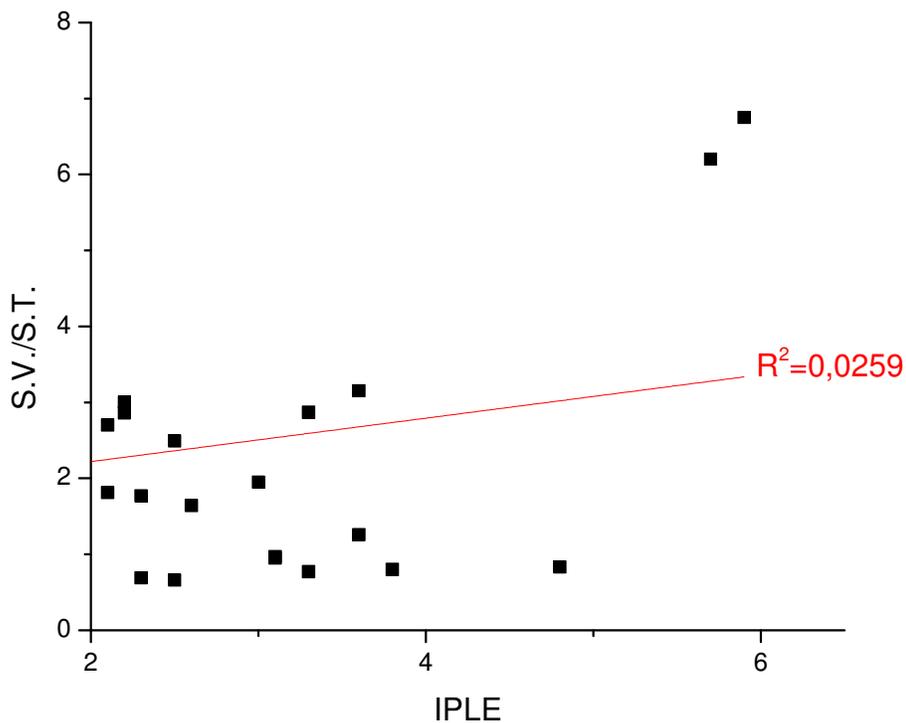
Nos resultados obtidos nesse trabalho, apenas a amostra de lodo da ETE F apresentou IPLE menor que 2, que indicaria a possibilidade de sua utilização agrícola. Esse lodo foi o único que passou por um processo de estabilização e que apresentou a relação SV/ST próxima de 0,70, mais próxima do valor estabelecido pelo Conama 375/2006. Foi realizada análise de correlação dessa relação e o IPLE. Na Figura 19 é apresentada a correlação entre a relação sólidos voláteis/sólidos totais e embora não ocorra correlação significativa (nível de significância $\alpha= 0,01$; $n=4$) há uma indicação que possa haver uma relação entre a estabilização do lodo e o IPLE. Nesse trabalho foram avaliadas poucas amostras e seria necessário aumentar o número de campanhas de amostragem para poder avaliar melhor os resultados e verificar a correlação. Os valores de IPLE dos 6 lodos de esgoto diminuíram nos lodos melhores estabilizados, e apresentaram correlação entre eles ($R^2=0,9768$) como mostra a Figura 19.

Figura 19 - Correlação (Pearson) entre S.V./S.T. e valores de IPLE dos 6 lodos de esgoto.



Também foi realizada a correlação com os valores obtidos por CETESB (2009) e Da Matta (2011) (Figura 20), mas nesse caso pode-se observar que não houve nenhuma correlação (nível de significância $\alpha= 0,01$, $n=32$) entre a relação SV/ST e o IPLE

Figura 20 – Correlação (Pearson) entre S.V./S.T e valores de IPLE dos 6 lodos de esgoto e lodos analisados por CETESB (2009) e IPLE calculados por Da Matta (2011).



O interesse agrícola pelo lodo está relacionado principalmente ao seu teor de nutrientes (N, P e micronutrientes) e a taxa de matéria orgânica. Normalmente a presença de nutrientes no lodo são superiores aos encontrados nos fertilizantes orgânicos e minerais existentes no mercado (ILHENFELD, *et al.*; 1999). Os lodos avaliados apresentaram um grande potencial agrônômico, metais abaixo dos limites preconizados pela Resolução CONAMA nº 375/2006 (exceto para a amostra E), mas valores de estabilização acima do aceitável, a toxicidade do lodo para os organismos avaliados e, conseqüentemente, altos valores de IPLE, indicam a necessidade de mais análises para assegurar a utilização de lodo com segurança ao meio ambiente.

A utilização do IPLE é importante como uma avaliação preliminar desse lodo e seu potencial de utilização. O lodo de esgoto é uma matriz muito complexa e é necessário realizar uma avaliação cautelosa desse resíduo antes de sua disposição em solo agrícola, a fim de evitar danos ao ambiente. Os lodos avaliados nesse trabalho, de acordo com o IPLE, demandariam de melhor caracterização quanto à presença de substâncias orgânicas para poder ser utilizado, tendo em vista que os resultados obtidos indicam que não houve correlação entre as concentrações de metais e o índice. Desta forma, outros compostos tóxicos presentes nas amostras podem ter contribuído aos efeitos obtidos nos indicadores que compõem o índice, sendo necessária maior investigação do lodo antes de sua utilização na agricultura.

6 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

Para que o lodo seja aplicado na agricultura de maneira segura, essa atividade deve ser amparada por legislação e normas específicas, além de mais pesquisas e controle de qualidade. Ainda existe muito a ser estudado quanto o lodo de esgoto aplicado na agricultura, principalmente em regiões de climas tropicais, como o Brasil, mas já houve um avanço científico.

Os lodos avaliados não estavam estabilizados, o que já é um ponto para eliminar a hipótese do uso na agricultura, mas as características físicas e químicas indicam um potencial agrônomo. Todas as amostras de lodo de esgoto apresentaram conformidade aos limites de metais recomendados pela Resolução CONAMA nº 375/2006, com exceção de Cobre, Cromo e Zinco para a amostra da estação E. Todas as amostras apresentaram toxicidade aos organismos avaliados, no entanto, essa toxicidade não está correlacionada com a presença dos metais. Em relação ao IPLE, 5 estações apresentam valores superiores a 2, e duas ETE apresentaram valores de IPLE acima de 5.

De acordo com os limites de metais da legislação brasileira (BRASIL, 2006) e o limite sugerido por Da MATTA (2011) para o IPLE, a amostra de lodo de esgoto da Estação F seria a melhor opção para ser utilizada na agricultura, mas antes é necessário melhor caracterização do lodo.

Assumindo a importância de consolidar alternativas de destinações adequadas para o lodo de esgoto no Brasil, mais estudos relacionados a aplicação dessa matriz na agricultura devem ser desenvolvidos. As recomendações para a continuidade desse trabalho são: utilizar a mesma metodologia, mas apenas com lodos que apresentem taxa de estabilidade menor que 0,70, já que o CONAMA nº375/2006 veta o uso de lodo de esgoto não estabilizado, caracterização de compostos orgânicos no lodo de esgoto e sua relação com o IPLE, análises de biodegradação (respirometria) de diferentes doses de lodo aplicado em solo e investigação dos compostos que possam causar toxicidade nas amostras.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 12.713:** Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda – Método de ensaio com *Daphnia spp* (Cladocera, Crustácea). Rio de Janeiro. 2009. 21p.

ALCARDE, J.C. **Manual de análise de fertilizantes;** Piracicaba, FEALQ, 2009. 259p.

ALMÉRI, N. (). Lodo de esgoto como adubo na agricultura. **Negócios S.A.;** 2010.

ANDRADE, J.C.; ABREU, M.F. **Análise química de resíduos sólidos para monitoramento e estudos agroambientais.** Instituto Agrônômico de Campinas, 2006. 178 p.

ANDRADE, C.A.; BOEIRA, R.C.; PIRES, A.M.M. Nitrogênio presente em lodo de esgoto e a Resolução nº 375 do CONAMA. In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA.** Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 8, p 157-169.

ANDRADE, C. A.; MATTIAZZO, M. E. Nitratos e metais pesados no solo e nas árvores após aplicação de biossólidos (lodo de esgoto) em plantações florestais de *Eucalyptus grandis*. **Scientia florestalis.** N. 58. p. 59-72. 2000

ANDREOLI, C.V. **Lodos de Esgotos, tratamento e disposição.** Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental – UFMG, Belo Horizonte, Companhia de Saneamento do Paraná, 2003. v. 6, 483p.

ANDREOLI, C.V.; FERREIRA, A.C.; CHERUBINI, C.; TELES, C.R.; CARNEIRO, C.; FERNANDES, F. Higienização do lodo de esgoto. In: Cleverson Vitório Andreoli (coord.). **Resíduos Sólidos do Saneamento: Processo, reciclagem e disposição final.** PROSAB, 2001. v. 2, cap.4 , p.87-116.

APHA/AWWA/WEF. **Standard methods for the examination of water and wastewater.** 21ª ed. Washington: American Public Health Association, 2005. 1082p.

ARAÚJO, R.; BOTTA-PASCHOAL, C.; SILVÉRIO, P.; ALMEIDA, F.; RODRIGUES, P.; UMBUZEIRO, G.; JARDIM, W.F.; MOXETO, A.A. Application of Toxicity Identification Evaluation to Sediment in a Highly Contaminated Water reservoirs in Southeastern Brazil. **Environmental Toxicology and Chemistry**, 2006. v.25, p. 206-213.

BERTON, R. S.; NOGUEIRA, T. A. R. Uso de lodo de esgoto na agricultura. In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. 407 p., 1ª edição, cap. 2, p 31-50.

BETTIOL, W; CAMARGO, O.A. **Lodo de Esgoto: Impactos Ambientais na Agricultura**. Jaguariúna, Embrama Meio Ambiente, 2006. 343p.

Brasil. Decreto Nº 4.954, de 14 de Janeiro de 2004 que dispõe sobre a inspeção e fiscalização da produção e do comércio de fertilizantes, corretivos, inoculantes ou biofertilizantes destinados à agricultura, e dá outras providências, regulamenta a Lei no 6.894, de 16 de dezembro de 1980. **Presidência da República Casa Civil: Subchefia para Assuntos Jurídicos**, Brasília (DF), 2004.

_____. Presidente do Conselho Nacional do Meio Ambiente. Ministério do Meio Ambiente. Resolução 375 de 29 de agosto de 2006. **Diário Oficial da União**, Brasília (DF), 2006a, 30 ago. Seção n.167, seção 1, p.141-146.

_____. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA. Instrução Normativa SDA nº 27, de 05 de junho de 2006. Dispõe sobre fertilizantes, corretivos, inoculantes e biofertilizantes, para serem produzidos, importados ou comercializados, deverão atender aos limites estabelecidos nos Anexos I, II, III, IV e V desta Instrução Normativa no que se refere as concentrações máximas admitidas para agentes fitotóxicos, patogênicos ao homem, animais e plantas, metais pesados tóxicos, pragas e ervas daninhas. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 09 de junho de 2006b. Seção 1. p.15.

_____. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento - MAPA. Instrução Normativa SDA nº 25, de 23 de julho de 2009. Aprova as Normas sobre especificações e as garantias, as

tolerâncias, o registro, a embalagem e a rotulagem dos fertilizantes orgânicos simples, mistos, compostos, organominerais e biofertilizantes destinados à agricultura. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 28 de julho de 2009. Seção 1. p.20

_____. Lei Nº 12.305, de 2 de agosto de 2010 institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, altera a Lei no 9.605, de 12 de fevereiro de 1998. **Diário Oficial da União**, Brasília (DF), 2010 03 ago. n 147, Seção 1, p.3

_____. Ministério do Meio Ambiente. Plano Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS). Brasília, fev. 2012, 104p.

BOEIRA, R. C. **Uso de Lodo de Esgoto como Fertilizante Orgânico: Disponibilização de Nitrogênio em Solo Tropical**, Jaguariúna, SP. EMBRAPA, 2004.

BURATINI, S.V.; BERTOLETTI, E.; ZAGATTO, P.A. Evaluation of *Daphnia similis* as a test species in Ecotoxicological Assays. **Environmental Contamination and Toxicology**. 2004. v. 73, p. 878-882.

CAMARGO, E. A.; MONIZ, A. C.; JORGE, J. A.; VALADARES, J. M. A. S. **Métodos de análises químicas, mineralógica e física de solos do Instituto Agrônomo de Campinas**. Campinas: Instituto Agrônomo. 1986. 94p. (Boletim técnico, 106).

CARVALHO, F. J. P.; COELHO, H. J.; LEAL, J. G. T. Legislação sobre fertilizantes orgânicos e lodo de esgoto. In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 4, p 71-80.

CESAR, R.G.; ÁLVARO, T.T.; SILVA, M.B.; COLONESE, J.; PEREIRA, C.; POLIVANOV, H.; EGLER, S.G.; BIDONE, E.D.; CASTILHOS, Z.C. Biodisponibilidade de contaminantes em solos brasileiros tratados com lodo de esgoto: uma abordagem ecotoxicológica utilizando bioensaios com organismos aquáticos e edáficos. **Geochimica Brasiliensis**, in press, 2011. p. 41-49.

CETESB - COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL - **L5.227**.
Teste de toxicidade com a bactéria luminescente *Vibrio fischeri*: método de ensaio. São Paulo,
2001. 13p.

_____. **Caracterização toxicológica, química e microbiológica de amostras de lodo de esgoto do estado de São Paulo**. Diretoria de Tecnologia, São Paulo: CETESB; 2009. 144p.

COUNCIL, **Directive 86/278/EEC** de 12 Junho de 1986. The protection of the environment, and in particular of the soil, when sewage sludge is used in agriculture. 1986.

CZERNIAWSKA-KUSZA I, CIESIELCZUK T, KUSZA G, CICHÓN A. Comparison of the Phytotoxkit microbiotest and chemical variables for toxicity evaluation of sediments. **Environ Toxicol**. 2006. p. 367-372.

DA MATTA, M. E. M. **Índice de perigo para subsidiar a aplicação de lodo de esgoto em solo agrícola**. 2011. 100p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Medicina, Universidade de São Paulo, São Paulo.

DA MATTA, M.E.M; KUMMOW, F.; UMBUZEIRO, G.A. – Uma possível classificação da periculosidade de lodos de esgoto utilizando testes de toxicidade: Resultados preliminares. **Revista AIDIS de Ingenieria y Ciencias Ambientales: Investigación, desarrollo y práctica**, v. 2, n.1, p. 49-55, 2009.

DE ABREU, M.F.; DE ANDRADE, J.C.; COSCINE, A. R. Protocolos recomendados para análises químicas de resíduos e solos contaminados. In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 10, p 197-222.

DE CARVALHO, P. C. T. Compostagem. In: TSUTIYA, M. T.; COMPARINI, J. B.; ALEM SOBRINHO, P; HESPANHOL, I.; De CARVALHO, P. C. T.; MELFI, A. J.; DE MELO, W. J.; MARQUES, M. O. (Org.). **Biossólidos na agricultura**. São Paulo: SABESP, 2001. cap. 6, p 181-208.

DE MELO, W. J.; De MELO, G. M.; De MELO, V. P.; BERTIPAGLIA, L. M. A. A Resolução CONAMA 375 e os metais pesados. In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 6, p 113-133.

DE MELO, W. J.; MARQUES, O. M. Potencial do lodo de esgoto como fonte de nutrientes para as plantas. In: Bettioli, W.; Camargo, O. A. (Org.). **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna: editora EMBRAPA Meio Ambiente, 2000. cap. 5, p. 109-142.

DOMINGUES, D.; BERTOLETTI, E. Seleção, Manutenção e Cultivo de Organismos Aquáticos. In: P. A. Zagatto, & E. Bertoletti, **Ecotoxicologia Aquática - Princípios e Aplicações**. São Carlos: RIMA, 2006. cap. 7, p. 153-184.

EMBRAPA. **Manual de Análises Químicas de Solos, Plantas e Fertilizantes**. Brasília, DF: Embrapa Informação Tecnológica, 2009. 627p.

FARRÉ, M., BARCELÓ, D. Toxicity testing of wastewater and sewage sludge by biosensors, bioassays and chemical analysis. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 22, n. 5, p. 299-309, 2003.

FARRÉ, M.; GARCÍA, M-J, CASTILHO, M.; RIU, J.; BARCELÓ, D. Identification of surfactant degradation products as toxic organics compounds present in sewage sludge. **J. Environmental Monit.**, v. 3, p. 232-237, 2001.

FERNANDES, F. Estabilização e higienização de biossólidos. In: W. Bettioli e O. A. Camargo (Ed.). **Impacto ambiental do uso agrícola do lodo de esgoto**. Jaguariúna, SP:Embrapa Meio Ambiente, 2000. p.312.

FERNANDES, F.; SOUZA, S. G. Estabilização de lodo de esgoto. In: Cleverton Vitorio Andreoli (coord.). **Resíduos Sólidos do Saneamento: Processo, reciclagem e disposição final**. PROSAB, 2001. v. 2, cap. 2, p. 29-56.

FERREIRA, A.C.; ANDREOLI, C.V.; JURGENSEN, D. Produção e características dos biossólidos. In: **Uso e manejo do lodo de esgoto na agricultura**. Curitiba: PROSAB, 1999a. cap.1, p.16-25.

FERREIRA, A.C.; ANDREOLI, C.V.; LARA, A. I. Riscos associados ao uso do lodo de esgoto. In: **Uso e manejo do lodo de esgoto na agricultura**. Curitiba: PROSAB, 1999b. cap.3, p.29-33.

FUENTES, A.; LLORÉNS, M.; SÁEZ, J.; AGUILAR, M.I.; PÉREZ-MARÍN, A.B., ORTUÑO, J.F.; MESEGUER, V.F. Ecotoxicity, phytotoxicity and extractability of heavy metals from different stabilized sewage sludges. **Environmental Pollution**, v. 143, p. 355-360, 2006.

FYTILI, D.; ZABANIOTOU, A. Utilization of sewage sludge in EU application of old and new methods--A review." **Renew. Sust. Energ. Rev.**, v. 12, p. 116-140, 2008.

GONÇALVES, R. F.; LUDUVICE, M.; LIMA, M. R. P.; RAMALDES, D. L. da C.; FERREIRA, A.; TELES, C. R.; ANDREOLI, C. V. Desidratação de lodo de esgoto. In: Cleverton Vitório Andreoli (coord.). **Resíduos Sólidos do Saneamento: Processo, reciclagem e disposição final**. PROSAB, 2001. v. 2, p. 57-86.

HAMILTON, M. A.; RUSSO, R. C.; THURSTON, R. V. Trimmed Spearman-Kärber method for estimating median lethal concentrations in toxicity bioassays environment. **Science Technology**, p. 714-719, 1977.

HARRISON EZ, OAKES SR, HYSSELL M, HAY A. Organic chemicals in sewage sludges. **Sci. Total Environ**. 2006; 367(2-3): 481-497.

HAY, A. G. Compostos orgânicos em lodo de esgoto: "The book is on the table". In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 15, p 315-324.

HOSPIDO, A.; CARBALLA, M.; MOREIRA, M.; OMIL, F.; LEMA, J.M.; FEIJOO, G. Environmental assessment of anaerobically digested sludge reuse in agriculture: Potential impacts of emerging micropollutants. **Water research**, v.44, p 3225-3233, 2010.

IBGE Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Pesquisa nacional de saneamento básico 2000**. Rio de Janeiro, 2002. 397p.

IBGE Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Pesquisa nacional de saneamento básico 2008**. Rio de Janeiro, 2010. 219p.

ILHENFELD, R. G. K.; PEGORINI, E. S.; ANDREOLI, C. V. Fatores limitantes. In: **Uso e manejo do lodo de esgoto na agricultura**. Curitiba: PROSAB, 1999. cap.5, p.46-63.

KAPANEN, A.; VIKMAN, M.; RAJASÄRKKÄ, J.; VIRTA, M.; ITÄVAARA, M. Biotests for environmental quality assessment of composted sewage sludge. **Waste Management**, p.1-10, 2013.

KELESSIDIS, A.; STASINAKIS, A. S. Comparative study of the methods used for treatment and final disposal of sewage sludge in European countries (Review). **Waste Management**, v. 32, p. 1186-1195, 2012.

MATTHEWS, J.E.; HASTINGS, L. Evaluation of Toxicity Test Procedure for Screening Treatability Potencial of Waste in Soil. **Toxicity Assessment: An Internation Quaterly**, v.2, p. 265-281, 1987.

MIKI, M.K.; ANDRIGUETI, E.J.; ALEM SOBRINHO, P. Tratamento da fase sólida em ETEs. In: TSUTIYA, M.T.; COMPARINI, J.B.; ALEM SOBRINHO, P; HESPANHOL, I.; CARVALHO, P.C.T.; MELFI, A.J.; MELO, W.J.; MARQUES, M.O. **Biossólidos na agricultura**. São Paulo: SABESP, 2001. cap. 2, p. 41-87.

MOSQUERA-LOSADA, M.; MUÑOZ-FERREIRO, N.; RIGUEIRO-RODRÍGUEZ, A. Agronomic characterisation of different types of sewage sludge: Policy implications. **Waste Management** ,v. 30 p. 492-503, 2010.

OLESZCZUK, P. Phytotoxicity of municipal sewage sludge composts related to physico-chemical properties, PAHs and heavy metals. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 69 , p. 496-505, 2008.

OLESZCZUK, P. Toxicity of Light Soil Fertilized by Sewage Sludge or Compost in Relation to PAHs Content. **Water Air Soil Pollut**, v. 210, p. 347-356, 2010.

PCJ, **Consórcio Intermunicipal das Bacias dos Rios Piracicaba, Capivari e Jundiá**. Estudo de Viabilidade para Instalação e Operação de Centras de Lodos nas Bacias PCJ. Relatório Parcial IV. Versão II. 2011.

RAIJ, V. B.; ANDRADE, J. C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. **Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais**. Campinas: IAC, 2001. 285p.

RAMIREZ, D. B. - **Uso de efluente de lagoa anaeróbia em cultura de eucaliptos: avaliação da toxicidade da água percolada e da produtividade da cultura**. 2009. 100p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

RIGUEIRO-RODRÍGUEZ, A. A.; MOSQUERA-LOSADA, M. R., FERREIRO-DOMÍNGUEZ; N. Pasture and soil zinc evolution in forest and agriculture soils of Northwest Spain three years after fertilisation with sewage sludge. **Agriculture, Ecosystems & Environment**, v. 150, p.111-120, 2012.

RODRIGUES, R. S.; SELBACH, P.A. **Redução De Carga Poluidora Em Lodo De Suinocultura Através De Filtração**. 2003. 59p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Pelotas, Pelotas.

ROIG, N.; SIERRA, J.; MARTÍC, E.; NADAL, M.; SCHUHMACHER, M.; DOMINGO, J. L. Long-term amendment of Spanish soils with sewage sludge: Effects on soil functioning. **Agriculture, Ecosystems and Environment**, v. 158. p. 41-48, 2012.

SAMPAIO, A. de O. Adequação das ETES sanitários à Resolução nº 375 do CONAMA In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 12, p 265-280.

SCHOWANEK, D; CARR, R.; DAVID, H.; DOUBEN, P.; HALL, J.; KIRCHMANN, H.; PATRIA, L.; SEQUI, P.; SMITH, S.; WEBB, S. A risk-based methodology for deriving quality standards for organic contaminants in sewage sludge for use in agriculture: conceptual framework. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**, v. 40, p.227-251, 2004.

SILVA, N. B. **Avaliação química e ecotoxicológica de lodos de esgoto visando a utilização na agricultura**. 2012. 97p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Civil, Arquitetura e Urbanismo. Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

TABACZENSKI, R. R. **Visão geral da Resolução CONAMA 375/06**. In: COSCINE, A. R.; NOGUEIRA, T. A. R.; PIRES, A. M. M. (Org.). **Uso agrícola de lodo de esgoto: Avaliação após a Resolução nº375 do CONAMA**. Botucatu: editora FEPAF, 2010. cap. 3, p 51-69.

TAM, N.F.Y.; TIQUIA, S.M. Assessing toxicity of 'spent sawdust pig-litter' using seed germination technique. **Resource Conservation Recycling**, v.11, p.261-274, 1994.

TSUTIYA, M.T. Características de biossólidos gerados em estações de tratamento de esgotos. In: TSUTIYA, M. T.; COMPARINI, J. B.; ALEM SOBRINHO, P; HESPANHOL, I.; De CARVALHO, P. C. T.; MELFI, A. J.; DE MELO, W. J.; MARQUES, M. O. (Org.). **Biossólidos na agricultura**. São Paulo: SABESP, 2001. cap. 4, p 89-131.

UGGETTI, E.; FERRERA, I.; NIELSEN, S.; ARIASC, C.; BRIXC, H.; GARCÍA, J. (2012). Characteristics of biosolids from sludge treatment wetlands for agricultural reuse. **Ecological Engineering**, v. 40, p. 210-216, 2012.

USEPA. United States Environmental Protection Agency. **Federal Water Pollution Control Act** - Section 405, 1972.

_____. 40 CRF PART 503. Standards or the use or disposal of sewage sludge. 1993.

_____. 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.

_____. United States Environmental Protection Agency – USEPA Microwave assisted acid digestion of sediments sludge, soils, and oils. EPA SW 846 3051a.30p, 2007.

VAN HAANDEL, A.; ALEM SOBRINHO, P. Produção, Composição e Constituição de Lodo de Esgoto. In: ANDREOLI, C.V. (coordenador). **Alternativas de Uso de resíduos do saneamento**. Rio de Janeiro: ABES. Projeto PROSAB, 2006. 417p.

VON SPERLING, M. **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos**.- 3. ed. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Minas Gerais, 2005. v. 1, 452 p.

VON SPERLING, M.; GONÇALVES, R. F. **Lodo de esgotos: características e produção**. In: ANDREOLI, C. V.; VON SPERLING, M.; FERNANDES, F. (Org.) Lodo de esgotos: tratamento e disposição final. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, UFMG; Curitiba: SANEPAR, 2001. v. 6, cap. 2, p. 17-67.