

Avaliação do potencial de produção de biogás a partir da codigestão anaeróbia de lodo gerado em uma indústria de café solúvel com resíduos alimentares

Roberta Arlêu Teixeira

Instituto Federal do Espírito Santo – Brasil
roberta.arleu@gmail.com

Bárbara Almeida Bueno

Instituto Federal do Espírito Santo – Brasil
babmsbf@gmail.com

Raquel Machado Borges

Instituto Federal do Espírito Santo – Brasil
raquelmb@ifes.edu.br

Jacqueline Rogéria Bringhenti

Instituto Federal do Espírito Santo – Brasil
jacquelineb@ifes.edu.br

ABSTRACT

Brazil is the largest coffee producer in the world, and the second largest consumer. Coffee sludge from soluble coffee industry wastewater treatment process is a waste with a high content of organic matter, and which, for the most part, has a destination that is not sustainable. Among the possibilities of valorization of this waste, anaerobic digestion presents a great potential of application, besides promoting its treatment, it generates by-products that can be reused, like biogas which can be used for electric, mechanical and fuel power generation. The objective of this work was to evaluate biogas potential production from anaerobic digestion of coffee sludge and food waste, using sludge from domestic sewage treatment as inoculum. For the development of the research a BMP - Biochemical Methane Potential test was performed using bench reactors. Experiment was carried out at a constant temperature of 35°C for 45 days. Coffee sludge proportions were tested in the mixture with food residues at the values of 0%, 25%, 50%, 75% and 100% of coffee sludge by dry weight. Biogas production was monitored daily throughout the experiment. Reactors were characterized with respect to pH, Total Solids, Volatile Solids and Chemical oxygen demand, at the beginning and at the end of the experiment. Results showed a high biogas production potential from coffee sludge, comparable to residues already widely used for this purpose. Highest biogas production was obtained in flasks with 75% and 100% of coffee sludge, indicating its viability with or without food residue as co-substrate.

Keywords: Anaerobic Digestion; Coffee Sludge; Organic Waste; Recycling.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é o maior produtor de café do mundo, e o segundo maior consumidor. Dentre os resíduos gerados na produção de café, o lodo proveniente do tratamento das águas residuárias do processamento do café solúvel vem se mostrando preocupante para a indústria cafeeira, uma vez que possui características que exigem a sua disposição em aterros sanitários. Porém, visando os princípios da Política Nacional de Resíduos Sólidos (BRASIL, 2010), este resíduo possui um alto teor de matéria orgânica, e deve ser valorizado para a produção de energia e/ou adubo, seja pela compostagem ou pela digestão anaeróbia.

Além de promover o tratamento dos resíduos orgânicos, a digestão anaeróbia, gera subprodutos que podem ser aproveitados, como o biogás (para produção de energia elétrica) e o biofertilizante (que serve como adubo orgânico), possibilitando ganhos tanto econômicos quanto ambientais, e se apresentando como uma alternativa bem atraente para a destinação destes resíduos.

Segundo Luz et al. (2017), a valorização energética de resíduos de café por meio da digestão anaeróbia possui grande potencial, uma vez que os resíduos possuem um alto teor de matéria orgânica (acima de 90%) e de lipídios (acima de 25%), que são substratos na conversão do metano, possibilitando um biogás com um alto potencial energético.

O potencial da produção de biogás a partir da digestão anaeróbia de resíduos de café vem sendo estudado por diversos autores, porém, ainda não existe um consenso sobre os parâmetros que possibilitam um melhor desempenho, como inóculos, temperatura, dentre outros (QIAO et al., 2013; KIM et al., 2017; LUZ et al., 2017). Ainda, existe um desconhecimento das características destes resíduos, além das mesmas serem bastantes variáveis devido aos diferentes processos empregados para produção de café, o que pode contribuir para variações na digestão anaeróbia e no potencial de produção de biogás.

Considerando a importância estratégica do estado do Espírito Santo para a produção mundial de café, e a problemática gerada pelos resíduos desta atividade, este trabalho teve como objetivo promover a valorização do lodo gerado no processamento do café solúvel, por meio da digestão anaeróbia, utilizando resíduos alimentares como co-substratos e lodo de Estação de Tratamento de Esgoto como inóculo.

2. METODOLOGIA

O experimento consistiu na realização de um teste baseado na metodologia de ensaio BMP - Biochemical Methane Potential originalmente proposta por Owen et al. (1979). O experimento foi desenvolvido em uma instituição de ensino do município de Vitória/ES/Brasil.

Para realização do experimento foram utilizados diferentes percentuais de misturas de resíduo do processamento do café solúvel e resíduos alimentares (Tabela 1), colocados em frascos previamente esterilizados (reatores), de 250 mL, junto com lodo de ETE (inóculo).

Tabela 1. Percentuais de resíduos avaliados por reator.

Reator	Lodo de café	Resíduos Alimentares	Lodo de UASB (inóculo)
R ₀	-	-	X
R ₁	0%	100%	X
R ₂	25%	75%	X
R ₃	50%	50%	X
R ₄	75%	25%	X
R ₅	100%	0%	X

Fonte: Elaborado pelos autores.

O teste foi desenvolvido em uma incubadora (Figura 1), onde a temperatura era mantida a 35°C (constante) durante todo o período de realização, tendo em vista que esta é a temperatura normalmente utilizada em testes BMP (AQUINO et al., 2007).

Figura 1. Incubadora onde o teste BMP foi desenvolvido.



Figura 2. Aparato experimental para o teste BMP.



Fonte: Acervo pessoal dos autores.

O reator R_0 continha apenas Lodo (Branco), e foi escolhido para que se pudesse determinar o Potencial de Produção de Biogás do Lodo, de forma a não interferir nos resultados dos resíduos estudados. O volume de biogás produzido em cada reator foi medido diariamente por meio do aparato mostrado na Figura 2. A medida que o biogás era produzido nos reatores (1), ele se deslocava por meio da mangueira de coleta (2), atingindo o Frasco de Mariotte (3), que continha água. Conforme o biogás enchia o Frasco de Mariotte, a água contida no frasco era deslocada para o recipiente de coleta (4). O volume de água coletado diariamente era medido por meio de uma proveta e correspondia ao volume de biogás produzido em cada reator.

O potencial máximo de produção de biogás foi obtido a partir do gráfico formado com os dados diários de volume de biogás produzido em cada reator, por meio de uma regressão linear.

O experimento constituiu-se de 5 etapas principais, mostradas na Figura 3.

Figura 3. Etapas do experimento.



Fonte: Elaborado pelos autores.

2.1 Coleta dos resíduos

Os resíduos utilizados no experimento foram:

- **Lodo de café:** proveniente do tratamento de efluentes de uma indústria de processamento de café localizada na Grande Vitória/ES/Brasil (Figura 4).

Figura 4. Lodo de café.



Fonte: Acervo pessoal dos autores.

- **Resíduos alimentares:** oriundos de um restaurante de uma instituição de ensino localizada no município de Vitória/ES/Brasil.

Para obtenção da amostra de resíduos alimentares, foi realizado um estudo para caracterização dos tipos e quantidades de resíduos gerados no restaurante da instituição durante um período de 2 semanas. Após a realização do estudo foi obtida uma amostra representativa, com composição definida conforme Tabela 2.

Tabela 2. Composição da amostra de resíduos alimentares utilizada neste estudo.

Resíduo	%	Total de Resíduos Alimentares
Cascas	13,95	100%
Folhas e Talos	16,69	
Carne	4,62	
Outros	18,32	
Resto-ingestão	4,80	
Balcão self-service	41,61	

Fonte: Elaborado pelos autores.

Para realização do experimento, partiu-se para trituração dos resíduos (Figura 5) e adição de água, na proporção 2:1 (água:resíduo), sendo obtida uma amostra de aparência conforme a Figura 6.

Figura 5. Trituração dos resíduos.



Fonte: Acervo pessoal dos autores.

Figura 6. Amostra de resíduos alimentares utilizada no experimento.



Fonte: Acervo pessoal dos autores.

- **Inóculo (Lodo de ETE):** como inóculo foi utilizado lodo proveniente da Estação de Tratamento de Esgoto de Ulisses Guimarães, localizada no município de Vila Velha/ES/Brasil. Esta estação realiza o tratamento do esgoto por meio de um sistema composto por UASB seguido de filtro biológico aerado submerso (FBAS), decantador secundário (DS) e sistema de desinfecção por ultravioleta (UV). Para a realização do experimento, o lodo foi retirado do reator UASB (lodo bruto), com um teor de sólidos de aproximadamente 6%.

2.2 Caracterização dos resíduos

Após coleta, os resíduos foram caracterizados de acordo com os parâmetros de interesse para a digestão anaeróbia: pH, DQO, Sólidos Totais (ST) e Sólidos Voláteis (SV), e encaminhados para a montagem do experimento. A metodologia utilizada nas análises seguiu os procedimentos definidos em APHA (2005) e USEPA (2004), conforme mostrado na Tabela 3.

Tabela 3. Métodos e equipamentos utilizados nas análises laboratoriais.

Parâmetro	Método utilizado	Equipamento
pH	9045 D (USEPA, 2004)	pHmetro microprocessado de bancada, marca ION, modelo PHB 500
DQO	5520 D (APHA, 2005)	Termoreator para DQO, marca MERCK, modelo TR300 e Espectrofotômetro de UV visível, marca Agilent, modelo Cary 60
Sólidos Totais (ST)	2540 B (APHA, 2005)	Estufa marca Medicate, modelo SSA 110
Sólidos Voláteis (SV)	2540 E (APHA, 2005)	Forno mufla marca Vulcan, modelo 3/550

Fonte: Elaborado pelos autores.

2.3 Montagem do experimento

Para a montagem do experimento primeiro foi realizado o cálculo das quantidades de resíduos e inóculos a serem contidas em cada reator, utilizando uma relação resíduo/inóculo de 1 gSVresíduo/gSVinóculo. Considerou-se que o volume útil preenchido de cada frasco seria 80%, correspondendo a 200 mL. Como os valores de SV eram diferentes entre os resíduos utilizados, precisou-se adicionar água para preencher o volume útil determinado. As quantidades adicionadas de resíduos, inóculo e água em cada reator são mostradas na Tabela 4.

Tabela 4. Quantidades de resíduos, inóculo e água presentes em cada frasco.

Reator	Lodo de café (g)	Resíduos Alimentares (g)	Lodo de UASB (inóculo) (g)	Água (g)
R ₀	-	-	200	0,00
R ₁	0	41,70	100	58,30
R ₂	7,13	31,27	100	61,60
R ₃	14,26	20,85	100	64,89
R ₄	21,39	10,42	100	68,19
R ₅	28,52	0	100	71,48

Fonte: Elaborado pelos autores.

Após o cálculo das quantidades a serem utilizadas dos substratos e do inóculo (Tabela 4), foi realizada a inoculação dos reatores anaeróbios, sendo medido o pH da mistura em cada reator. Em seguida, foi realizada a expurga de oxigênio, com a utilização de nitrogênio gasoso, durante 2 min, a 1 psi para criação de um ambiente propício para o desenvolvimento dos microrganismos anaeróbios responsáveis pela digestão anaeróbia. Por fim, os reatores foram vedados, e o experimento iniciado.

O experimento foi realizado em triplicata, para todos os tipos de reatores, segundo a Tabela 4, sendo, no total, 18 reatores anaeróbios avaliados.

2.3 Monitoramento do experimento

Com o início do experimento foi aferido diariamente o volume de biogás produzido em cada reator, medindo-se a quantidade de água produzida no recipiente de coleta correspondente.

2.4 Caracterização dos reatores

Decorrido o período de 45 dias, os frascos foram abertos, e a mistura de resíduos contida em cada reator foi caracterizada com relação aos parâmetros: pH e DQO colorimétrico, conforme Tabela 3.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. Caracterização dos resíduos

A partir dos ensaios utilizados para caracterização dos resíduos, pôde-se obter os seguintes resultados (Tabela 5).

Tabela 5. Características dos resíduos e inóculo utilizados no estudo.

	Lodo de café	Resíduos Alimentares	Lodo de UASB (inóculo)
pH	7,18	5,88	8,90
DQO	160 g/L	126 g/L	40 g/L
ST	19,86%	13,36%	5,66%
SV	97,12%	98,75%	97,21%

Fonte: Elaborado pelos autores.

Com relação ao pH, verificou-se que os resíduos alimentares apresentaram pH ácido, e fora da faixa adequada para a digestão anaeróbia, diferente do lodo de café, que apresentou pH neutro, dentro da faixa de atuação das bactérias envolvidas na digestão anaeróbia, principalmente as metanogênicas (pH entre 6,5 e 7,5) (CHERNICHARO, 2010).

Apesar disto, os valores encontrados tanto para o pH dos resíduos alimentares, quanto do lodo de café e do lodo de ETE, estão dentro da faixa apresentada por outros trabalhos, sendo verificados valores de pH de lodo de ETE entre 5 e 8 (ANDREOLI; VON SPERLING, FERNANDES, 2001), de resíduos alimentares entre 4,5 e 6,5 (NEVES; CARNEIRO; BERNI, 2015; SILVA, 2014) e de lodo de café entre 6,5 e 7,5 (FRASSON, 2011).

Quanto ao teor de umidade presente nos resíduos, todos resíduos apresentaram umidade acima de 80%, e conseqüentemente, ST abaixo de 20%. Isto indica que a digestão anaeróbia úmida, em reatores

anaeróbios seja a mais viável, uma vez que não necessitaria do pré-tratamento destes resíduos por secagem. Avaliando-se a DQO, os resíduos alimentares e o lodo de café apresentaram valores superiores ao lodo de ETE, indicando a presença de uma alta carga orgânica nestes resíduos.

Comparando os valores obtidos nesta pesquisa com a DQO de outros resíduos amplamente aplicados para digestão anaeróbia, como dejetos bovinos e suínos, percebeu-se que a DQO dos resíduos alimentares e do lodo de café foi bastante superior. A DQO de resíduos de dejetos bovinos é apresentada na literatura em uma faixa de 20 a 60 g/L e a de dejetos suínos em uma faixa de 50 a 90 g/L (LUCAS; SILVA JUNIOR, 2017, GOSMANN, 1997). O valor de DQO dos resíduos alimentares encontrado neste trabalho também foi bastante semelhante aos valores encontrados nos trabalhos de Elbeshbishy, Nakhla e Hafez (2012) e Silva (2014) que avaliaram o potencial de digestão anaeróbia de resíduos alimentares gerados em restaurantes universitários, encontrando resultados promissores.

Já com relação ao lodo de café, esta caracterização não é muito abrangida na literatura. Porém, pôde-se perceber que o valor encontrado para DQO do lodo de café é bastante elevado e se situa próximo aos valores de outros resíduos amplamente estudados para obtenção de biogás, conforme discutido acima.

A fração orgânica presente no inóculo e nos substratos pôde ser determinada, ainda, pela avaliação do seu teor de sólidos voláteis (SV), que é um indicador do seu potencial de produção de biogás. Quanto maior o teor de SV de um resíduo, maior será o potencial de produção de biogás e de metano, a partir da digestão anaeróbia. Foi percebido que todos os resíduos apresentaram teores de SV bastante semelhantes, situando-se acima de 97%. Desta forma, verificou-se que o lodo de café é um resíduo essencialmente orgânico, que as técnicas de degradação biológicas, como a utilizada neste trabalho, são mais adequadas para seu tratamento.

3.1. Produção de biogás nos reatores anaeróbios

Avaliando-se o processo de digestão anaeróbia desenvolvido, foi possível verificar grande diferença de eficiência de remoção de matéria orgânica entre os reatores anaeróbios, conforme mostrado na Tabela 6.

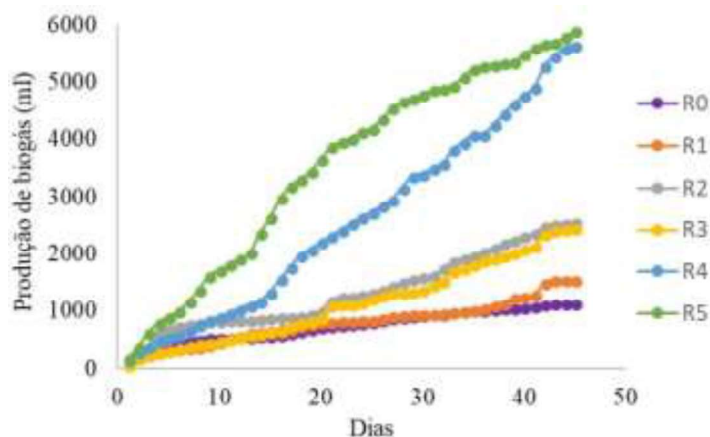
Tabela 6. Características dos reatores anaeróbios.

Reator	pH		DQO (g/L)		Redução da DQO (%)
	Início	Fim	Início	Fim	
R ₀	8,11	7,70	40,0	14,0	35%
R ₁	6,38	6,44	419,5	322,0	23%
R ₂	6,46	6,50	330,6	180,3	45%
R ₃	6,61	7,00	217,0	170,0	22%
R ₄	6,64	7,20	256,2	90,3	65%
R ₅	7,18	7,40	235,2	126,1	46%

Fonte: Elaborado pelos autores.

Os reatores R₂, R₄ e R₅ foram os que apresentaram melhores resultados com relação a remoção de DQO e, também, maior produção de biogás, conforme pode ser visto na Figura 7. Sendo que os reatores R₄ e R₅ apresentaram uma maior produção acumulada durante o experimento.

Figura 7. Produção acumulada de Biogás (mL) no período do experimento (45 dias).



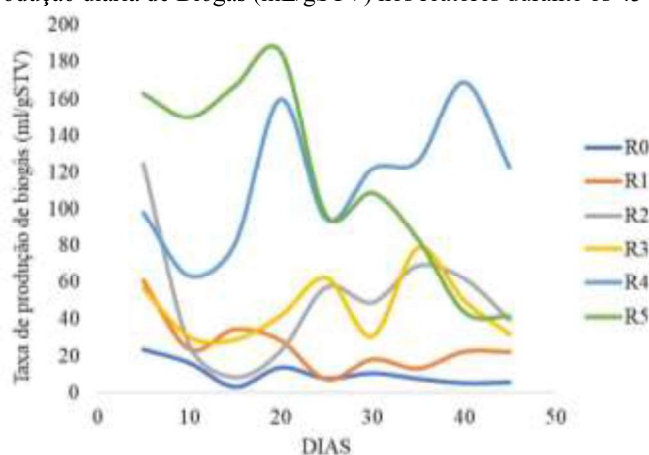
Fonte: Elaborado pelos autores.

Apesar do reator R₄ apresentar uma maior eficiência de remoção de DQO, o reator R₅ apresentou, durante todo o período do experimento o maior volume acumulado de biogás produzido. Ainda, o reator R₅ foi o que apresentou maior pico de geração diária de biogás (185,44 mL/gSV), atingido aos 20 dias (Figura 7).

Conforme pode-se ver na Figura 7, a produção acumulada de biogás dos reatores R₅ (100% de lodo de café) e R₄ (75% de lodo de café e 25% de resíduos alimentares), no final do experimento (aos 45 dias), tendeu-se a se equiparar, isto provavelmente devido ao maior tempo levado pelo reator R₄ para aclimatação.

O comportamento do reator R₄ pode ser compreendido melhor por meio da Figura 8, que mostra que após o período de aclimatação (10 dias), o reator R₄ começa a produzir biogás numa alta taxa, atingindo, aos 20 dias de experimento, uma taxa de geração diária de biogás de 159,83 mL/gSV e de 168,99 mL/gSV, aos 40 dias (Figura 8).

Figura 8: Taxa de produção diária de Biogás (mL/gSTV) nos reatores durante os 45 dias do experimento.



Fonte: Elaborado pelos autores.

Já os reatores R₁ (0% de lodo de café) e R₂ (25% de lodo de café) apresentaram valores extremamente baixos de produção de biogás, isso provavelmente, devido ao pH nos reatores (ligeiramente inferior a faixa de crescimento ótimo dos microrganismos anaeróbios), e a baixa aclimatação dos microrganismos as porcentagens de resíduos contidas nestes reatores. O reator que

continha apenas lodo (R_0), além de um pH acima da faixa ótima para os microrganismos, apresentava pouca matéria orgânica para ser degradada (estimada pela DQO). Assim, por este reator ser composto em grande parte, pela biomassa responsável pela degradação, o seu baixo desempenho já era esperado.

Apesar do baixo desempenho do reator R_1 (que continha apenas resíduos alimentares e inóculo), pôde-se verificar que a taxa diária média de produção de biogás neste reator foi de 25,5 mL/gSV, superior a encontrada por Silva (2014) que também utilizou resíduos alimentares e lodo de UASB como inóculo. Neste ponto, ressalta-se que a adição do lodo de café promoveu um efeito benéfico na mistura a ser digerida, uma vez que elevou o pH, balanceando o sistema, e contribuindo para a aclimação das bactérias anaeróbias. Tanto que os reatores que apresentaram substituição da massa de resíduos alimentares pelo lodo de café, em 25% e 50%, R_2 e R_3 , respectivamente, tiveram um aumento considerável na produção de biogás, quase o dobro de R_1 .

Verificou-se ainda, com o trabalho, que os microrganismos presentes no lodo de ETE utilizado como inóculo foram eficientes na degradação da matéria orgânica contida no lodo de café, sendo uma alternativa para viabilizar a digestão anaeróbia destes resíduos. Com relação ao potencial de produção de biogás a partir da digestão anaeróbia de lodo de café, nesta pesquisa foi encontrado um valor médio de 115 mL.d/gSTV (para 100% de lodo de café), valor superior aos obtidos para os resíduos alimentares neste trabalho, e em outros, como Silva (2014) e Neves, Carneiro e Berni (2015), mostrando que é viável a produção de biogás a partir da digestão anaeróbia deste resíduo.

CONCLUSÕES

A partir do teste BMP realizado, verificou-se que existe um grande potencial para aproveitamento do biogás a partir da digestão anaeróbia do lodo de café, obtendo-se valores de produção de biogás superiores aos encontrados na literatura para resíduos alimentares, que já são amplamente utilizados para este fim. Pôde-se observar ainda que o inóculo utilizado (lodo de UASB) foi favorável a digestão anaeróbia do lodo de café, potencializando a sua degradação. Por fim, conclui-se que o desenvolvimento do teste foi satisfatório, atendendo ao seu objetivo.

REFERÊNCIAS

ANDREOLI, C. V.; VON SPERLING, M.; FERNANDES, F. **Lodo de esgotos: tratamento e disposição final**. Belo Horizonte: DESA/UFMG, 2001. 483 p.

APHA - AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 20. ed. Washington DC/ USA: APHA, 2005.

AQUINO, S. F.; CHERNICHARO, C. A. L.; FORESTI, E.; SANTOS, M. L. F.; MONTEGGIA, L. O. Metodologias para determinação da atividade metanogênica específica (AME) em lodos anaeróbios. **Engenharia Sanitária e Ambiental** 12, p. 192-201, 2007.

BRASIL. Lei n. 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; e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, n. 147, 03. ago. 2010, Seção 1, p. 3-7. 2010.

CHERNICHARO, C.A.L. **Princípios do Tratamento Biológico de Águas Residuárias – Vol. 5 – Reatores Anaeróbios**. Belo Horizonte: DESA, 2010. 246 p.

ELBESHISHY, E.; NAKHLA, G.; HAFEZ, H. Biochemical methane potential (BMP) of food waste and primary sludge: influence of inoculum pre-incubation and inoculum source. **Bioresource technology** 110, p. 18–25, 2012.

FRASSON, A. C. **Escolha de alternativa tecnológica para tratamento e destino final de lodo gerado no tratamento de efluentes líquidos de agroindústrias com base no método AHP**. 2011. 86 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Edificações e Saneamento), Universidade Estadual de Londrina, 2011.

GOSMANN, H. Resultados comparativos com armazenagem de dejetos de suínos em esterqueira e bioesterqueira. In: Workshop sobre dejetos suínos, 1997, Concórdia. **Anais do Workshop sobre dejetos suínos**. Concórdia: Embrapa, 1997, p. 20-23.

KIM J.; KIM, H.; BAEK, G.; LEE, C. Anaerobic co-digestion of spent coffee grounds with different waste feedstocks for biogas production. **Waste Mangement** 60, p. 322-328, 2017.

LUCAS, P. A. N.; SILVA JUNIOR, E. **Viabilidade técnica da digestão anaeróbia de dejetos bovinos para produção de biogás e biofertilizante**. IFCE. 2017. Disponível em: <http://prpi.ifce.edu.br/nl/_lib/file/doc1719-Trabalho/RELATORIO%20FINAL%20PIBIC%20PAULA.pdf>. Acesso em 01 out. 2018.

LUZ, F. C.; CORDINER, S.; MANNI, A.; MULONE, V.; ROCCO, V. Anaerobic Digestion of Liquid Fraction Coffee Grounds at Laboratory Scale: Evaluation of the Biogas Yield. **Energy Procedia** 105, p. 1096-1101, 2017.

NEVES, G. N.; CARNEIRO, T. F.; BERNI, M. Desempenho de reator anaeróbio mesofílico-seco de resíduo alimentar como perspectiva de aproveitamento energético. In: X Congresso sobre geração distribuída e energia no meio rural. **Anais do X Congresso sobre geração distribuída e energia no meio rural**. São Paulo: USP, 2015.

OWEN, W. F.; STUCKEV, D. C.; HEALV, J. B.; YOUNG, L. Y.; MCCAGRV, P. L. Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity, **Water Research**, v. 13. p. 485 - 492, 1979.

QIAO, W., TAKAYANAGI, K., SHOFIE, M., NIU, Q., YU, H.Q., LI, Y.Y. Thermophilic anaerobic digestion of coffee grounds with and without waste activated sludge as co-substrate using a submerged AnMBR: system amendments and membrane performance. **Bioresour. Technol** 150, p. 249-258, 2013.

SILVA, M. C. P. **Avaliação de lodo anaeróbio e dejetos bovino como potenciais inóculos para partida de digestores anaeróbios de resíduos alimentares**. 2014. 115 f. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos). Universidade Federal de Minas Gerais, 2014.

USEPA - U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Method 9045D: Soil and Waste pH, part of Test Methods for Analyzing Solid Waste, Physical/Chemical Methods**. Washington DC: USEPA, 2004. 5p.