

# CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA, QUÍMICA E GEOTÉCNICA DO LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ÁGUA TAIACUPEBA

## Mineralogical, Chemical and Geotechnical Characterization of Sludge from Taiacupeba Water Treatment Plant

Aline Roque<sup>a</sup>, Edy Lenin Tejada Montalvan<sup>a</sup>, Maria Eugenia Gimenez Boscov<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, Brasil.

**RESUMO** – Os lodos de estações de tratamento de água (LETA's) são resíduos provenientes da lavagem de filtros e decantadores. No Brasil, convive-se com a prática de destinação ambientalmente inadequada do lodo. Entretanto, tem havido a procura de soluções mais sustentáveis, como o seu reaproveitamento misturado a solos naturais em obras geotécnicas, o que requer a caracterização do material. Neste trabalho foram investigadas as características químicas, mineralógicas e geotécnicas do LETA Taiacupeba, localizada no município de Suzano, Brasil. O lodo tem grande quantidade de matéria amorfa e teor de matéria orgânica de 15,5%, é ácido (pH = 6,4) e apresenta capacidade de troca catiônica mais elevada que a maioria dos solos tropicais brasileiros (CTC = 73,3 mmolc.kg<sup>-1</sup>). A predominância da matéria orgânica, a reduzida presença de minerais, a presença de sais metálicos e polímeros e o alto teor de umidade dificultam a execução e interpretação dos ensaios geotécnicos, particularmente a análise granulométrica. Alguns defloculantes foram testados e não conseguiram promover a separação de partículas na sedimentação. Por outro, lado, a granulometria a laser indicou mais de 95% de finos. Foi obtida massa específica dos grãos de 2,42 g/cm<sup>3</sup>, limite de liquidez de 536%, limite de plasticidade de 236% e o material foi classificado como silte orgânico.

**SYNOPSIS** – Sludge from Water Treatment Plants (WTS) is waste from washing filters and decanters. In Brazil most of this waste has inappropriate destination from an environmental standpoint. However, there has been a search for more sustainable solutions, such as its reuse mixed with natural soils in geotechnical works, which requires the characterization of the material. In this paper, the chemical, mineralogical and geotechnical characteristics of Taiacupeba WTS, located in the city of Suzano, Brazil, are presented. The sludge has a large amount of amorphous matter and an organic matter content of 15.5%, is acidic (pH = 6.4) and has a higher cation exchange capacity than most Brazilian tropical soils (CEC = 73.3 mmolc.kg<sup>-1</sup>). The predominance of organic matter, the reduced presence of minerals, the presence of metallic salts and polymers and the high moisture content make it difficult to perform and interpret geotechnical tests, particularly granulometric analysis. Some defloculants were tested and failed to promote the separation of particles in the sedimentation. On the other hand, laser granulometry indicated more than 95% of fines. Grain specific mass of 2.42 g / cm<sup>3</sup> was obtained, liquidity limit of 536%, plasticity limit of 236% and the material was classified as organic silt.

**Palavras Chave** – Reuso de resíduos, lodo de ETA, caracterização químico-mineralógica, caracterização geotécnica.

**Keywords** – Waste reuse, WTS sludge, chemical-mineralogical characterization, geotechnical characterization.

---

E-mails: roquealine@hotmail.com (A. Roque), edytemon@usp.br (E. Montalvan), meboscov@usp.br (M. Boscov)

## 1 – INTRODUÇÃO

No processo de tratamento da água bruta nas estações de tratamento de água (ETAs) de ciclo convencional são geradas grandes quantidades de resíduo na lavagem dos decantadores e filtros. Esse resíduo, denominado lodo de ETA (LETA), possui características variáveis com a natureza da água bruta e com os processos unitários e produtos químicos utilizados no tratamento, apresentando grandes variações, tanto entre diferentes ETAs quanto ao longo do tempo em uma mesma ETA. O LETA é constituído por materiais húmicos e minerais precipitados da água bruta em conjunto com compostos químicos incorporados no processo de tratamento, como sais de alumínio e ferro e polímeros, oriundos dos coagulantes e auxiliares de coagulação, e alcalinizantes ou acidificantes, utilizados no controle do pH (Katayama, 2012). Os lodos, mesmo após algum processo de desaguamento na ETA, possuem teor de sólidos muito baixos, entre 18 e 25% (teor de umidade entre 455 e 300%, respectivamente) (Montalvan, 2016), dependentes da qualidade de água bruta e quantidade de sólidos suspensos removidos, dos equipamentos de agitação utilizados, do método de desaguamento empregado (remoção parcial da água) e do coagulante adicionado (Raghu et al., 1987). Existem diversos métodos de desaguamento, mecânicos e não mecânicos, dentre eles: bolsas geotêxteis, centrífugas, filtros a vácuo, filtros prensa, leitos de secagem e prensa desaguadora.

Os LETA's são classificados como resíduos sólidos da classe II-B, não perigosos e inertes, pela Norma Brasileira (NBR) 10.004 (ABNT, 2004), exigindo, portanto, a destinação ambientalmente adequada exigida pela Política Nacional de Resíduos Sólidos (Brasil, 2010).

No Brasil, o LETA tem sido geralmente descartado em cursos d'água sem nenhum tratamento prévio ou encaminhado para aterros sanitários e estações de tratamento de esgoto (ETEs) (Roque et al., 2019). As resoluções do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) N° 357 e N° 430 (Brasil, 2005, 2011) dispõem sobre a classificação dos corpos de água e as diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelecem as condições e padrões de lançamento de efluentes. Entretanto, o despejo em corpos d'água leva ao aumento gradativo da turbidez da água e, possivelmente, contaminação devido à presença de metais, produtos químicos e patógenos, sendo, portanto, uma prática indesejável.

No caso do aterramento, os LETA's possuem propriedades geotécnicas indesejáveis (alto teor de umidade, alta compressibilidade e baixa resistência ao cisalhamento), além de que podem ser altos os custos com transporte devido ao grande volume gerado. Soma-se a isso a dificuldade de encontrar áreas disponíveis em regiões urbanizadas para constituir aterros sanitários. No caso das ETEs, a introdução de um material de composição e teor de sólidos diferentes do esgoto sanitário pode comprometer a capacidade da estação e/ou afetar o processo de tratamento do esgoto.

Dentre as alternativas de destinação final ambientalmente adequadas do LETA, destaca-se o reuso em: obras geotécnicas como revestimento de fundo e cobertura final de aterros sanitários e industriais, bases e sub-bases de pavimentos, reaterro de estruturas de contenção, preenchimento de valas e aterros em geral (Montalvan et al., 2019; Ferreira et al., 2019; Montalvan e Boscov, 2018; Silva e Hemsí, 2018; Tsugawa et al., 2018; O'Kelly, 2016); materiais de construção civil, como tijolos, elementos cerâmicos, blocos de concreto, elementos cimentícios e cimento (Buselatto et al., 2019; Godoy et al., 2019; El-Didamony et al., 2019; Wolff et al., 2014); tratamento de esgotos, como coagulantes ou a partir da recuperação e reuso de coagulantes ou como removedores de poluentes e metais pesados (Suman et al., 2018; Abo-El-Enein et al., 2017; Ahmad et al., 2016; Nair e Ahammed, 2014; Yang et al., 2014).

Devido ao baixo teor de sólidos, muitas das propostas de reutilização do resíduo pressupõem processos adicionais de secagem, geralmente demorados e custosos. O pano de fundo deste trabalho é a utilização do LETA *in natura* em obras geotécnicas, ou seja, nas condições em que é descartado pela ETA, misturado a solos comumente empregados em obras geotécnicas. A caracterização do material é fundamental para compreender seu comportamento e sua influência em misturas com outros materiais, além de definir as melhores alternativas de uso. Este trabalho

apresenta a caracterização mineralógica, química e geotécnica do lodo proveniente da ETA Taiaçupeba, uma das maiores ETAs da Região Metropolitana de São Paulo.

## 2 – MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 – Materiais

O lodo utilizado foi coletado na ETA Taiaçupeba, localizada junto à margem esquerda da Represa Taiaçupeba, compondo o Sistema Produtor Alto Tietê, no município de Suzano, região metropolitana de São Paulo. A capacidade de produção de água potável da ETA é de 15.000 L.s<sup>-1</sup>, que atendem as cidades de São Paulo, Arujá, Itaquaquecetuba, Poá, Ferraz de Vasconcelos, Suzano, Mogi das Cruzes e Guarulhos.

A água bruta é tratada por ciclo convencional (coagulação, floculação, decantação e filtração), no qual são utilizados como coagulantes o Sulfato de Alumínio e um polímero de alto peso molecular<sup>1</sup>. O lodo coletado diretamente nos decantadores e filtros passa por tanques de equalização e adensamento e, após nova adição de polímeros, por esteiras de desaguamento, onde atinge teor de sólidos de aproximadamente 4%. A água drenada nos tanques de equalização e adensamento retorna para o início do processo de tratamento. O desaguamento final do lodo é realizado em centrífugas e resulta num teor de sólidos entre 16 e 18% (teor de umidade de 455 a 525%). O lodo desaguado é enviado para leitos de secagem e, finalmente, depositado em células de aterramento dentro da ETA ou encaminhado a aterro externo.

A coleta de amostras baseou-se na Teoria da Amostragem para garantir representatividade do lodo gerado durante um mês na ETA (Tsugawa et al., 2019). Amostras de lodo de aproximadamente 7 kg foram coletadas diariamente durante quatro semanas (20 dias úteis), em sacos plásticos vedados e armazenadas em câmara úmida. Com o objetivo de formar uma única amostra representativa do mês de coleta, todas as amostras foram misturadas, homogeneizadas, quarteadas e então armazenadas em potes plásticos hermeticamente fechados, em câmara úmida.

### 2.2 – Métodos

#### 2.2.1 – Caracterização Químico-Mineralógica

A preparação da amostra de lodo para estas análises se deu pela secagem gradual ao ar, com misturas periódicas para uniformização da umidade, destorroamento com almofariz de porcelana e pistilo de borracha e secagem em estufa a 35°C. O LETA Taiaçupeba em diferentes teores de umidade é mostrado na Figura 1.

A análise mineralógica foi efetuada por difratometria de raios X (DRX) com detector sensível a posição, através do método do pó, e visou a identificação de fases cristalinas no material. Também se realizou ensaio de espectrometria de fluorescência de raios X (FRX), marca *Malvern Panalytical* modelo *Zetium*, em amostra fundida com Tetraborato de Lítio, na calibração ROC-1 (Rochas), relativa a análise quantitativa por comparação com materiais de referência certificados. Por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) adquiriram-se imagens e análises químicas pontuais por Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS). Por fim, foi determinada a perda ao fogo (PF) a 1020°C durante 2 horas para quantificação da perda de massa após a queima.

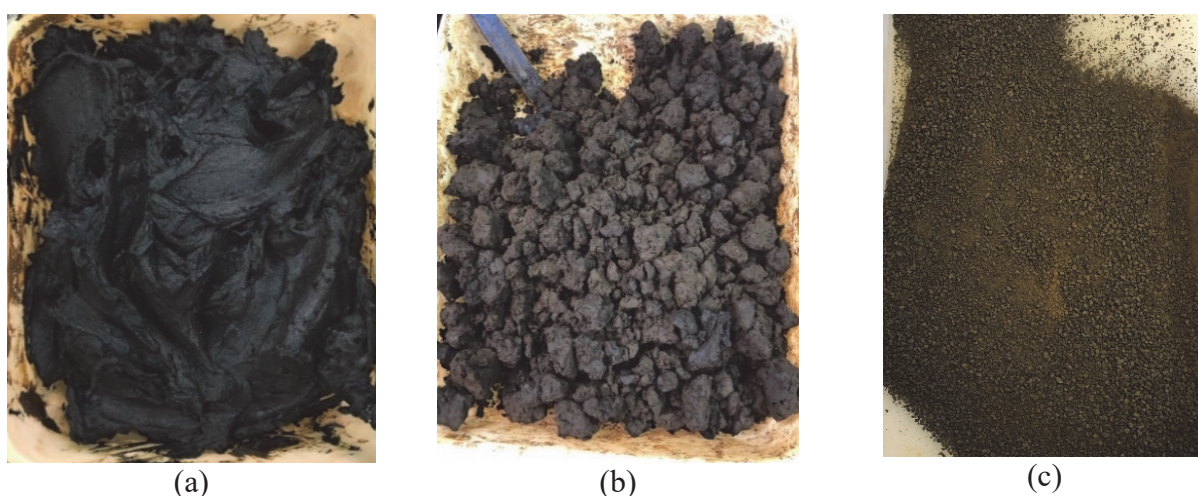
A caracterização química foi realizada de acordo com os métodos da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA, 2017). Os ensaios realizados foram: pH em H<sub>2</sub>O; pH em KCl

---

<sup>1</sup> Trata-se da Poliacrilamida (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO), floculante catiônico de alto peso molecular, densidade 0,80 kg/L e pH entre 3,0 e 5,0 (ASOCIACIÓN NACIONAL DE LA INDUSTRIA QUIMICA, 2019). Os polímeros são utilizados como auxiliares de coagulação, com a função de aumentar a densidade dos flocos e facilitar a sedimentação (Dumke et al., 2015).

1 mol L<sup>-1</sup>; carbono orgânico e matéria orgânica pelo método da titulometria; Cálcio (Ca) em KCl 1 mol L<sup>-1</sup>; Magnésio (Mg) em KCl 1 mol L<sup>-1</sup> por extração com Cloreto de Potássio 1 mol L<sup>-1</sup> e determinação por titulometria; Potássio (K) por extração com Mehlich 1 e determinação em espectrofotômetro de emissão atômica; Sódio (Na) por extração com Mehlich 1 e determinação por fotômetro de chama; acidez potencial (H<sup>+</sup>+Al<sup>3+</sup>) por extração com Acetato de Cálcio e determinação por titulometria; Alumínio (Al) por extração com Cloreto de Potássio 1 mol L<sup>-1</sup> e determinação por titulometria; Fósforo (P) por extração com Mehlich 1 e determinação por colorimetria; soma de bases trocáveis; capacidade de troca catiônica (CTC); saturação da CTC por bases e saturação por Alumínio.

Constatado o alto teor de matéria orgânica nas análises químicas, efetuou-se a extração da matéria orgânica com a utilização de Peróxido de Hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) (30% de concentração) e aquecimento a 60±5°C por três horas, de acordo com os procedimentos especificados pela EMBRAPA (2017) e pela D7928-17 (ASTM, 2017 a). Após tratamento, a amostra foi seca a 60°C e destorroada em moedor de ágata. Então, foram repetidos os ensaios DRX, FRX e MEV, nos quais foram utilizados como meios de dispersão água deionizada e *Calgon*.



**Fig. 1** – LETA: (a) *in natura* (coletado na saída da centrífuga); (b) em processo de secagem ao ar com homogeneizações periódicas; (c) seco ao ar e destorroado.

### 2.2.2 – Caracterização Geotécnica

A caracterização geotécnica do lodo compreendeu ensaios de teor de umidade (*w*), análise granulométrica, massa específica dos grãos ( $\rho_s$ ), limite de liquidez (LL), limite de plasticidade (LP) e teor de matéria orgânica, realizados, quando possível, de acordo com as normas (Tabela 1). Algumas adaptações nos procedimentos normalizados foram necessárias devido às características peculiares do lodo.

Nos ensaios de caracterização geotécnica, as amostras foram utilizadas na umidade *in natura* (coletado na saída da centrífuga) em vez de previamente secas, uma vez que a secagem altera as características do LETA (Watanabe et al., 2011; Basim, 1999; Xia, 1994), formando grumos fortemente cimentados.

Para a determinação do teor de umidade adotou-se a temperatura de 110°C, mesmo tendo o material alto teor de matéria orgânica. A NBR 6.457 (ABNT, 1986) recomenda a secagem de solos orgânicos, turfosos ou contendo gipsita a 60 ± 5°C, enquanto a D2974-20e1 (ASTM, 2020) e a US EPA (2001) recomendam a secagem de solos orgânicos a 110 ± 5°C. O’Kelly e Sivakumar (2014) demonstraram que a secagem em estufa a 110 ± 5°C de LETA’s é adequada para determinações rotineiras do teor de umidade e também preferível, uma vez que leva a menores variações que amostras secas a temperaturas inferiores. Para o valor da umidade representativa do LETA

Taiacupeba foi considerada a média das 20 amostras coletadas diariamente na ETA. Os ensaios de limites de consistência foram realizados em triplicatas, totalizando 15 pontos para o LL e 15 pontos para o LP.

**Tabela 1** – Procedimentos e normas para os ensaios de caracterização geotécnica.

Procedimento	Norma
Preparação de amostras	NBR 6.457 (ABNT, 1986)
Teor de umidade	NBR 6.457 (ABNT, 1986) / D2974-20e1 (ASTM, 2020)
Análise granulométrica	NBR 7.181 (ABNT, 2017)
Limite de liquidez	NBR 6.459 (ABNT, 2016 a)
Limite de plasticidade	NBR 7.180 (ABNT, 2016 b)
Massa específica dos grãos	NBR 6.508 (ABNT, 1984)
Teor de matéria orgânica	NBR 13.600 (ABNT, 1996)
Classificação SUCS	D2487-17 (ASTM, 2017 b)

Para determinação da curva granulométrica, foram realizados diversos ensaios com alterações em relação ao procedimento normalizado, em razão da não precipitação dos sólidos durante a etapa de sedimentação. Hsieh e Raghu (1997) e Vandermeijden e Cornwell (1998) também encontraram dificuldades nas análises granulométricas, contornadas com a utilização de 10g de material, em vez de 50g, e com a eliminação da etapa de secagem anterior à sedimentação.

A eficiência dos defloculantes na dispersão de solos foi discutida anteriormente por diferentes autores. Foi reportado o uso de soluções dos defloculantes Silicato de Sódio 40° Baumé, *Daxad 23* (produto comercial à base de sais de sódio polimerizados de Ácido Sulfônico) e Pirofosfato de Sódio ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ), fornecendo resultados satisfatórios para muitas argilas (Lambe, 1951). Este autor recomenda que a seleção do defloculante e a definição da quantidade a ser utilizada se deem por tentativas. Wintermyer e Kinter (1955), realizando ensaios de sedimentação com 19 diferentes defloculantes e 16 solos, sob condições rigorosamente controladas, concluíram que vários agentes, como Carbonatos, Hidróxidos e Oxalato de Sódio, produziram um alto grau de dispersão em alguns solos, mas falharam em estabilizar as suspensões de outros. Polifosfato de Sódio e Tripolifosfato de Sódio foram altamente e igualmente eficazes para todos os experimentos com solos representativos dos Estados Unidos. Hexametáfostato de Sódio e Tetrafostato de Sódio foram ligeiramente menos eficazes. Nenhum desses quatro fóstatos foi capaz de estabilizar a suspensão do solo laterítico vermelho e ferruginoso testado, o qual, entretanto, foi altamente disperso por Fóstato Trissódico e Pirofóstato Tetrassódico, que são geralmente ineficazes com os outros grupos de solos. Para solos residuais, Blight (1997) recomenda, se necessário, o uso de Hexametáfostato de Sódio em concentrações duas vezes a convencional e, se este defloculante se mostrar ineficiente, o uso de Fóstato Trissódico. Head (2006) apresenta uma lista de diversas substâncias utilizadas como defloculantes, muitas das quais muito bem-sucedidas para a maior parte dos solos. Segundo o autor, o Hexametáfostato convencionalmente utilizado pode não ser totalmente eficaz para alguns solos tropicais residuais. Nesses casos, Fóstato Trissódico e Tetrassódico, em concentrações de 2 a 3 vezes mais fortes que o padrão, se mostraram mais efetivos.

Inicialmente, foram realizados ensaios verificando-se a influência da quantidade de material utilizado. Tomou-se o material úmido, em quantidades correspondentes a 40 g e 10 g em massa seca e mantendo-se a concentração de  $45,7 \text{ g.L}^{-1}$  do defloculante Hexametáfostato de Sódio, indicada na NBR 7.181 (ABNT, 2017). Também se verificou a influência do tipo de defloculante utilizado e a concentração, testando-se três outros defloculantes. A relação das quantidades de material utilizadas, dos tipos de defloculantes e suas concentrações está apresentada na Tabela 2.

Também foi realizado o ensaio de análise granulométrica por laser em uma amostra de lodo com umidade *in natura*, em uma amostra seca ao ar e destorroada em moedor de ágata e em uma amostra seca a 60°C após oxidação da matéria orgânica com H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e destorroada em moedor de ágata. Nesses ensaios foram utilizados como meio de dispersão água deionizada e *Calgon*.

**Tabela 2** – Defloculantes utilizados e suas concentrações nas análises granulométricas.

Defloculante	Concentração da Solução de Defloculante (g.L <sup>-1</sup> )	Concentração da Solução de Defloculante (%)	Quantidade de lodo <i>in natura</i> utilizada (g)
Água	-	-	40,00
Hexametáfosfato de Sódio	45,70	4,57	40,00
	45,70	4,57	10,00
	91,40	9,14	10,00
Fosfato Trissódico	40,00	4,00	40,00
	80,00	8,00	40,00
Pirofosfato de Sódio	40,00	4,00	40,00
	80,00	8,00	40,00
Tripolifosfato de Sódio	40,00	4,00	40,00
	80,00	8,00	40,00

### 3 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 – Caracterização Químico-Mineralógica

Os resultados da caracterização mineralógica por DRX do LETA Taiaçupeba indicaram uma matriz amorfa com possível presença de fase cristalina composta por quartzo (SiO<sub>2</sub>), gibbsita (Al(OH)<sub>3</sub>) e caulinita (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>). De acordo com O’Kelly (2016), as composições mineralógicas dos LETA’s são determinadas pela origem da água bruta, pelo tipo e extensão dos processos de tratamento, pelas quantidades de íons, sólidos em suspensão e materiais coloidais removidos e os tipos de produtos químicos adicionados nos processos de tratamento.

Após oxidação da matéria orgânica com H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, os resultados de DRX indicaram uma matriz amorfa com possível presença de fase cristalina composta por gibbsita (Al(OH)<sub>3</sub>) e caulinita (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>), não tendo mais sido detectada a presença possível de quartzo.

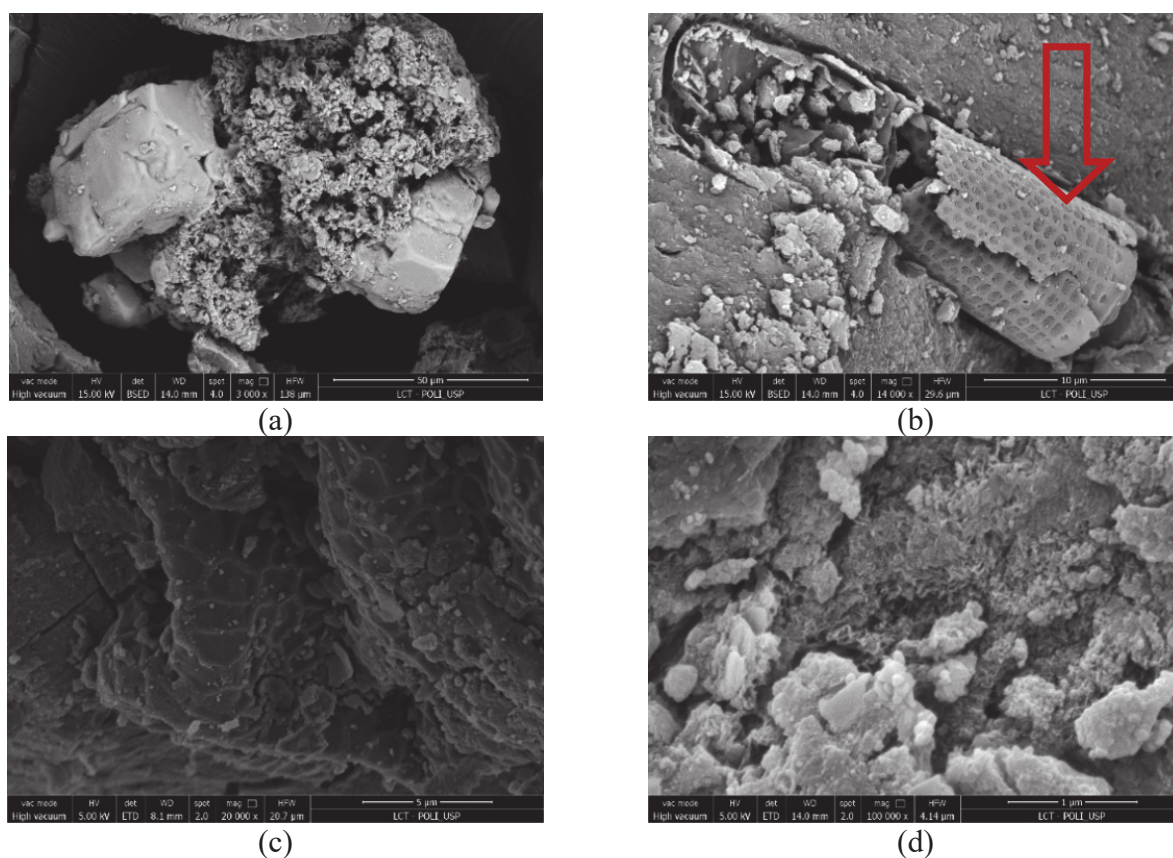
A presença de material amorfo tem sido relatada em outros LETA’s (Ramirez et al., 2018; Suman et al., 2018; Abo-El-Enein et al., 2017; Ahmad et al., 2016; Delgado, 2016; Cabral, 2013). A presença desse material em DRX ocasiona ausência de picos de difração nítidos e presença de bandas largas com baixas intensidades, indicando partículas mal ordenadas e não cristalinas. Em MEV, apresenta-se com complexa morfologia, com partículas sem forma ou forma distinta (Buselatto et al., 2019), que sugerem a ausência da fase cristalina. Em solos, compostos húmicos são a fração formada pela decomposição de plantas e animais com ou sem a assistência de microrganismos (Tan, 2011). Nos LETA’s, fazem parte do material amorfo compostos húmicos e óxidos e hidróxidos de alumínio e/ou ferro não-cristalinos. Os óxidos e hidróxidos são os produtos da reação dos sais utilizados como coagulantes e auxiliares de coagulação com a água, formando espécies hidrolisadas com carga positiva e precipitados do metal (ferro ou alumínio) amorfo (ou não-cristalino). No LETA Taiaçupeba, a fase amorfa pode ser atribuída ao elevado teor de matéria orgânica (Tabela 3 e Tabela 4), ao Óxido de Alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e, provavelmente Hidróxido de Alumínio (Al(OH)<sub>3</sub>), não-cristalinos advindos do coagulante e ao polímero adicionado na ETA.

Brazetti (1998), Azzam (2013) e Rodríguez (2018), em estudos sobre a influência da adição de polímeros nas características micromorfológicas, mineralógicas, hidráulicas e geotécnicas de solos, concluíram que a adição dos polímeros impossibilitou a visualização dos agregados naturais

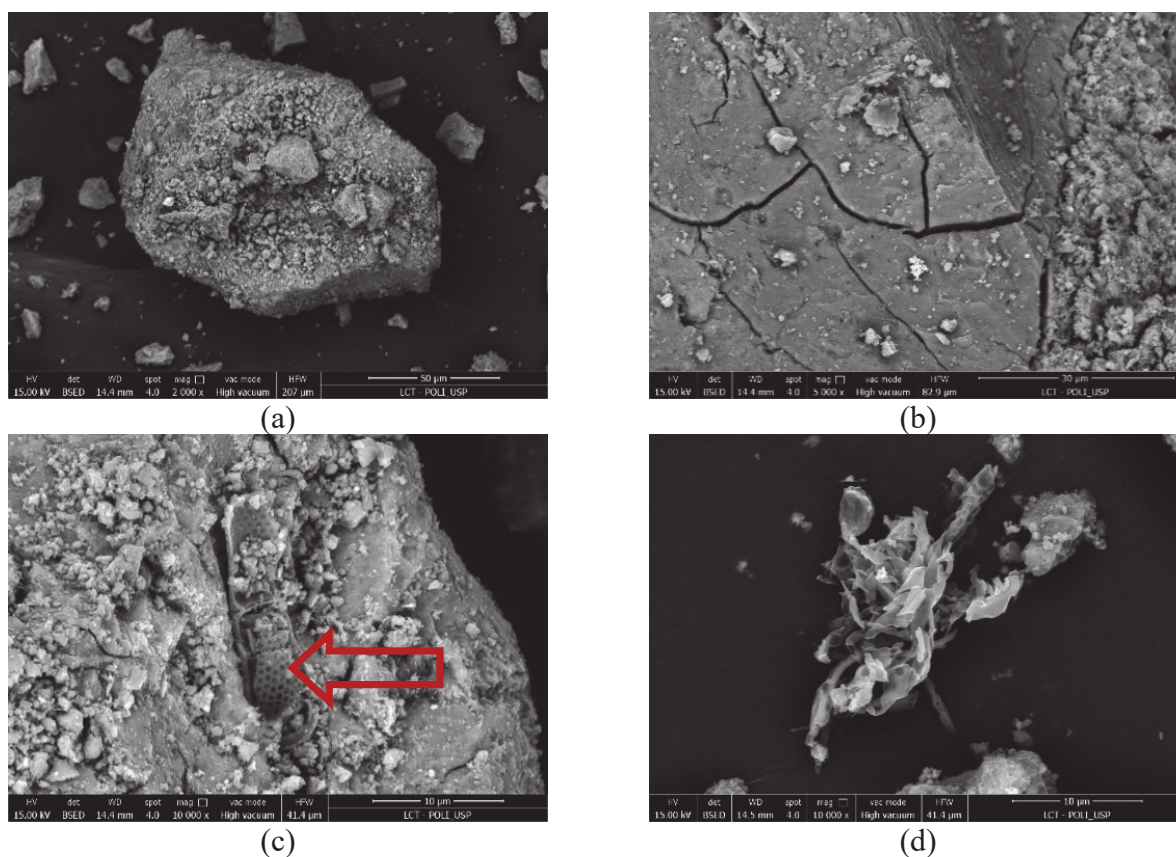
do solo, formando uma massa homogênea e plástica, com presença de fissuras (como na Figura 3b). Brazetti (1998) constatou a formação de uma espécie de plasma seboso e considerou esta cerosidade a mais importante característica observada, relacionada à ação dos polímeros na fração argilosa do solo.

As micrografias obtidas pela MEV estão apresentadas nas Figura 2, enquanto as micrografias obtidas do LETA Taiapuêba após oxidação da matéria orgânica com  $H_2O_2$  estão apresentadas nas Figura 3. No geral, o LETA apresentou baixa cristalinidade, com a presença dos elementos Cálcio (Ca) Silício (Si), Alumínio (Al), Ferro (Fe), Oxigênio (O) e Carbono (C), indicadas pelas análises químicas pontuais por EDS. Na Figura 2a é possível distinguir partículas aproximadamente cúbicas, que podem ser grãos de quartzo, devido ao seu tamanho. Na Figura 3a, o microagregado é semelhante aos encontrados em solos laterizados, formados por partículas de caulinita cimentadas por óxidos de ferro. De acordo com as análises do LETA Taiapuêba de Muchimbane (2016), as estruturas indicadas pelas setas vermelhas nas Figura 2b e na Figura 3c tratam-se de uma espécie de diatomácea, componente de fitoplanctons de lagos, lagoas e rios eutróficos, denominada *Aulacoseira ambigua*. De acordo com o autor, a superfície das frústulas diatomáceas são escamosas com orifícios retangulares visíveis formando um padrão colmeia (Figura 2c), que confere ao material uma elevada propriedade filtrante. Nas Figura 2d e Figura 3d, observa-se materiais sem forma distinta, provavelmente componentes da matriz amorfa citada.

Na Tabela 3, apresenta-se a composição química por FRX do LETA Taiapuêba antes e após oxidação da matéria orgânica por  $H_2O_2$ ; do mesmo LETA coletado em três diferentes leiras de secagem (A, B e C) (Muchimbane, 2016); e de LETA's das seguintes estações de tratamento: El-Fustat (Egito) (El-Didamony et al., 2019), Tamanduá (Foz do Iguaçu, Paraná, Brasil) (Ramirez et al., 2018) e Cubatão (São Paulo, Brasil) (Montalvan, 2016).



**Fig. 2** – Micrografias com aumentos de: (a) 3.000 vezes; (b) 14.000 vezes; (c) 20.000 vezes; (d) 100.000 vezes.



**Fig. 3** – Micrografias com aumentos de: (a) 2.000 vezes; (b) 5.000 vezes; (c) 10.000 vezes; (d) 10.000 vezes.

**Tabela 3** – Composição química por FRX de diversos LETA's.

	(1)	(2)	(3)			(4)	(5)	(6)
	(%)	(%)	A (%)	B (%)	C (%)	(%)	(%)	(%)
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	29,60	37,40	27,16	23,89	12,91	28,84	24,20	8,89
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	12,30	16,7	11,51	20,60	4,05	9,92	17,50	46,00
<b>SiO<sub>2</sub></b>	4,87	4,39	7,77	8,02	74,62	54,10	27,30	18,30
<b>MnO</b>	0,32	0,23	0,50	0,69	0,03	0,37	0,10	0,21
<b>MgO</b>	< 0,10	0,16	0,13	0,15	<0,01	0,64	0,20	0,44
<b>CaO</b>	0,49	0,57	0,66	0,49	2,00	3,10	0,20	1,59
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	< 0,10	0,13	0,04	0,02	<0,02	0,30	0,10	0,10
<b>K<sub>2</sub>O</b>	< 0,10	0,19	0,18	0,18	0,40	0,75	0,10	1,00
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,17	0,26	0,23	0,24	0,80	1,28	2,35	0,42
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0,45	0,78	0,42	0,43	0,04	-	0,30	0,25
<b>PF</b>	52,60	39,1	51,31	45,12	7,41	-	27,10	22,00

Fontes: (1) LETA Taiacupeba; (2) LETA Taiacupeba após oxidação da matéria orgânica com Peróxido de Hidrogênio; (3) Muchimbane (2016); (4) El-Didamony, Khalil e Heikal, (2019); (5) Ramirez et al. (2018); (6) Montalvan (2016); PF = Perda ao Fogo.

Os resultados apresentados nas colunas 1 e 2 da Tabela 3 mostram que houve alterações na composição química determinada após oxidação da matéria orgânica, uma vez que o processo possibilitou maior clareza nas análises, pela redução do material amorfo. O teor de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aumentou 7,8% e o teor de Óxido de Ferro (III) (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 4,4%. Houve também uma pequena



redução do teor de Dióxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ), de 0,48%. Os teores dos compostos minoritários, também aumentaram, com detecção de concentrações de  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  e  $\text{K}_2\text{O}$  não determinadas no LETA não tratado. A perda ao fogo reduziu em 13,5% indicando que parte ou a totalidade da matéria orgânica presente no material foi de fato oxidada com o procedimento.

Comparando-se com os resultados das três amostras do LETA Taiapuêba analisadas por Muchimbane (2016), observa-se semelhança com amostras das leiras A e B. O tempo de secagem nas leiras pode ter influenciado os resultados e justificar a diferença obtida com a amostra C.

Dentre os compostos analisados, todos os LETA's apresentaram  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$  como principais componentes, e  $\text{MnO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$  e  $\text{P}_2\text{O}_5$  em baixos percentuais. Em particular, diferente dos demais, o teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  foi maior que o de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nas análises de Montalvan (2016), justificado pela utilização de cloreto férrico como coagulante na ETA Cubatão. No geral, os valores encontrados estão de acordo com o exposto por Babatunde e Zhao (2007), de que lodos provenientes de ETAs que coagulam com sais de alumínio têm teor de alumínio variando entre 16,4 a 43,0%, ao passo que lodos coagulados com sais de ferro, têm teor de alumínio na faixa de 5,2 a 14,8%.

O teor de  $\text{SiO}_2$  do LETA Taiapuêba é baixo quando comparado aos de LETA's da Tabela 3 e à faixa de 7,2 a 59,6% obtida na compilação de dados de Babatunde e Zhao (2007). De acordo com O'Kelly (2016), os compostos mais abundantes nos LETA's de Sulfato de Alumínio são: > 30% em peso de  $\text{SiO}_2$ , 10-56% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e aproximadamente 5% em peso de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , enquanto que para os lodos férricos são: > 30% em peso de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 10-20% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e uma quantidade variável de  $\text{SiO}_2$ .

O teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se associa à presença de caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) e gibbsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) e à utilização de Sulfato de Alumínio ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ) no tratamento da água; a presença de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pode se relacionar às presenças de hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) e goethita ( $\text{FeO}(\text{OH})$ ) e o quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) à sílica (areia), presente na água bruta (Montalvan, 2016).

A perda ao fogo (PF) se dá devido à perda de umidade, à desidratação de hidróxidos, e à decomposição de compostos carbonáticos e matéria orgânica durante a queima. O alto valor obtido para o LETA Taiapuêba (52,6%) pode estar relacionado ao alto teor de matéria orgânica presente.

Os demais parâmetros químicos analisados estão apresentados na Tabela 4.

**Tabela 4** – Resultados de análises químicas do LETA Taiapuêba.

Parâmetro	Resultado	Parâmetro	Resultado
pH ( $\text{H}_2\text{O}$ )	6,4	Alumínio ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	1,0
pH (KCl)	5,6	Capacidade de Troca Catiônica (CTC) ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	73,3
$\Delta\text{pH}$	+0,8		
Matéria Orgânica ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	267,0	Acidez Potencial ( $\text{H}^+ + \text{Al}^{3+}$ ) ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	20,0
Carbono Orgânico ( $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	155,0		
Fósforo ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	4,2	Soma de Bases Trocáveis ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	53,3
Potássio ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	2,5		
Cálcio ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	32	Saturação da CTC por bases (%)	73,0
Magnésio ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	4,0		
Sódio ( $\text{mmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ )	14,8	Saturação por alumínio (%)	2,0

Os valores de pH ( $\text{H}_2\text{O}$ ) e pH (KCl) foram iguais a 6,4 e 5,6, respectivamente, indicando acidez do material. Muchimbane (2016) encontrou valores semelhantes para as três amostras analisadas do mesmo lodo, com valor médio do pH ( $\text{H}_2\text{O}$ ) de 6,6 e com o valor médio do pH (KCl) de 6,3. Outros autores, analisando outros lodos provenientes de tratamentos de água com diferentes defloculantes, obtiveram valores de pH variando de ácido a básico: 5 a 8 (Zhao et al., 2018); 7,0 a 8,0 (O'Kelly, 2016); 6,0 a 8,0 (Babatunde e Zhao, 2007); 5,6 a 8,4 (Dayton e Basta,

2001); lodos de alumínio entre 6,5 e 7,8 (Hsieh e Raghu, 1997). Altos valores de pH favorecem a imobilização de metais e inibem a biodegradação da matéria orgânica, valores muito abaixo de 5,0 podem favorecer a lixiviação de metais do lodo (com possíveis efeitos indesejáveis) e a biodegradação ocorre num pH próximo do neutro e com condições favoráveis de nutrientes, temperatura e água (Hsieh e Raghu, 1997).

A diferença entre o pH(H<sub>2</sub>O) e o pH(KCl) resulta no parâmetro ΔpH, indicativo da carga superficial predominante das frações ativas: um valor positivo indica predominância de carga negativa, enquanto um valor negativo indica superfícies com predominância de cargas positivas. O ponto de carga zero (PCZ) corresponde a ΔpH nulo, ou seja, com cargas superficiais positivas e negativas balanceadas (TAN, 2011). Nesta condição, as cargas elétricas de sinais contrários se atraem resultando em floculação máxima das argilas (Muchimbane, 2016). O LETA Taiapuêba apresentou ΔpH igual a +0,8, indicando predominância de cargas negativas, resultado condizente com as amostras analisadas por Muchimbane (2016), cujo ΔpH médio foi de +0,3.

Hsieh e Raghu (1997) teceram relações entre as concentrações de matéria orgânica e carbono orgânico<sup>2</sup> e o local de captação da água bruta, indicando que lodos advindos do tratamento de água bruta de rios apresentam baixas concentrações de sólidos orgânicos, de 3 a 17%, e altas concentrações de inorgânicos, enquanto lodos advindos do tratamento de água de reservatórios ou lagoas apresentam elevadas concentrações de sólidos orgânicos, entre 14 a 63%, e baixas concentrações de inorgânicos. Em consonância com este estudo, Montalvan (2016) obteve teor de matéria orgânica de 2,6% no LETA proveniente do tratamento da água do Rio Cubatão, enquanto a ETA Taiapuêba, que trata água da Represa Taiapuêba, apresentou resíduo com alto teor de matéria orgânica (26,7%) e carbono orgânico (15,5%). Para duas das três amostras do LETA Taiapuêba analisadas por Muchimbane (2016), os teores de matéria orgânica foram bastante próximos, com 29,5% e 24,1%, enquanto uma das amostras apresentou teor bem mais baixo, de 13,9%. Na literatura, os teores de matéria orgânica de LETA's variaram entre 0,39% e 68,9% (Buselatto et al., 2019; Godoy et al., 2019; Oliveira, 2015; Cabral, 2013; Delgado, 2013; Richter, 2001) e os teores de carbono orgânico entre 0,85% e 14,9% (Yang et al., 2006; Dayton e Basta, 2001; Elliott e Dempsey, 1991).

A CTC, definida como a soma dos cátions trocáveis, expressa a capacidade do solo de manter e trocar cátions e, normalmente, quanto maior, maior a capacidade de reter contaminantes (Hsieh e Raghu, 1997). A CTC é estimada pela soma das quantidades trocáveis dos cátions Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, H<sup>+</sup> e Al<sup>3+</sup>, depende do tipo e quantidade de argila e matéria orgânica no solo e é fortemente influenciada pelo pH do meio. No caso do LETA Taiapuêba, a contribuição dos argilominerais para a CTC é mínima, se comparada à de matéria orgânica (Muchimbane, 2016). A CTC obtida foi de 73,3 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup> (ou 54,6 mmol.kg<sup>-1</sup>), valor mais baixo que os encontrados por Muchimbane (2016) (111, 144 e 119 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>). Para diferentes lodos, foram encontrados os seguintes valores de CTC: 69,3 a 255,2 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup> (Montalvan, 2016; Cabral, 2013; Oliveira et al., 2004); 229,6 a 1357,5 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup> (Hsieh e Raghu, 1997); 136 a 565 mmol.kg<sup>-1</sup> (Dayton e Basta, 2001).

A acidez potencial é a soma da acidez trocável (íons H<sup>+</sup> e Al<sup>3+</sup> retidos na superfície dos colóides por forças eletrostáticas) com a acidez não trocável (resultado da dissociação dos íons H<sup>+</sup> dos grupos funcionais da matéria orgânica, das bordas dos argilominerais e da superfície dos óxidos de ferro e alumínio) (EMBRAPA, 2017). Esta propriedade é prejudicial ao crescimento das plantas e sua quantificação representa a quantidade de base necessária para neutralizá-la, ou seja, a quantidade de calcário a ser adicionado no solo. A acidez potencial do LETA Taiapuêba foi de

---

<sup>2</sup> A quantificação da matéria orgânica se dá pela via seca em mufla por incineração e não discrimina os diversos componentes do solo, como aqueles minerais e orgânicos. Já a quantificação do carbono orgânico se dá por via úmida pela oxidação com Dicromato de Potássio e somente a parcela proveniente de materiais orgânicos facilmente oxidáveis ou decomponíveis é quantificada, sendo discriminada a parcela oriunda de compostos carbonáticos ou recalitrantes como o carvão (Walkley e Black, 1934).

20 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup> (19,3 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>). Nas três amostras Muchimbane (2016) obteve 49, 61 e 52 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>, Montalvan (2016), 3,0 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup> e Oliveira et al. (2004), 28,7 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>.

A soma de bases trocáveis é dada pela CTC, excluindo-se os cátions permutáveis H<sup>+</sup> e Al<sup>3+</sup>. A soma de bases trocáveis obtida foi de 53,3 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>, Muchimbane (2016) obteve 62, 83 e 67 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>, Montalvan (2016), 252,2 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup> e Oliveira et al. (2004), 69,8 mmol<sub>c</sub>.kg<sup>-1</sup>.

### 3.2 – Caracterização Geotécnica

A Figura 4 apresenta os teores de umidade das 20 amostras coletadas diariamente. Os teores de umidade mínimo, médio e máximo foram de 456,3, 495,8 e 529,6%, respectivamente. O desvio padrão foi de 19,9% e o coeficiente de variação, de 4,0%.

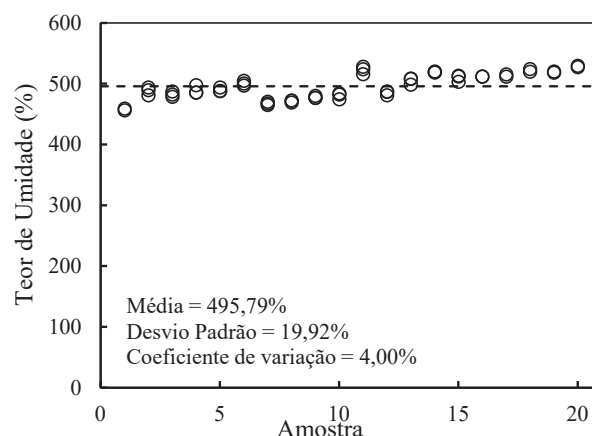


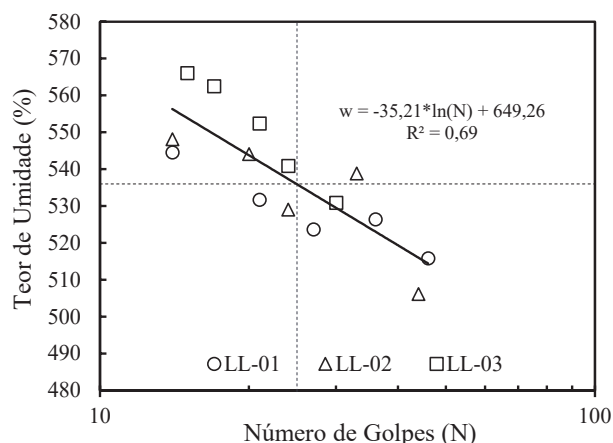
Fig. 4 – Teor de Umidade.

A massa específica dos grãos foi de 2,42 g.cm<sup>-3</sup>, menor que a de solos em geral e comum em solos orgânicos. Este valor concorda com o obtido por Vandermeijden e Cornwell (1998), entre 2,05 e 2,94 g.cm<sup>-3</sup>, Watanabe et al. (2011), entre 2,40 e 2,61 g.cm<sup>-3</sup> e Hsieh e Raghu (1997), entre 1,87 e 2,30 g.cm<sup>-3</sup>. Segundo Xia (1994) e O’Kelly (2016), a massa específica dos sólidos de LETA’s se relacionam inversamente com o teor de matéria orgânica, ou seja, um elevado teor de matéria orgânica tende a diminuir a massa específica.

O teor de matéria orgânica obtido por queima a 440°C foi de 49,0%, bastante próximo ao teor obtido no ensaio por queima à 1020°C, de 52,6% (Tabela 3). Nas análises químicas obteve-se o valor de 26,7% (Tabela 4). Entretanto, de acordo com O’Kelly (2016), no teste de perda ao fogo a 440°C, os resíduos perdem quantidades significativas de água estrutural e hidroxilas associadas ao coagulante Sulfato de Alumínio, que representa entre 5-15% do peso do lodo (Wang et al., 1992). Estimativa mais confiável do teor de matéria orgânica para LETA’s pode ser obtida pelo método de Walkley e Black (BSI, 1990), que emprega oxidação com Dicromato de Potássio e determina o parâmetro denominado teor de carbono orgânico. O teor de carbono orgânico obtido foi de 15,5% (Tabela 4), condizente com a diferença obtida antes e após oxidação da matéria orgânica com Peróxido de Hidrogênio (52,6% e 39,1%, respectivamente), de 13,5%.

Os resultados do ensaio de limite de liquidez, em triplicata, estão apresentados na Figura 5. O LL foi 536%, entretanto, o coeficiente de determinação (R<sup>2</sup>) do ajuste ao modelo linear foi baixo, devido à grande variabilidade do material mesmo após homogeneização e quartejamento. O LP, também obtido por triplicata, foi 236%. Consequentemente, o Índice de Plasticidade (IP) foi de 300%. Segundo O’Kelly (2016), LETA’s provenientes de tratamento de água com Sulfato de Alumínio apresentam maior plasticidade em relação aos advindos de outros coagulantes, devido a presença de Aluminatos de Cálcio e Sulfato de Alumínio hidratados, que aumentam a capacidade de retenção de água. Valores de reportados na literatura foram: LL entre 280 e 425% e IP entre 82

e 225% (BASIM, 1999); LL entre 83% e 420% e IP entre 47% e 325% (Watanabe et al., 2011); LL entre 108% e 550% e IP entre 26% e 311% (O’Kelly, 2016).



**Fig. 5 – Limite de Liquidez.**

Após secagem em estufa a 110°C, ao se realizar novamente o ensaio de LL, o LETA se comportou como não-plástico. Os LETA’s, quando sujeitos a variações na temperatura, perdem não apenas a plasticidade, mas também a afinidade com a água, provocando uma redução drástica em suas plasticidades (O’Kelly, 2008; Basim, 1999; Xia, 1994).

Como a totalidade do material passou na peneira #4 (4,75 mm), a análise granulométrica foi realizada por sedimentação e peneiramento do material lavado e retido na peneira #200 após sedimentação. Não foi possível obter resultados coerentes nos ensaios, mesmo com a utilização de outros defloculantes e quantidades de material. Em todas as repetições ocorreu formação de espuma após a agitação do material em solução de defloculante no dispersor, conforme pode ser observado nas imagens da Figura 6. Foi necessário lavar abundantemente a espuma com o auxílio de uma pisseta com água destilada intercalando intervalos de alguns minutos para que a espuma assentasse e atingisse a marca de 1000 ml da proveta para iniciar o ensaio, conforme preconizado na norma. Além disto, o lodo não precipitou e a densidade da suspensão não diminuiu com o tempo, havendo algumas situações, inclusive, em que o densímetro acusou aumento na densidade.

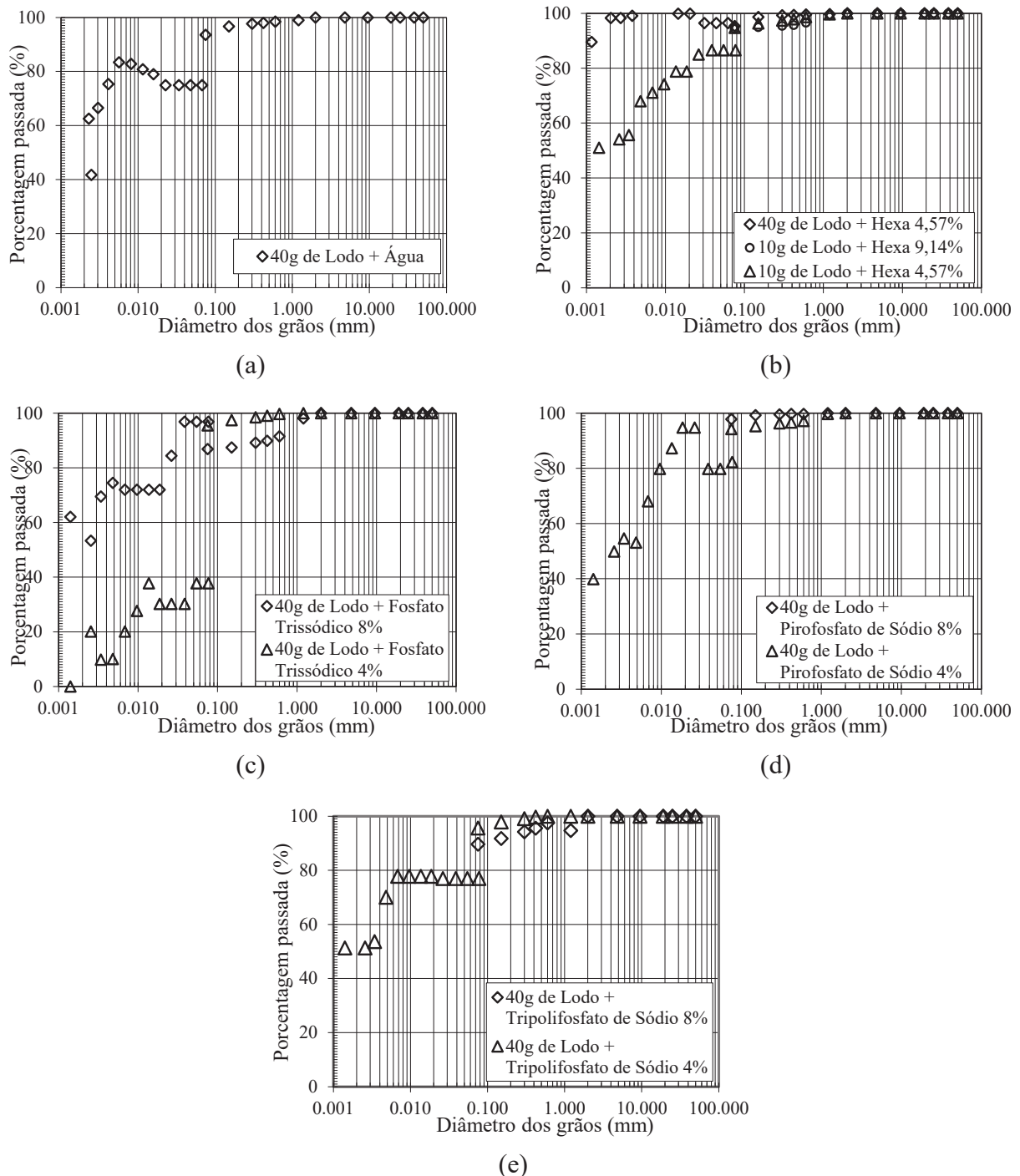
Os resultados obtidos com os ensaios de sedimentação não puderam, portanto, ser obtidos. A Figura 7 mostra as curvas granulométricas obtidas a título de exemplo. Na Figura 8 estão apresentadas as distribuições granulométricas obtidas por laser do LETA in natura, seco ao ar e



**Fig. 6 – Formação de espuma no ensaio de sedimentação: (a) 40g de Lodo + Fosfato Trissódico 4%; (b) 10g de Lodo + Hexametáfosfato de sódio 9,14%.**

com oxidação da matéria orgânica e seca a 60°C.

Observa-se que nenhuma das alternativas investigadas foi eficaz para determinar a distribuição granulométrica por sedimentação, pois os defloculantes não foram eficazes na neutralização do efeito do coagulante e do polímero utilizados na ETA. Como praticamente todo o material passa na peneira #200 (0,075 mm) quando lavado, utilizou-se a carta de plasticidade para sua classificação, de acordo com a norma D2487-17 (ASTM, 2017 b). Considerando-se os limites



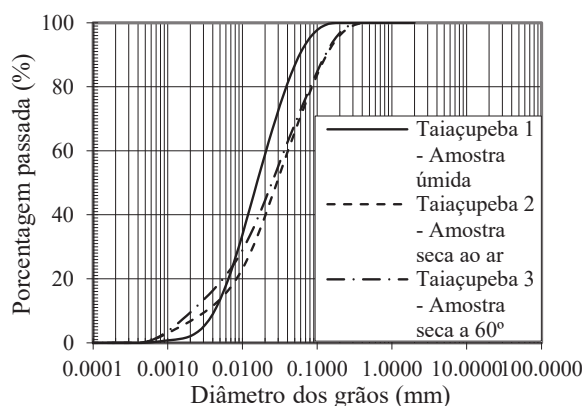
**Fig. 7** – Curvas Granulométricas: (a) Sem defloculante; (b) Com defloculante Hexametáfosfato de Sódio em diferentes concentrações; (c) Com defloculante Fosfato Trissódico em diferentes concentrações; (d) Com defloculante Pirofosfato de Sódio em diferentes concentrações; (e) Com defloculante Tripolifosfato de Sódio em diferentes concentrações.

obtidos, o LETA Taiapuêba seria classificado como MH (silte não elástico), indicando pouca atividade dos finos. Porém, devido ao alto teor de matéria orgânica, os ensaios devem ser repetidos com o material seco ao ar para definir a classificação como MH ou OH. Se após secagem em estufa, o ensaio de limite de liquidez for inferior a 75% do limite de liquidez antes da secagem, o material se classifica como orgânico. Como o LETA tornou-se não-plástico após secagem, ele foi classificado como silte orgânico (OH).

Nas análises granulométricas por laser, o teor de matéria orgânica, e conseqüentemente, a variação do limite de liquidez após secagem, também é definitivo na classificação. No caso do LETA *in natura*, o material classifica-se também como OH. As amostras do LETA seco ao ar e com oxidação da matéria orgânica e seco a 60°C se classificam como ML (silte), pela norma D2487-17 (ASTM, 2017 b).

Muchimbane (2016), analisou granulométricamente as três amostras do LETA Taiapuêba, por meio da associação dos métodos de peneiramento e pipetagem propostos por Suguio (1973), e classificação utilizando o Diagrama de Flemming (2000), para sedimentos lamosos (lama é a soma das frações de argila e silte), e o Diagrama de Shepard (1954). Por Fleming, uma amostra foi classificada como silte argiloso, enquanto as demais como lama levemente arenosa siltosa; já por Shepard, as três amostras foram classificadas como silte argiloso.

Uma síntese dos resultados de caracterização geotécnica esta apresentada na Tabela 5.



**Fig. 8** – Granulometria por laser.

**Tabela 5** – Síntese da caracterização geotécnica.

Parâmetros	LETA Taiapuêba
Teor de umidade médio ± desvio padrão (%)	495,8 ± 19,9
Massa específica dos grãos (g/cm <sup>3</sup> )	2,42
Limite de liquidez (%)	536
Limite de plasticidade (%)	236
Índice de plasticidade (%)	300
Teor de matéria orgânica (%)	15,5
Classificação SUCS	OH

#### 4 – CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados da DRX indicaram uma matriz amorfa com possível presença de fase cristalina composta por quartzo (SiO<sub>2</sub>), gibbsita (Al(OH)<sub>3</sub>) e caulinita (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>). Após oxidação da matéria orgânica com H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, a DRX não apontou a presença de quartzo. A fase amorfa foi

relacionada ao elevado teor de matéria orgânica, ao Óxido de Alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e, provavelmente, ao Hidróxido de Alumínio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) não-cristalino advindo da reação do coagulante com a água e ao polímero adicionado na ETA.

A FRX mostrou como componentes majoritários  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$ . O  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pode se associar à presença de caulinita ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ) e gibbsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) e à utilização do coagulante Sulfato de Alumínio. O  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  pode se relacionar a presença de Hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), Magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) e Goethita ( $\text{FeO}(\text{OH})$ ). O quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) se relaciona à presença de areia na água bruta. O teor de  $\text{SiO}_2$  foi muito baixo se comparado a solos e a LETA's. A oxidação da matéria orgânica pode ter possibilitado maior clareza nas análises, devido a redução da quantidade de material amorfo. Com isso, houve aumento do teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (7,8%) e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (4,4%) e redução do teor de  $\text{SiO}_2$  (0,48%). A porcentagem de grande parte dos demais componentes minoritários também aumentou ( $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ).

Em consonância com a DRX e a FRX, pela MEV-EDS foi possível identificar a presença de Al, Fe, Si, Ca, O e C. Também foi possível observar baixa cristalinidade e a uma fase amorfa visível, responsável pelo quase desaparecimento das partículas cristalinas.

A caracterização química do LETA Taiaçupeba resultou em um pH ( $\text{H}_2\text{O}$ ) de 6,4 e um  $\Delta\text{pH}$  de +0,8, indicando a presença de coloides de argila negativamente carregados. A CTC foi de 73,3  $\text{mmol}_c.\text{kg}^{-1}$ , a acidez potencial, 20  $\text{mmol}_c.\text{kg}^{-1}$  e a soma de bases trocáveis, 53,3  $\text{mmol}_c.\text{kg}^{-1}$ , valores baixos em relação a estudos de outros lodos. O teor de matéria orgânica foi de 26,7%, no ensaio por queima a 440°C foi de 49,0%, no ensaio por queima a 1020°C foi de 52,6% e após a oxidação da matéria orgânica de 39,1%. Houve, portanto, uma redução considerável da perda ao fogo, de 13,5%, indicando que parte ou a totalidade da matéria orgânica presente no material foi de fato oxidada. Este valor é muito próximo do teor de matéria orgânica considerado mais confiável, de 15,5% (carbono orgânico).

A predominância da matéria orgânica, a reduzida presença de minerais, a presença de óxidos e hidróxidos metálicos e polímeros e o alto teor de umidade dificultaram a execução e interpretação dos ensaios geotécnicos, particularmente a análise granulométrica. O conjunto de resultados e análises motivaram a classificação do material como silte orgânico. A massa específica dos grãos foi de 2,42  $\text{g}.\text{cm}^{-3}$ , o teor de umidade médio foi de 495,8%, o LL, 536%, o LP, 236% e, portanto, o IP, 300%. A alta plasticidade pode ser justificada pela alta capacidade de retenção de água do resíduo. Após secagem, o material muda completamente suas características, perdendo a plasticidade e a afinidade com a água.

## 5 – AGRADECIMENTOS

À ETA Taiaçupeba, à FAPESP (processos 2013/50448-8, 2017/24056-6 e 2019/17183-7) e ao CNPq (processo 310801/2017-6).

## 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABNT (1984). NBR 6.508 - *Grãos de solos que passam na peneira de 4,8 mm - Determinação da massa específica*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.
- ABNT (1986). NBR 6.457 - *Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.
- ABNT (1996). NBR 13.600 - *Determinação do teor de matéria orgânica por queima a 440°C*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.
- ABNT (2004). NBR 10.004 - *Resíduos Sólidos - Classificação*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.

- ABNT (2016 a). NBR 6.459 - *Solo – Determinação do limite de liquidez*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.
- ABNT (2016 b). NBR 7.180 - *Solo – Determinação do limite de plasticidade*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.
- ABNT (2017). NBR 7.181 - *Solo – Análise granulométrica*. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro.
- Abo-El-Enein, S.A.; Shebl, A.; Abo El-Dahab, S.A. (2017). *Drinking water treatment sludge as an efficient adsorbent for heavy metals removal*. Applied Clay Science, 146, p. 343-349.
- Ahmad, T.; Ahmad, K.; Abdul, A.; Alam, M. (2016). *Characterization of water treatment sludge and its reuse as coagulant*. Journal of Environmental Management, 182, p. 606-611.
- Asociación Nacional De La Industria Quimica (2019). *Información técnica Superfloc Serie 8000 HMW PAMs catiónica seca*. Disponível em: <<http://www.aniq.org.mx/webpublico/>>. Acesso em: 7 nov. 2019.
- ASTM D7928-17 (2017 a). *Standard Test Method for Particle-Size Distribution (Gradation) of Fine-Grained Soils Using the Sedimentation (Hydrometer)*. Annual Book of ASTM 2018, Volume 04.08.
- ASTM D2487-17 (2017 b). *Standard Practice for Classification of Soils for Engineering Purposes (Unified Soil Classification System)*. Annual Book of ASTM 2018, Volume 04.08.
- ASTM D2974-20e1 (2020). *Standard Test Methods for Moisture, Ash, and Organic Matter of Peat and Other Organic Soils*. Annual Book of ASTM 2021, Volume 04.08.
- Azzam, W. (2013). *Behavior of Modified Clay Microstructure using Polymer Nanocomposites Technique*. Alexandria Engineering Journal, p. 143-150.
- Babatunde, A.O.; Zhao, Y.Q. (2007) *Constructive approaches toward water treatment works sludge management: an international review of beneficial reuses*. Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 37, nº 2, p. 129-164.
- Basim, S.C. (1999). *Physical and Geotechnical Characterization of Water Treatment Plant Residuals*. PhD Thesis—New Jersey: New Jersey Institute of Technology.
- Blight, G.E. (1997). *Mechanics of residual soils*. A. A. Balkema Publishers, Rotterdam, Netherlands.
- Brasil (2005). *Resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) nº 357, de 18 de março de 2005. Classificação dos corpos de água*. Diário Oficial da União, Brasília.
- Brasil (2010). *Lei nº 12.305 de 02 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei no 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências*. Diário Oficial da União, Brasília.
- Brasil (2011). *Resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) nº 430, de 16 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução nº 357, de 17 de março de 2005*. Diário Oficial da União, Brasília.
- Brazetti, R. (1998). *Considerações sobre a influência de distintos aditivos orgânicos nas características micromorfológicas, mineralógicas, físicas, mecânicas e hidráulicas de um solo laterítico*. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo.



- BSI (1990). BS 1377-3:1990 – *Methods of test for soils for civil engineering purposes (chemical and electro-chemical tests)*. British Standards Institution, London, UK.
- Buselatto, D.M.; Wenzel, M.C.; Rocha, G.H.; Webber, J.; Silva, S.R.; Andrade, J.J.O. (2019). *Incorporação de lodo de estação de tratamento de água (ETA) como agregado miúdo em concretos: avaliação das propriedades físico-mecânicas*. Matéria, 24, nº 1.
- Cabral, V.A.L. (2013). *Avaliação da incorporação do lodo da ETA UFV na manufatura de tijolos de solo-cimento*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa.
- Dayton, E.A.; Basta, N.T. (2001). *Characterization of drinking water treatment residuals for use as a soil substitute*. Water Environment Research, 73, nº 1, p. 52-57.
- Delgado, J.V.C. (2016). *Avaliação da aplicação do lodo da ETA Guandu na pavimentação como disposição final ambientalmente adequada*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.
- Dumke, C.; Camargo, T.; Uhlig, C.; Somensi, A.; Hopner, N. (2015). *Avaliação da eficiência de um polímero aniônico e um polímero catiônico em tratamento de água para abastecimento*. Anais da 6ª Mostra Científica e Tecnológica - Campus Araquari, Araquari.
- El-Didamony, H.; Khalil, K.H.A.; Heikal, M. (2019). *Physico-chemical and surface characteristics of some granulated slag-fired drinking water sludge composite cement pastes*. HBRC Journal, 10, nº 1, p. 73-81.
- Elliott, H.A.; Dempsey, B.A. (1991). *Agronomic Effects of Land Application of Water Treatment Sludges*. Journal AWWA, p. 126-131.
- EMBRAPA (2017). *Manual de Métodos de Análise de Solos*. 4ª edição, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Rio de Janeiro, Brasil.
- Ferreira, K.S.M.; Montalvan, E.L.T.; Sawatani, T.F.; Boscov, M.E.G. (2019). *Influência da secagem nos parâmetros de resistência à compressão simples de misturas compactadas de solos lateríticos com lodo de ETA*. Anais do 8º Congresso Brasileiro de Geotecnia Ambiental, 9, Congresso Brasileiro de Geossintéticos, São Carlos.
- Flemming, B.W. (2000). *A revised textural classification of gravel-free muddy sediments on the basis ternary diagrams*. Continental Shelf Research, p. 1125–1137.
- Godoy, L.G.G.; Rohden, A.B.; Garcez, M.R.; Costa, E.B.; Dalt, S.; Andrade, J.J.O. (2019). *Valorization of water treatment sludge waste by application as supplementary cementitious material*. Construction and Building Materials, 223, p. 939-950.
- Head, K.H. (2006). *Manual of Soil Laboratory Testing*. 3ª edição, vol. 1, Whittles Publishing, Scotland, Reino Unido.
- Hsieh, H.N.; Raghu, D. (1997). *Criteria development for water treatment plant residual monofills*. AWWA Research Foundation and American Water Works Association, Denver, Colorado.
- Katayama, V.T. (2012). *Quantificação da produção de lodo de estações de tratamento de água de ciclo completo: uma análise crítica*. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Paulo.
- Lambe, T.W. (1951). *Soil Testing for Engineers*. John Wiley, New York.
- Montalvan, E.L.T. (2016). *Investigação do comportamento geotécnico de misturas de solo arenoso com lodo da Estação de Tratamento de Água Cubatão*. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Paulo.

- Montalvan, E.L.T.; Ferreira, K.S.M.; Godoy, R.V.S.; Boscov, M.E.G. (2019). *Influence of water treatment sludge addition on the compressibility and shear strength parameters of two lateritic soils*. Proceedings of 16<sup>th</sup> XVI Pan-American Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Cancun.
- Montalvan, E.L.T.; Boscov, M.E.G. (2018). *Geotechnical Parameters of Mixtures of a Tropical Soil with Water Treatment Sludge*. Proceedings of 8<sup>th</sup> International Congress on Environmental Geotechnics, Springer, Singapore.
- Muchimbane, A.B.D.A. (2016). *Avaliação da influência da disposição de lodo gerado por estação de tratamento de água sobre a qualidade do solo e da água subterrânea na área da Barragem Taiaçupeba*, Suzano, SP. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo.
- Nair, A.T.; Ahammed, M.M. (2014). *Coagulant recovery from water treatment plant sludge and reuse in post-treatment of UASB reactor effluent treating municipal wastewater*. Environmental Science and Pollution Research, 21, p. 10407-10418.
- O’Kelly, B.C. (2008). *Geotechnical properties of a municipal water treatment sludge incorporating a coagulant*. Canadian Geotechnical Journal, 45, n° 5, p. 715-725.
- O’Kelly, B.C. (2016). *Geotechnics of municipal sludges and residues for landfilling*. Geotechnical Research, 3, n° 4, p. 148-179.
- O’Kelly, B.C.; Sivakumar, V. (2014) *Water content determinations for peat and other organic soils using the oven-drying method*. Drying Technology: An International Journal, 32.
- Oliveira, A.P.S. (2015). *Avaliação dos atributos de um latossolo adubado com lodo de estação de tratamento de água*. Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora.
- Oliveira, E.M.S.; Machado, S.Q.; Holanda, J.N.F. (2004). *Caracterização de resíduo (lodo) proveniente de estação de tratamento de águas visando sua utilização em cerâmica vermelha*. Cerâmica, 50, p. 324-330.
- Raghu, D.; Hsieh, H.; Neilan, T. Yih, C. (1987). *Water treatment plant sludge as landfill liner*. Proceedings of Geotechnical Practice for Waste Disposal.
- Ramirez, K.G.; Possan, E.; Bittencourt, P.R.S.; Carneiro, C.; Colombo, M. (2018). *Physico-chemical characterization of centrifuged sludge from the Tamanduá water treatment plant (Foz do Iguaçu, PR)*. Matéria, 23, n° 3.
- Richter, C.A. (2001). *Tratamento de Lodos de Estações de Tratamento de Água*. 1<sup>a</sup> edição, 4<sup>a</sup> reimpressão, Edgard Blucher, São Paulo.
- Rodríguez, N.H.; Ramírez, S.M.; Varela, M.T.B. Guillem, M.; Puig, J.; Larrotcha, E.; Flores, J. (2010). *Re-use of drinking water treatment plant (DWTP) sludge: characterization and technological behaviour of cement mortars with atomized sludge additions*. Cement and Concrete Research, 40, p. 778-786.
- Roque, A.; Montalvan, E.L.T.; Boscov, M.E.G. (2019). *Caracterização mineralógica, química e geotécnica do lodo da Estação de Tratamento de Água Taiaçupeba*. Anais do 6<sup>o</sup> Simpósio sobre Resíduos Sólidos, São Carlos, N.P.
- Shepard, F.P. (1954). *Nomenclature Based on Sand-silt-clay Ratios*. Journal of Sedimentary Research, 24, n° 3.

- Silva, A.S.; Hemsli, P.S. (2018). *Efeito do teor de sólidos na resistência ao cisalhamento de um lodo de ETA visando seu uso em cobertura diária de aterros sanitários*. Anais do 19º Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia Geotécnica, Salvador.
- Suguio, K. (1973). *Introdução a Sedimentologia*. Edgard Blucher, São Paulo.
- Suman, A.; Ahmad, K.; Inamulhaq (2018). *Water treatment plant sludge characterization, recovery of coagulant and its reuse*. International Journal of Research in Engineering and Technology, 7.
- Tan, K.H. (2011). *Principles of Soil Chemistry*. 4<sup>th</sup> edition, CRC Press - Taylor & Francis Group, Athens, Georgia.
- Tsugawa, J.K.; Romano, R.C.; Pileggi, R.G.; Boscov, M.E.G. (2018). *Rheological Approach for the Evaluation of Geotechnical Use of Water Treatment Sludge*. The International Congress on Environmental Geotechnics. Proceedings of 8<sup>th</sup> International Congress on Environmental Geotechnics, Springer, Singapore.
- Tsugawa, J.K.; Da Silva Sabino, E.F.; Monte, R. Boscov, M.E.G. (2019). *Importance of Composing Representative Samples According to the Theory of a Sampling (TOS) for the Reuse of Water Treatment Sludge*. Proceedings of 16<sup>th</sup> Pan-American Conference on Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Cancun, Mexico.
- US EPA Method 1684 (2001). *Total, fixed, and volatile solids in water, solids, and biosolids*. Washington, DC.
- Vandermeijden, C.; Cornwell, D.A. (1998). *Nonmechanical dewatering of water plant residuals*. AWWA Research Foundation and American Water Works Association, Denver, Colorado.
- Walkley, A.; Black, I.A. (1934). *An examination of the degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method*. Soil Science, 37, nº 1, p. 29-38.
- Wang, M.C.; Hull, J.Q.; Jao, M. Dempsey, B.A.; Cornwell, D.A. (1992). *Engineering behavior of water treatment sludge*. Journal of Environmental Engineering, 118, nº 6, p. 848-864.
- Watanabe, Y.; Komine, H.; Yasuhara, K.; Murakami, S. (2011). *Batch Leaching Test Focusing on Clod Size of Drinking Water Sludge and Applicability to Long-Term Prediction Using Column Leaching Test*. Proceedings of Geo-Frontiers 2011 - Advances in Geotechnical Engineering.
- Wintermyer, A.M.; Kinter, E.B. (1955). *Dispersing agents for particle-size analysis of soils*. Highway Research Board Bulletin, Transportation Research Board of the National Academy of Sciences.
- Wolff, E.; Schwabe, W.K.; Conceição, S.V. (2014). *Utilization of water treatment plant sludge in structural ceramics*. Journal of Cleaner Production, p. 1-8.
- Xia, Z. (1994). *Geotechnical characterization of water treatment plant residuals*. M.Sc. Thesis, New Jersey Institute of Technology, New Jersey.
- Yang, L.; Wei, J.; Zhang, Y.; Wang, J.; Wang, D. (2014). *Reuse of acid coagulant recovered drinking waterworks sludge residual to remove phosphorus from wastewater*. Applied Surface Science, 305, p. 337-346.
- Yang, Y.; Tomlinson, D.; Kennedy, S.; Zhao, Y.Q. (2006). *Dewatered alum sludge: a potential adsorbent for phosphorus removal*. Water Science & Technology, 54, nº 5, p. 207-213.

Zhao, Y.; Liu, R.; Awe, O.W.; Yang, Y.; Shen, C. (2018). *Acceptability of land application of alum-based water treatment residuals – An explicit and comprehensive review*. Chemical Engineering Journal, 353, p. 717-726.