

ANEXO 6B

CRITÉRIOS PARA AS ANÁLISES DE LODO DE ESGOTO OU PRODUTO DERIVADO E SOLO E APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

1. Determinação de substâncias orgânicas e inorgânicas

As análises de substâncias inorgânicas a serem realizadas nas amostras de lodo de esgoto ou produto derivado e de solo devem permitir a determinação da totalidade da substância pesquisada que esteja presente na amostra bruta.

Para a determinação dos elementos: As, Ba, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Se e Zn nas amostras de lodo de esgoto ou produto derivado e de solo, deve-se empregar os métodos 3050 e 3051, estabelecidos no U.S.EPA SW-846, versão "on line" <<http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm#table>>. Os resultados devem ser expressos em g ou mg do parâmetro por kg de lodo em base seca.

Para determinação das substâncias orgânicas no lodo de esgoto ou produto derivado e no solo, deverão ser adotados os métodos U.S.EPA SW-846, última edição ou outros métodos internacionalmente aceitos.

Referência:

U.S. EPA - United State Environment Protection Agency. SW-846. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical Chemical Methods.

2. Determinação da fertilidade do solo – pH, matéria orgânica, P, Ca, K, Mg, Na, H+Al, S, CTC e V%

As determinações de pH, matéria orgânica, P, Ca, K, Mg, Na, acidez potencial (H+Al), soma de bases (S), capacidade de troca catiônica (CTC) e porcentagem de saturação em bases (V%) nos solos deverão ser realizadas de acordo com procedimento estabelecido por:

Referências:

RAIJ, B. van; GHEYI, H.R.; BATAGLIA, O.C. Determinação da condutividade elétrica e de cátions solúveis em extratos aquosos de solos. In Rajj, B. van; Andrade, J.C.; Cantarella, H.; Quaggio, J.A. Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais. Campinas, Instituto Agrônomo, 2001, p. 277-284.

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária-EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação do Solo. Manual de métodos de análise do solo. Rio de Janeiro, Ministério da Agricultura, 1997, 212 p.

3. Determinação de pH, umidade, carbono orgânico, N total, N Kjeldahl, N amoniacal, N nitrato/nitrito, P total, K total, Ca total, Mg total, S total, Na total, e Sólidos voláteis e totais no lodo de esgoto ou produto derivado

As determinações de pH, umidade, carbono orgânico, N total, N Kjeldahl, N amoniacal, N nitrato/nitrito, P total, K total, Ca total, Mg total, S total, Na total, e Sólidos voláteis e totais no lodo de esgoto ou produto derivado deverão ser realizadas de acordo com os procedimentos adotados pela U.S. EPA SW-846 versão "on line" (<http://www.epa.gov/epaoswer/hazwaste/test/main.htm#table>). BIGHAM (1996) apresenta a metodologia a ser adotada para carbono orgânico (NELSON & SOMMERS, 1996), P total (KUO, 1996), N amoniacal (BREMNER, 1996), N total (BREMNER, 1996) e N nitrato/nitrito (MULVANEY, 1996). Para sólidos voláteis e N Kjeldahl adotar método estabelecido por APHA et alii (2005). Os resultados devem ser expressos em mg do parâmetro por kg de lodo de esgoto ou produto derivado em base seca.

Referências:

BIGHAM, J.M. Methods of Soils Analysis. Part 3. Chemical Methods. Madison, WI. Soil Science Society of America and American Society of Agronomy. Book Series nº 5, 1996.

NELSON, D.W. & SOMMERS, L.E., 1996. In: Bigham, J.M., p. 961-1010.

KUO, S, 1996. In: Bigham, J.M., p. 869-919.

BREMNER, J.M., 1996. In: Bigham, J.M., p. 1085-1121.

MULVANEY, R.L., 1996. In: Bigham, J.M., p. 1123-1200.

APHA - American Public Health Association; AWWA - American Water Works Association & WPCF - Water Pollution Control Federation, 2005. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 21 st ed. Washington, DC.

4. Determinação de condutividade elétrica em solo

As determinações da condutividade elétrica no solo deverão ser realizadas de acordo com o procedimento estabelecido por CAMARGO *et alii* (1986) ou RAIJ *et al.* (2001) em extrato na relação 1:1.

Referências:

RAIJ, B. van; GHEYI, H.R.; BATAGLIA, O.C. Determinação da condutividade elétrica e de cátions solúveis em extratos aquosos de solos. In Raij, B. van; Andrade, J.C.; Cantarella, H.; Quaggio, J.A. Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais. Campinas, Instituto Agrônomo, 2001, p. 277-284.

CAMARGO, O.A.; MONIZ, A.C., JORGE, J.A.; VALADARES, J.M.A.S., 1986. Métodos de Análise Química, Mineralógica e Física de Solos de Instituto Agrônomo de Campinas. Boletim Técnico nº 106, Campinas, Instituto Agrônomo.

5. Determinação de indicadores microbiológicos e patógenos

Coliformes termotolerantes:

US Environmental Protection Agency. Environmental Regulations and Technology - Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge (Including Domestic Septage). Under 40 CFR Part 503. Appendix F: Sample Preparation for fecal coliform test and Salmonella sp Analysis, p. 137, EPA/625/R-92/013, 2003. www.epa.gov/ORD/NRMRL/pubs

CETESB. Coliformes fecais - Determinação em amostras de água pela técnica de tubos múltiplos com meio A1 - Método de ensaio. Norma Técnica CETESB L5-406, 1992, 20 p.

Salmonella:

US Environmental Protection Agency. Environmental Regulations and Technology - Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge (Including Domestic Septage). Under 40 CFR Part 503. Appendix F: Sample Preparation for fecal coliform test and Salmonella sp Analysis, p. 137, EPA/625/R-92/013, 2003. www.epa.gov/ORD/NRMRL/pubs

Ovos viáveis de helmintos:

US Environmental Protection Agency. Environmental Regulations and Technology - Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge (Including Domestic Septage). Under 40 CFR Part 503. Appendix I - Test Method for Detecting, Enumerating, and Determining the Viability of Ascaris Ova in Sludge, p. 166, EPA/625/R-92/013, 2003. www.epa.gov/ORD/NRMRL/pubs

Vírus entéricos:

Os vírus entéricos a serem pesquisados preferencialmente serão: adenovírus e vírus do Gênero *Enterovirus* (Poliovírus, Echovírus, Coxsackievírus). Em situações especiais - endêmicas ou epidêmicas - (surto de diarreia, hepatite A e outras viroses de transmissão fecal-oral), deve-se pesquisar rotavírus, vírus da hepatite A e outros, definidos pelo órgão ambiental, ouvido os órgãos competentes.

Referências:

US Environmental Protection Agency. *Environmental Regulations and Technology - Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge (Including Domestic Septage)*. Under 40 CFR Part 503. Appendix H - Method for the recovery and assay of total culturable viruses from sludge, p. 150, EPA/625/R-92/013, 2003. www.epa.gov/ORD/NRMRL/pubs

CETESB. *Método de concentração de lodo de esgoto para isolamento de enterovírus*. Norma Técnica CETESB L5.506, 1988, 23p.

CETESB. *Identificação de Enterovírus - Método de Ensaio*. Norma Técnica CETESB L5.504, 1985, 22p.

Reação de amplificação em cadeia pela polimerase (PCR) para pesquisa de vírus DNA como adenovírus:

SANTOS, F.M.; VIEIRA, M. J.; MONEZI, T.A.; HÁRSI, C.M.; MEHNERT, D.U. *Discrimination of adenovirus types circulating in urban sewage and surface polluted waters in São Paulo city, Brazil*. *Water Science Technologie, Water Supply* vol. 4 (2): 79-85, 2004.

Reação de transcrição reversa seguida de amplificação em cadeia pela polimerase (RT-PCR) para pesquisa de vírus RNA como Gênero Enterovirus (Poliovírus, Echovírus, Cocksackievírus), Rotavírus, Hepatite A e outros:

ARRAJ, A., BOHATIER, J. LAVERAN, H. AND TRAORE, O. *Comparison of bacteriophage and enteric virus removal in pilot scale activated sludge plants*. *J. Applied Microbiol.* 98: 516-524, 2005.

FORMIGA-CRUZ, M., HUNDESA, A., CLEMENTE-CASARES, P., ALBINANA-GIMENEZ, N., ALLARD, A., GIRONEZ, R. *Nested multiplex PCR assay for detection of human enteric viruses in shellfish and sewage*. *J. Virol. Method*, 125: 111-118, 2005.

Método de diluição *end-point* com cálculo de título por método de Reed-Muench e resultado expresso em DICT50 por 4 g:

HAWKE, A. *General principles underlying laboratory diagnosis of viral infections*. IN: E.H. Lennette; N.G. Schmidt (ED.) – *Diagnostic procedures for viral, rickettsial and chlamydial infections*. Washington, D.C., APHA, 1979. P. 3-48.

Resultado expresso em Unidades Formadoras de Focos (UFF) por 4 g:

BARARDI, CRM, EMSLIE, K, VESEY, G; WILLIAMS, K. *Development of a rapid and sensitive quantitative assay for rotavirus based on flow cytometry*. *J. Virol. Method.* 74: 31-38, 1998.

MEHNERT, D.U.; STEWIEN, K.E. *Detection and distribution of rotaviruses in raw sewage and creeks in São Paulo, Brazil*. *Appl. Environ. Microbiol.*, 59: 140-3, 1993.

6. Determinação da elevação de pH provocada por lodos de esgoto ou produto derivado tratados com cal

A curva de elevação de pH será obtida por ensaio de incubação utilizando mistura solo-lodo de esgoto ou produto derivado conforme descrito a seguir:

a) Pesar 200 g do solo coletado no local onde se pretende fazer a aplicação do lodo de esgoto ou produto derivado e adicionar o correspondente às seguintes doses de lodo de esgoto ou produto derivado, em toneladas/ha (base seca): 0, 10, 20, 40, 80.

b) Homogeneizar a mistura e colocar em recipientes de material inerte.

c) Adicionar água de modo a manter a umidade a 70% da capacidade máxima de retenção de água do solo, ao longo de todo o experimento.

d) Os recipientes devem ser mantidos cobertos de maneira a evitar ressecamento. O ensaio deve ser feito com três repetições.

e) mostrar o solo dos tratamentos com a mistura solo/lodo de esgoto ou produto derivado nos tempos 7, 14, 30, 45 e 60 dias e determinar o pH em CaCl₂, conforme RAIJ et al. (2001) ou EMBRAPA (1997),

até que apresente valor constante em 3 determinações consecutivas.

f) A curva de elevação de pH será obtida através de gráfico da variação do pH final da mistura solo-lodo de esgoto ou produto derivado em função da dose (dose de lodo de esgoto ou produto derivado na abscissa e pH na ordenada).

Referências:

RAIJ, B. van; GHEYI, H.R.; BATAGLIA, O.C. Determinação da condutividade elétrica e de cátions solúveis em extratos aquosos de solos. In Raij, B. van; Andrade, J.C.; Cantarella, H.; Quaggio, J.A. Análise química para avaliação da fertilidade de solos tropicais. Campinas, Instituto Agrônomo, 2001, p. 277-284.

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária-EMBRAPA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação do Solo. Manual de métodos de análise do solo. Rio de Janeiro, Ministério da Agricultura, 1997, 212 p.