

TRATAMENTO QUÍMICO DE METAIS PESADOS EM RESÍDUO ANALÍTICO DE DQO VISANDO INSERÇÃO DE AGS PRECIPITADO NO ENSAIO

Gabriel Duarte Ribeiro⁽¹⁾; Guilherme Oliveira Dias⁽²⁾, Lindolfo Neiva Gonçalves⁽³⁾, Daniel Oliveira e Silva⁽⁴⁾

⁽¹⁾Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM.
gabriel.dracademico@outlook.com.

⁽²⁾Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM.
gvplos@yahoo.com.

⁽³⁾Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM.
lindolfoneiva@hotmail.com.

⁽⁴⁾Professor do curso de Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM.
danielos@unipam.edu.br.

1. INTRODUÇÃO

A demanda química de oxigênio (DQO) é um parâmetro global utilizado como indicador do conteúdo orgânico de águas residuais e superficiais, e bastante utilizados no monitoramento de estações de tratamento de efluentes líquidos. Embora a resolução CONAMA 357/05 não faça referência ao parâmetro DQO na classificação dos corpos d'água e nos padrões de lançamento de efluentes líquidos, algumas legislações ambientais estaduais estabelecem limites máximos para este parâmetro em seus padrões de lançamento. (Bertolino, S. M.; Carvalho, C. F.; Aquino, S. F-2008).

As substâncias orgânicas e inorgânicas oxidáveis presentes na amostra, se oxidam mediante refluxo em solução fortemente ácida (H_2SO_4) com um excesso conhecido de dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) em presença de sulfato de prata ($AgSO_4$) que atua como agente catalisador, e sulfato de mercúrio ($HgSO_4$) adicionado para remover a interferência dos cloretos. (Standart Methods. 1995)

Dado a alta quantidade de metais pesados necessária para desenvolvimento das análises da DQO, o presente projeto tem como objetivo a remoção dos mesmos, ajustando o descarte aos padrões empregados pelo Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM no que se refere às boas práticas laboratoriais e gestão de resíduos.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Os procedimentos realizaram-se no laboratório de química analítica do Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM. A amostra de efluente para tratamento foi armazenada em recipientes de vidro âmbar, para evitar a oxidação do Cr^{6+} .

O processo para quantificação dos metais pesados dispostos na amostra, se realizou por ICP com os padrões de referência para Ag e Cr, com a concentração entre ($0,1 \text{ mg L}^{-1}$ a 1 mg L^{-1}) e para os íons de Hg, com concentração de ($1 \mu\text{g L}^{-1}$ a $10 \mu\text{g L}^{-1}$). Após a caracterização do resíduo proveniente da análise de DQO, inicia-se a precipitação dos metais pesados.

Os ensaios destinados à remoção de Ag e Hg foram conduzidos sem correção de pH. Adotando o procedimento descrito por Bendassolli et al. (2012) o procedimento utiliza como agente precipitante do íon de prata solução saturada de NaCl (200 g L^{-1}), ocorrendo a seguinte reação.

Para se garantir a eficiência do processo, efetuou-se nova adição de NaOH e as subsequentes etapas de lavagem. Por fim, a secagem foi realizada em estufa ventilada a $60 \text{ }^\circ\text{C}$. A eficiência da metodologia proposta foi avaliada, primeiramente, comparando-se a massa de Ag a produzida em relação à massa teórica possível de se obter. Em seguida, a qualidade do Ag_2O obtido foi aferido empregando-se esse composto recuperado e Ag_2O . (Bendassolli et al. 2012) Para o ensaio conduzido com o íon cloreto como agente precipitante, após as etapas de precipitação o precipitado, composto pelos sais AgCl e Hg_2Cl_2 , foi tratado com uma solução de $\text{NH}_4\text{OH}_3 \text{ mol.L}^{-1}$ visando a separação seletiva da Ag do Hg. (Dallago, R. M. et al. 2008) Após a reação de precipitação empregando íons cloreto, a solução resultante do processo de centrifugação foi submetida a uma nova etapa de precipitação empregando íons sulfeto. A solução do segundo ensaio foi reservada para o experimento destinado à remoção de Cr.

Para a remoção do cromo presentes na solução, utiliza-se hidróxido de sódio (NaOH). Após o ensaio, o precipitado gerado $\text{Cr}(\text{OH})_3$ após a reação ocorrer em reator, separa-se o precipitado do sobrenadante por filtração, usando papel filtro quantitativo.

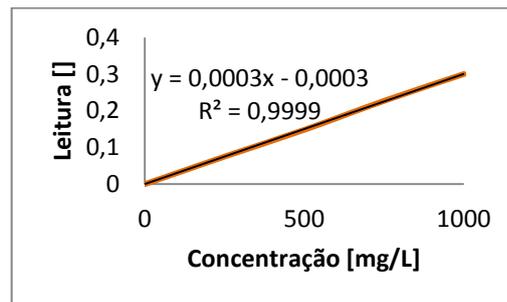
2.1. Inserção dos metais pesados tratados na análise de DQO

Quando uma amostra é digerida, o íon dicromato oxida material de demanda química de oxigênio (COD) na amostra. Isto resulta na mudança de cromo do estado hexavalente ao estado trivalente. (Standard Methods 22ed. 2012)

A leitura das amostras foi realizada em espectrofotômetro UV-Visual com o comprimento de onda 600nm.

As concentrações utilizadas foram de 100 mg/L, 250 mg/L, 500 mg/L, 750 mg/L e 1000mg/L, a Figura 1 seguinte apresenta a linearidade do teste empírico.

Figura 1- Curva de calibração da análise de DQO



Fonte : Autoria própria, Ribeiro et. al (2017)

2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela 1 apresenta os resultados quanto ao pH e aos teores de prata, mercúrio e cromo, incluídos os valores estipulados pela legislação estadual (FEPAM).

Tabela 1 – Caracterização Físico-Química do Efluente de Análise de DQO.

Parâmetros	Resíduo de DQO	Resíduo de DQO	Legislação FEPAM
	Inicial (g/L)	Final (g/L)	
pH	0,320	7,000	6,800
Hg	2,164	0,067	0,100
Ag	4,253	0,017	0,010
Cr	3,535	0,035	0,500

Fonte: Autoria Própria, Ribeiro et. al. (2017)

Os valores obtidos para os parâmetros avaliados estão de acordo com as normas vigentes estaduais, exceto a prata que possui valor significativamente superior ao limite impossibilitando seu descarte direto, sem um tratamento prévio, nos corpos receptores e nas unidades de tratamento que empregam os chamados sistemas convencionais, baseados no uso de processos biológicos (ALVES et al, 2005a, 2005b).

Tabela 2 - Inserção dos Metais Tratados na Análise de DQO

	Leitura Branco (Abs)	Leitura padrão MRC (Abs)
Com Reagente P.A.A.C.S	0,067	0,073
Com Reagente AgS	0,102	0,077

Fonte: Autoria Própria, Ribeiro et. al. (2017)

O valor em absorbância do branco mostrou uma variação comparando os dados com o valor retornado pelos reagentes P.A.A.C.S., isto pode se dar pela falta de um processo de purificação do sal formado através do método, entretanto como a metodologia informa o valor de leitura do branco e retirado das demais amostras zerando o espectro com o mesmo, e mostrando assim a n interferência deste valor no processo.

3. CONCLUSÕES

- (i) Os resultados demonstrados neste experimento elucidam que é satisfatória a separação dos metais pesados presentes no efluente gerado na análise de DQO;
- (ii) Os resultados, em sua maioria, estão de acordo com a norma vigente estadual.
- (iii) Foi possível a recuperação dos metais Ag, Hg e Cr utilizando uma metodologia simples e confiável, reaplicando os sais precipitados na própria análise.

REFERÊNCIAS

ALVES, L.C. et al. *Potential treatment alternative for laboratory effluents*. Bioresource Technology, v.96, p. 1650-1657, 2005b.

EXTRAÇÃO E RECUPERAÇÃO DE PRATA E MERCÚRIO EM EFLUENTES GERADOS NA DETERMINAÇÃO DE DQO EMPREGANDO MÉTODOS FÍSICO-QUÍMICOS - Dallago, R. M. et al. Vol.13 - Nº 2 - abr/jun 2008, 121-125

FEPAM - PORTARIA Nº 05/89 – SSMA. Secretaria da Saúde e do Meio Ambiente. Disponível em www.fepam.gov.rs.br, acessada em maio de 2016.

PROCEDIMENTOS PARA RECUPERAÇÃO DE Ag DE RESÍDUOS LÍQUIDOS E SÓLIDOS - José Albertino Bendassolli*, Glauco Arnold Tavares, Raquel de Fátima Ignoto e Alexssandra Luiza Rodrigues Molina Rosseti Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, CP 96, 13400-970 Piracicaba – SP

ZUCCARI, Maria Lucia; GRANER, Celso Augusto Fessel; LEOPOLDO, Paulo Rodolfo. **Determinação da demanda química de oxigênio (DQO) em águas e efluentes por método colorimétrico alternativo**. 2005. 82 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciências Agrônomicas, Departamento de Química, Unesp, Botucatu, 2005. Cap. 4. 12, p.3, 2001.