

## **CARACTERIZAÇÃO E ENSAIO DE PRECIPITAÇÃO DE RESÍDUOS LÍQUIDOS GERADOS NO LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA E CORROSÃO DO CES – UFCG**

Ielda Raiana Santos de Souza<sup>1</sup>; Eliane Souza Silva<sup>2</sup>; Juliano Carlo Rufino de Freitas<sup>3</sup>; Paulo Sérgio Gomes da Silva<sup>4</sup>.

*Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: [ieldaraiana@gmail.com](mailto:ieldaraiana@gmail.com);*

*Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: [elianesusasilva273@gmail.com](mailto:elianesusasilva273@gmail.com);*

*Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: [julianocrufino@yahoo.com.br](mailto:julianocrufino@yahoo.com.br);*

*Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: [mestrepaulo@yahoo.com](mailto:mestrepaulo@yahoo.com).*

### **INTRODUÇÃO**

Meio ambiente é um assunto que vem conquistando cada vez mais espaço e prestígio no mundo moderno. É urgente que todos possam perceber a ordem de grandeza em que situa hoje a questão ambiental e, talvez surpreendidos, nos damos conta de como isso é grave para a sustentabilidade. A garantia do futuro repousa na necessidade imperiosa e inadiável de uma total revisão do comportamento humano face aos recursos naturais, visando uma melhor utilização de matérias-primas e produtos, incorporando os conceitos de reciclagem e reuso (SILVA, 2010).

Indústria da galvanoplastia se apresenta como uma fonte geradora de resíduos contendo metais pesados (cromo, cobre, zinco, níquel, cádmio, chumbo), uma vez que emprega em seus processos de eletrodeposição uma variedade de soluções metálicas e um volume considerável de águas de lavagem. Os processos de galvanização geram graves problemas de poluição nos ecossistemas aquáticos devido os seus despejos conterem metais pesados, que acima de determinadas concentrações podem ser tóxicos ao ambiente e ao ser humano (VAZ, 2010).

O descarte de produtos poluentes sem um tratamento adequado acaba violando o equilíbrio dos ecossistemas, destruindo sua capacidade de auto-regulação e renovação. Estes dejetos são referidos como resíduos. Eles resultam de atividades humanas, seja num processo industrial ou o descarte de um produto industrializado (SILVA, 2010).

Segundo PONTE, H. A. nos processos de galvanoplastia, são gerados diferentes tipos de resíduos, dos quais o lodo galvânico representa a maior parte. Considerando-se que esse lodo é classificado como resíduo perigoso (Classe I / NBR 10004 - Resíduos Sólidos), que as áreas disponíveis para disposição de resíduos perigosos são cada vez menores, que recursos naturais estão cada vez mais escassos e os altos custos dos tratamentos disponíveis, deve-se procurar alternativas de minimização de resíduos com descarga zero ao meio ambiente e reciclagem de água e produtos químicos.

A criação de um programa de gerenciamento de resíduos em instituições de ensino superior/laboratórios de pesquisa, não só é uma forma de minimizar os impactos causados ao meio ambiente, mas, principalmente, para educar os futuros profissionais da química e áreas correlatas (FARIAS, 2003).

O presente trabalho tem como objetivo fazer a caracterização (sólidos totais, pH e densidade) e testes iniciais de precipitação, utilizando o  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , dos resíduos líquidos do laboratório de pesquisa, gerados no Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC) do CES/UFCG – Campus Cuité-PB.

## **METODOLOGIA**

A realização desta pesquisa consistiu-se na caracterização e testes de precipitação divididos em três etapas distintas. As análises foram realizadas no LEC, nos laboratórios didáticos de Físico-química e Química Geral e Inorgânica, todos localizados na UFCG/CES, Centro de Educação e Saúde. A primeira etapa foi a identificação do resíduo galvânico: identificando os tipos de descartes (passivos) gerados, formas de armazenamento e de destinação. Na segunda etapa foi a caracterização do resíduo, onde analisou-se o teor de sólidos totais (fixos), pH e densidade. Os ensaios de precipitação foram delineados com a finalidade de investigar a remoção de metais na forma de fosfato. Como havia uma grande quantidade e variedade de descartes, foi escolhido apenas uma, das oito amostras, que foi classificada como VERDE 3, o mesmo foi escolhido devido sua cor predominante e aparente, que nos remetia aos compostos de níquel, tornando o material melhor de se trabalhar. Na precipitação com  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , se utilizou cinco béqueres com 20 ml do resíduo líquido (verde 3) e, a cada um foi adicionado 1 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml e 40 ml de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , ficaram sob agitação de 120 rpm por 15 minutos, seguido de 24 horas de repouso, foi separado o sobrenadante (para análises de pH e condutividade) e determinado o teor de sólidos fixos por secagem a  $105^\circ\text{C}$ .

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Foi realizado um diagnóstico do LEC (local da pesquisa), a fim de se saber a quantidade e a variedade dos resíduos gerados, quantas pessoas trabalham no laboratório entre pesquisadores, alunos de pós-graduação, alunos de graduação e de iniciação científica, além do pessoal que trabalha como voluntário ou em trabalhos paralelos e de curta duração (TCC) que utilizam o laboratório e quais os principais resíduos gerados. Os principais metais utilizados são o níquel, tungstênio, fosforo, molibdênio, ferro, cobalto, zinco, nióbio, cobre, cromo. Todos os metais estão na forma de sais, principalmente sulfatos e cloretos. São usados agentes complexantes, principalmente citrato de sódio, oxalato de sódio, tartarato de sódio, glicina e ác. Bórico. O ácido sulfúrico, hidróxido de sódio ou amônia são utilizados para ajuste de pH. Os principais resíduos gerados são as soluções eletrolíticas utilizadas para eletrodeposição com um volume entre 500 mL e 1000mL por aluno/pesquisa. Os resíduos líquidos são identificados e armazenados em recipientes, no próprio laboratório. Preocupados com a destinação final dos resíduos gerados (soluções eletrolíticas usadas apenas uma vez), os usuários do mesmo foram instruídos a armazenarem seus resíduos em recipientes vazios e depositados em um local específico.

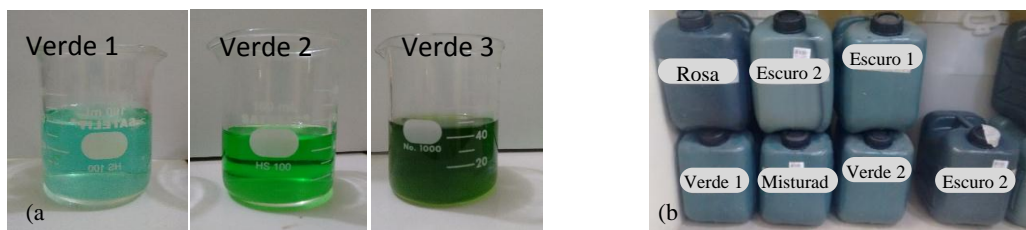
Na identificação dos resíduos, inicialmente o material foi identificado e separado por cores, em vasilhames distintos, uma análise apenas visual, com mostra a figura 1. Todas as imagens, tabelas e gráficos aqui mostrados são de arquivo pessoal.

**Figura 1** - Tons de cores identificados nos descartes.



Os resíduos líquidos com cores semelhantes foram armazenados em um mesmo recipiente, como observado na figura 2. Foram devidamente separados, rotulados de acordo com a cor predominante do resíduo líquido em cada vasilhame e armazenados no LEC/CES. As amostras foram identificadas com VERDE 1, VERDE 2, VERDE 3, ESCURO 1, ESCURO 2, ESCURO 3, ROSA E MISTURADO.









**Figura 2** – (a) Vários tons de verde, juntados em um único vasilhame. (b) Resíduos separados e identificados.



O teor de sólidos fixos (TS) foi determinado por evaporação até 10% da parte aquosa em chapa aquecedora e posteriormente em estufa a 105°C por 24 horas, sendo devidamente pesados, identificados e armazenados em dessecador. Na Tabela 1, se observa as cores dos sólidos obtidos e seu percentual.

**Tabela 1** - Vários tons dos sólidos fixos determinados

MISTURADO VERDE 1 VERDE 2 VERDE 3 ESCURO 1 ESCURO 2 ESCURO 3 ROSA

							
6,39%	6,41%	7,81%	7,51%	10,29%	11,64%	12,87%	15,86%

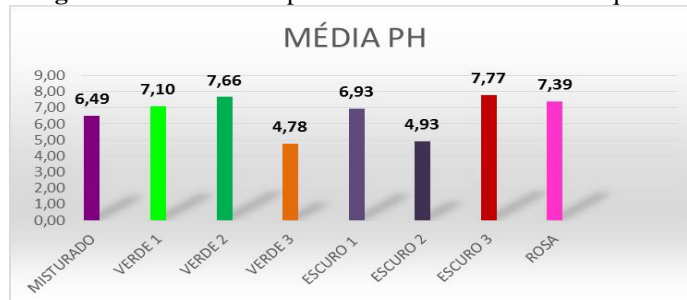
Com 6,39% de sólidos fixos, o vasilhame “misturado”, apresentou a menor concentração, já o vasilhame “rosa”, apresentou a maior concentração com 15,86% de sólidos fixo. Na figura 3 se observa a evolução do teor de sólidos fixos, que mostraram-se acima das concentrações utilizadas nas pesquisas de eletrodeposição, realizadas no LEC, que pode estar associado a perdas por evaporação durante o processo de eletrodeposição. e também fora dos valores padrões para o lançamento de efluentes segundo o CONAMA N° 430/2011.

Na análise de pH dos resíduos líquidos, podemos observar que as amostras estão com pH entre 4,0 e 7,0, resultados estes semelhantes aos valores de pH utilizados no processo de eletrodeposição das ligas (eletrodepósitos) metálicas obtidas por aluno/pesquisa, que dependendo do eletrodepósito a ser obtido, ajusta-se o pH para cada composição destes. O pH é um parâmetro importante no processo de eletrodeposição, uma vez que em pH básico, os metais geralmente precipitam, propriedade esta que pode ser usada para posterior separação destes metais, nos resíduos líquidos gerados.

**Figuras 3** - Evolução do teor de sólidos fixos nos vasilhames.



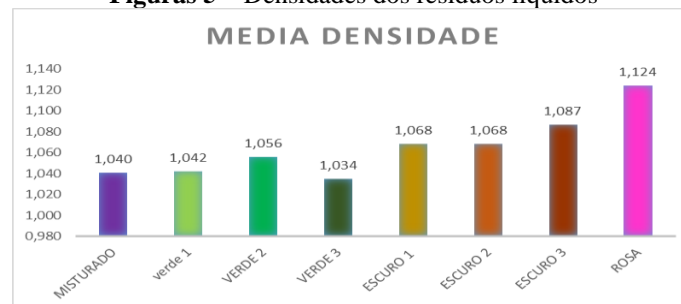
**Figuras 4** – Valores de pH observados nos resíduos líquidos



A densidade dos resíduos líquidos foi determinada ao mesmo tempo que a determinação do ST, ao determinar o volume e a massa de resíduo líquido inicial para se ter o ST final.

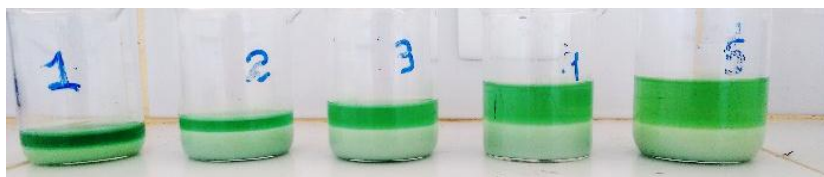
Podemos observar que das amostras a que possui menor densidade é a VERDE 3 e o MISTURADO e a de maior densidade é o ROSA, as demais estão no meio termo. As amostras que possuem uma densidade maior do que as demais, todas analisadas com mesmo volume, tem maior quantidade de matéria.

**Figuras 5** – Densidades dos resíduos líquidos








Os ensaios de Precipitação com  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  1,0 M em volume variado, foram baseados em VAZ, et al., (2010), adequando a metodologia para o tipo de resíduo líquido e de reagente de trabalho. Foi observado após a sedimentação, uma significativa diferença no volume do precipitado, no pH e na condutividade dos sobrenadantes mostrados na figura 6.

**Figuras 6** –Precipitação 24 horas após a adição do  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$



Após a sedimentação o sobrenadante foi separado do precipitado, com a ajuda de uma pipeta pauster, e os precipitados foram levados para a estufa a 105° graus Celsius, por 24h, para secagem, depois de secos, os sólidos foram pesados, macerados, identificados e armazenado em dessecador. Na tabela 2 são apresentados os resultados do ensaio de precipitação, onde podemos observar que a amostra com adição de 10,0 mL de precipitante, apresentou o maior percentual de precipitado com 26,40% de ST, se pode dizer que esta proporção é a mais eficiente na remoção dos metais, comparado com os volumes de precipitante 20,0, 30,0 e 40,0mL com a menor condutividade e pH, confirmando a remoção dos íons metálicos do resíduo líquido como pode ser observado na tabela 3.

**Tabela 2:** Amostras dos precipitados com Na<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub> secos e macerados

Vol. de (Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	1,0 mL	10,0mL	20,0mL	30,0mL	40,0mL
ST					
%ST	6,05%	26,40%	15,30%	16,60%	16,25%

**Tabela 3:** Resultados das análises de pH e turbidez dos sobrenadantes.

VOLUME	pH	ST	%ST	CONDUTIVIDADE
Com 1 mL	5,41	1,21 g/cm <sup>3</sup>	6,05%	380 µS
Com 10 mL	7,13	5,28 g/cm <sup>3</sup>	26,40%	5,77 mS
Com 20 mL	7,54	3,06 g/cm <sup>3</sup>	15,30%	6,90 mS
Com 30 mL	7,73	3,32 g/cm <sup>3</sup>	16,60%	6,97 mS
Com 40 mL	7,86	3,25 g/cm <sup>3</sup>	16,25%	7,38 mS

Os metais precipitam-se em forma de fosfatos metálicos, e a ocorrência da precipitação dá-se pela interação entre o fosfato e os constituintes do efluente, que juntos são insolúveis em água e apresentam baixa solubilidade, também devido ao ajuste do pH, que a cada adição de fosfato aumentava. Uma grande dificuldade de precipitar determinado metal ocorre quando a solução possui diversas espécies metálicas, que é nosso caso, pois alguns metais apresentam semelhanças uns com os outros, em relação as curvas de solubilidade e o pH, além dos complexantes também a soluções ácidas presentes nos descartes, utilizadas para ajustar o pH das soluções de trabalho, quando necessário. Assim podemos deduzir porque não ocorreu a precipitação dos efluentes com o hidróxido de sódio e sim com o fosfato. Pois os fosfatos (PO<sub>3</sub><sup>-4</sup>), são insolúveis, com exceção dos sais alcalinos (grupo 1) e do amônio.

## CONCLUSÃO

A geração de resíduos químicos nos laboratórios de ensino e pesquisa precisa ser equacionada adequadamente, para que haja uma minimização nos volumes gerados, além de propiciar seu correto descarte e destinação final. Neste cenário onde a omissão é o agente comum, cabe às universidades a iniciativa de desenvolver um processo de tratamento desses resíduos, revertendo este quadro de tamanha incoerência dentro da vida acadêmica.

Os usuários do LEC são instruídos a armazenarem seus resíduos em recipientes vazios e depositados em um local específico. Os principais resíduos gerados são as soluções eletrolíticas utilizadas para eletrodeposição, com um volume de até 1000mL por aluno/pesquisa e os principais metais utilizados são o níquel, tungstênio, fosforo, molibdênio, ferro, cobalto, zinco, nióbio, cobre, cromo. Todos os metais estão na forma de sais, principalmente sulfatos e cloretos, e como agentes complexantes citrato, oxalato e tartarato de sódio, glicina e ác. Bórico. As análises visuais nos permitiu a separação por cores, e nos fez deduzir o principal componente de cada vasilhame/cor. A determinação do ST por evaporação, mostrou-se eficiente na diminuição da fração líquida, dos resíduos. O pH dos resíduos líquidos é semelhante aos valores de pH utilizados nos processos de eletrodeposição do LEC, estando em uma faixa de 6,4 a 7,4. A densidade dos resíduos é proporcional às utilizadas nos eletrodepósitos das pesquisas.

Das análises de precipitação o maior percentual de remoção dos metais, foi com a adição de 10,0mL de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  para 20mL de resíduo líquido, o qual apresentou a menor condutividade e pH em relação a volumes superiores de precipitante, confirmando a remoção dos íons metálicos presentes nos resíduos. Logo, concluímos que o processo de precipitação, no tratamento primário do resíduo mostrou-se assim eficiente e satisfatório.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Resíduos sólidos – Classificação: NBR 10004**. Rio de Janeiro, 2004.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente. **RESOLUÇÃO CONAMA N° 430/2011** – Padrões de Lançamento De Efluentes; “Dispõe sobre condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução no 357, de 17 de março de 2005, no Conselho Nacional de Meio Ambiente – CONAMA” – Data da legislação: 13/05/2011.

FARIAS, P. E.; **Gerenciamento dos resíduos gerados nas disciplinas de química analítica do curso de química da UFPR: inventário, minimização, recuperação e redução de toxicidade**. Dissertação (Mestre em Química). Setor de Ciências Exatas, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, pg. 102, 2003.

PONTE, H. A.; **Tratamento de efluentes líquidos de Galvanoplastia. Notas de aula, Disciplina: eletroquímica aplicada e corrosão** - tq – 417. Universidade Federal do Paraná. Setor de tecnologia. Depto. de Eng. Química. Disponível em: [www.gea.ufpr.br/arquivos/lea/material/Tratamento%20de%20Efluentes.pdf](http://www.gea.ufpr.br/arquivos/lea/material/Tratamento%20de%20Efluentes.pdf).

SILVA R. P.; **Remoção de metais pesados em efluentes sintéticos utilizando vermiculita como adsorvente**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais); Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal/RN, Agosto de 2010.

VAZ, I. G. de I.; KLEN, M. R. F.; VEIT, M. T.; SILVA, E. A. da; BARBIERO, t. A.; BERGAMASCO R. Avaliação da eficiência de diferentes agentes coagulantes na remoção de cor e turbidez em efluente de galvanoplastia. **Eclética Química**, São Paulo, V.35, n. 4: 48 - 53, 2010.