



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE
UNIDADE ACADÊMICA DE EDUCAÇÃO
LICENCIATURA EM QUÍMICA**

IELDA RAIANA SANTOS DE SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DOS RESÍDUOS LÍQUIDOS
GERADOS NO LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA E CORROSÃO DO
CES - UFCG**

**CUITÉ - PB
2016**

IELDA RAIANA SANTOS DE SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DOS RESÍDUOS LÍQUIDOS
GERADOS NO LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA E CORROSÃO DO
CES - UFCG**

Monografia apresentada ao Curso de
Química da Universidade Federal de
Campina Grande para obtenção do Grau de
Licenciada em Química

Orientador: Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva

CUITÉ - PB
2016



S729c Souza, Ielda Raiana Santos.
Caracterização físico-química dos resíduos líquidos gerados no laboratório de eletroquímica e corrosão do CES - UFCC. / Ielda Raiana Santos de Souza. - Cuité: [s. n.], 2017.
58 fl. : il. color. graf. fig. tab.

Orientador Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva.
Monografia do Curso de Licenciatura em Química.
Disponível em CD.
Disponível para downloads.

1. Educação ambiental. 2. Resíduos líquidos. 3. Eletroquímica - laboratório. 4. Corrosão - laboratório. I. Silva, Paulo Sérgio Gomes da. II. Universidade Federal de Campina Grande. III. Centro de Educação e Saúde. IV. Título

CDU 37:504

IELDA RAIANA SANTOS DE SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DOS RESÍDUOS LÍQUIDOS
GERADOS NO LABORATÓRIO DE ELETROQUÍMICA E CORROSÃO DO
CES - UFCG**

Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura em Química da Universidade Federal de Campina Grande para obtenção do grau de Licenciada em Química.

Aprovada em ____/____/____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Paulo Sérgio Gomes da Silva – CES/UFCG
(Orientador)

Prof. Dr. Ana Regina Nascimento Campos – CES/UFCG
(Examinadora)

Prof. Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas – CES/UFCG
(Examinador)



Dedico à Zelma Ferino e Francisco Henriques. De todos os amores que podemos receber durante a vida, o amor dos pais é, sem dúvida incondicional, não existe outro que consiga ser incondicional. Vocês me educaram, se dedicaram à minha educação como ser humano, me deram amor. Eu devo tudo que sou a vocês, e se sinto orgulho de mim e do lugar onde cheguei, é porque sei que vocês vieram segurando a minha mão. Obrigada meu pai e minha mãe! Sem vocês, nada disso seria possível. Amo eternamente vocês!

AGRADECIMENTOS

Existem situações na vida que é de fundamental importância poder contar com o apoio e a ajuda de algumas pessoas. Para a realização deste trabalho de conclusão de curso, pude contar com algumas. E a essas pessoas prestarei, através de poucas palavras, os meus sinceros agradecimentos.

Agradeço primeiramente ao meu Deus por todas as coisas boas que vivi, por que sei que o bem apenas dele é que veio. Agradeço por ter me dado saúde, força e fé para lutar e alcançar os objetivos pretendidos. Minha felicidade eu só devo a ele.

Agradeço aos meus pais (Francisco Henriques e Zelma Ferino), pois vocês se sacrificaram, se dedicaram, abdicaram de tempo e de muitos projetos pessoais para que eu e meus irmãos tivéssemos a oportunidade de estudar e alcançarmos o sucesso profissional e pessoal. Eu devo tudo que sou a vocês, e se sinto orgulho de mim e do lugar onde cheguei, é porque sei que vocês vieram segurando a minha mão.

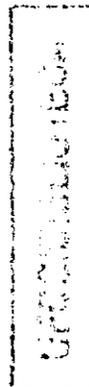
Aos meus, irmãos (Ivanielma Souza e Fernando Souza), pelos momentos de felicidades juntos. E especialmente a minha irmã, pela ajuda, compreensão, apoio e incentivos constantes.

A minha filha Isis que chegou em minha vida para me trazer muita luz, esperança e força de vontade. Perdoe-me por tantas ausências e falhas, mais me entenderá em um futuro próximo. Te agradeço, pois você me mostra o quão valioso e grandioso é o amor de uma mãe um por um filho. Te amo!

Ao meu esposo (José Fabiano) por todo apoio, paciência e dedicação. Não houve desafios, barreiras, dificuldades, onde você não se tivesse feito presente. E eu lhe agradeço, meu bem, pelo amor, por sempre ter estado ao meu lado, suportar meus defeitos, meus humores, minhas ausências e me entender, nas horas boas e nas ruins, em fim para tudo.

Um agradecimento mais que especial aos meus maravilhosos e poucos amigos, que contribuíram diretamente para a minha felicidade e meu sucesso, são eles: Aline dos Santos, Ana Paula Costa, Cláudia Lays, Deborah Mattos, Analice Costa, Carlos Medeiros. Aos colegas de curso pela troca de experiências.

Aos alunos e professores do Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC), por toda contribuição. Ao LEC pela disponibilização do espaço e do material para o



trabalho Em especial ao colega Anderson Machado pelo apoio, paciência e ajuda em todo a elaboração deste trabalho.

Ao meu orientador Professor Paulo Sérgio Gomes por ser essa pessoa prestativa e humilde, agradeço pela orientação, pelo carinho, pelos conselhos, paciência na tarefa de orientar, pelas sugestões e pelo incentivo.

Aos professores Dr. Juliano Carlo Rufino de Freitas e Dr. Ana Regina Nascimento Campos, por aceitarem participar da banca de avaliação deste trabalho.

Aos laboratórios didáticos de Físico-química e Química Geral e Inorgânica, onde várias análises foram realizadas. À Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), ao Centro de Educação e Saúde (CES).

Agradeço ainda aos docentes do curso de Licenciatura em Química, que tanto contribuíram, direta ou indiretamente, para minha formação acadêmica, sendo eles os melhores exemplos que poderia ter nesta profissão.

Meu muito obrigado a todos!



“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence os obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”

José de Alencar



RESUMO

Os laboratórios de pesquisa geram quantidades bem relevantes de efluentes líquidos com elevada carga tóxica, constituída de metais pesados e complexantes que quando descartados ou dispostos de forma inadequada, acarretam sérios danos ao meio ambiente e a saúde humana. Na escolha de um método de tratamento ou de disposição final é imprescindível conhecer em detalhes as características dos resíduos, sua origem, e seus constituintes. Como esse conhecimento é muitas vezes inviável, são indispensáveis ensaios prévios da eficiência do processo e estudos de sua viabilidade técnico-econômica.

Para tanto este trabalho apresenta toda uma investigação e um levantamento, quanto a quantidade, variedade, forma de armazenamento, identificação dos passivos e forma de destinação desses resíduos líquidos gerados no laboratório de Eletroquímica da UFCG- CES, campus Cuité. Logo o trabalho subdividiu-se em três partes, onde na primeira houve um levantamento dos passivos armazenados no laboratório. Na segunda etapa foi realizada a identificação e separação dos resíduos, por cores, uma análise apenas visual, fazendo-se uma separação superficial e armazenamento. Na terceira foi feita a caracterização do resíduo. Na quarta e última etapa, foram feitos ensaios de precipitação com o Na OH e Na₂HPO₄, como proposta para um possível e posterior tratamento desses resíduos.

Concluimos que 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 Na₂HPO₄ para 20mL de resíduo líquido, o qual apresentou a menor condutividade e pH. Logo, concluimos que o processo de precipitação, no tratamento primário do resíduo, mostrou-se assim eficiente e satisfatório.

Palavras-chave: Resíduos líquidos, caracterização físico-química, precipitação.



ABSTRACT

Research labs generate and relevant quantities of liquid effluents with high toxic load , consisting of heavy metals and complexing that when discarded or disposed of improperly , result in serious damage to the environment and human health. In choosing a method of treatment or final disposal is essential to know in detail the characteristics of the waste , its origin and its constituents. How this knowledge is often not feasible , are indispensable preliminary tests of process efficiency and study their technical and economic feasibility.

To do this work presents a whole research and a survey , as the quantity, variety , storage form , identification of liabilities and method of disposal of these liquid waste generated in the Electrochemistry Laboratory of UFCG- CES campus Cuité . Soon the work is subdivided into three parts, where the first was a survey of liabilities stored in the laboratory. In the second stage the identification and separation of waste was carried out by colors , only a visual analysis, making a surface separation and storage. The third was the characterization of the waste. The fourth and final step , precipitation tests were performed with the OH and Na₂HPO₄ , as a proposal for a possible and further processing of such waste.

We conclude that the visual analysis allowed us to separate by color, and made us to deduce the main component of each bottle / color. The determination of ST by evaporation , proved effective in reducing the liquid fraction of the waste . The pH of the liquid waste is similar to the pH values used in electroplating processes LEC and is in a range from 6.4 to 7.4 . The density of waste is proportional to those used in the electrodeposited of research.

From the analyzes of precipitation the highest percentage of removal of metals, was added with Na₂HPO₄ 10,0mL to 20ml of liquid residue, which had the lowest pH and conductivity . Therefore we conclude that the precipitation process , the primary waste treatment , proved to be efficient and satisfactory way .

Keywords: liquid waste, physicochemical characterization , precipitation.



LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Exemplo de reação de eletrodeposição.	18
Figura 2: Geração de poluentes no processo galvânico.	21
Figura 3: Poluentes gerados por diversos tipos de galvanoplastia.	23
Figura 4: Condições de lançamento de efluentes.	26
Figura 5: pH-metro Metrohm- 744 utilizado nas análises.	33
Figura 6: Volume de precipitante adicionados.	35
Figura 7: (a) Lab. de eletroquímica e corrosão. (b) Soluções voláteis na capela. (c) Soluções de trabalho do LEC. (d) Local onde os descartes são armazenados.	37
Figura 8: Cor específica de cada vasilhame.	38
Figura 9: Vasilhames onde os resíduos foram armazenados.	38
Figura 10: Porcentagem de sólidos presentes em cada vasilhame.	40
Figura 11: Amostras realizadas de pH.	41
Figura 12: Média das densidades.	42
Figura 13: Amostra de resíduo sem precipitante (a). Amostra com Hidróxido (b).	43
Figura 14: (a) Início da precipitação. (b) Amostra após 24 horas de repouso.	44
Figura 15: Amostras após a sedimentação.	45
Figura 16: Amostras dos precipitados secos.	45

LISTA DE TABELAS

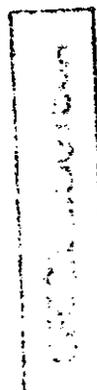
Tabela 1: Padrões de lançamento de efluentes.	26
Tabela 2: Valores obtidos para o teor de sólidos dos resíduos.	39
Tabela 3: Amostras dos resíduos, maceradas após a secagem.	39
Tabela 4: pH encontrado para as amostras.	41
Tabela 5: Testes de precipitação.	43
Tabela 6: Amostras dos precipitados com Na_2HPO_4 secos e macerados.	46
Tabela 7: Resultados das análises de pH e turbidez dos sobrenadantes.	46

LISTA DE ABREVIATURAS

UFCG – Universidade Federal de Campina Grande;
CES – Centro de Educação e Saúde;
LEC – Laboratório de Eletroquímica;
NBR – Norma Brasileira da ABNT;
SS – Sólidos Sedimentáveis;
DBO – Determinação da Demanda Bioquímica de Oxigênio;
DQO – Demanda química de Oxigênio;
OD – Oxigênio Dissolvido;
pH – Potencial Hidrogeniônico;
CRQ – Conselho Regional de Química
LEC – Laboratório de Eletroquímica e Corrosão;
IC – Iniciação Científica;
TCC – Trabalho de Conclusão de Curso;
CRQ-IV – Conselho Regional de Química da 4º Região;
PAM – Fosfato (P) de Amônia e Magnésio;
EDX – Espectroscopia de raios X

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	10
LISTA DE TABELAS.....	11
LISTA DE ABREVIATURAS.....	12
1. INTRODUÇÃO.....	15
2. OBJETIVO GERAL.....	16
2.1 Objetivos específicos.....	16
3. REFERENCIAL TEÓRICO.....	17
3.1 Galvanoplastia.....	18
3.2 Impacto Ambiental Da Galvanoplastia.....	19
3.2.1 Resíduos De Galvanoplastia.....	20
3.2.2 Efluentes Líquidos.....	22
3.2.3 Caracterização Dos Efluentes Líquidos.....	22
3.3 Alternativas de Destinação de Resíduos Galvânicos.....	24
3.3.1 Tratamento e Destinação de Alguns Resíduos Perigosos.....	24
3.4 Padrões de Lançamento de Efluentes Segundo.....	25
3.4.1 Das condições e padrões de lançamento de efluentes.....	26
3.5 Gerenciamento de Resíduos em Instituições de Ensino e Pesquisa.....	27
3.6 Caracterização do Efluente.....	27
3.6.1 Teor de Sólidos.....	28
3.6.2 Densidade.....	28
3.6.3 pH.....	28
3.7 Precipitação química.....	29
4. METODOLOGIA.....	31
4.2 Identificação dos resíduos gerados no LEC.....	31
4.3 Caracterização físico-química dos Resíduos.....	32
4.3.1 Determinação do Teor de Sólidos Totais.....	32
4.3.2 Determinação do pH.....	33
4.3.3 Determinação da Densidade.....	33
4.4 Testes de precipitação.....	34
4.4.1 Teste com o Hidróxido de Sódio 1,0 M.....	34
4.4.2 Teste de Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 0,2 M.....	34
4.4.3 Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 1,0 M, em volumes variados.....	34
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	36
5.2 Identificação dos resíduos gerados no LEC.....	36



5.3	Caracterização físico-química dos Resíduos	39
5.3.1	Determinação do Teor de Sólidos Totais	39
5.3.2	Determinação do pH	40
5.3.3	Determinação da Densidade	41
5.4	Testes de precipitação	42
5.4.1	Teste com o Hidróxido de Sódio 1,0 M	42
5.4.2	Teste de precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 0,2 M	44
5.4.3	Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 1,0 M em volumes variados	44
6.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	47
7.	PERSPECTIVAS	48
8.	REFERÊNCIAS	49
	APÊNDICE	52

CAPÍTULO I

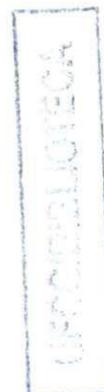
1. INTRODUÇÃO

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.

O meio ambiente é um assunto permanente na grade de discussões de todos os países, em especial dos desenvolvidos e emergentes. Pois a degradação ambiental ocasionada pelo crescimento da população e pelo desenvolvimento tecnológico fez com que os seres humanos encarassem a natureza como algo que, embora amplo, pode ser degradado e torna-se impróprio para muitas formas de vida (SILVA, 2010). A garantia do futuro repousa na necessidade 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.

E a indústria da galvanoplastia se apresenta como uma fonte geradora de efluentes 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 são tóxicos ao ambiente e ao ser humano. Apresentam ainda grande quantidade de materiais dissolvidos e suspensos, ocasionando altos valores de cor e turbidez, respectivamente (VAZ, 2010).

A contaminação de ambientes aquáticos causado por metais pesados e resíduos líquidos em altas concentrações, se tornou, nas últimas décadas, objetivo de interesse pelas autoridades responsáveis. Utilizar tecnologias e metodologias de tratamentos mais econômicas para a remoção destes contaminantes, é objeto da legislação ambiental atual e a prioridade nesta pesquisa.



CAPÍTULO II

2. OBJETIVO GERAL

- Caracterização dos resíduos líquidos do Laboratório de Eletroquímica (LEC);
- Ensaio de precipitação.

2.1 Objetivos específicos

- Identificação dos resíduos;
- Caracterização dos resíduos gerados nos processos eletroquímicos: determinação do teor de sólidos, pH e densidade;
- Testes de precipitação iniciais, dos resíduos, utilizando NaOH e Na₂HPO₄.

CAPÍTULO III

3. REFERENCIAL TEÓRICO

Atualmente, um dos principais problemas que afetam o meio ambiente é a poluição por substâncias orgânica ou inorgânica, decorrente dos despejos industriais e residenciais. O desenvolvimento tecnológico e industrial conduziu a comunidade científica à procura de novas técnicas de prevenção e controle da poluição, tentando oferecer, ou recuperar, ao homem a possibilidade de uso de muitos recursos naturais (SILVA, 2010).

Um dos grandes problemas que a sociedade contemporânea tem enfrentado é garantir a correta destinação e recuperação dos resíduos gerados nos diversos segmentos das atividades humanas. O desenvolvimento de uma consciência ecológica é uma preocupação crescente com o meio ambiente e com as ações humanas que vem se traduzindo em uma ampliação do conceito de gerenciamento de resíduos. No Brasil, cerca de 80% dos esgotos não recebem qualquer tipo de tratamento e são despejados diretamente em mares, rios, lagos e mananciais. Desta forma, a criação de um programa de gerenciamento de resíduos em instituições de ensino superior/laboratórios de pesquisa, não só visa minimizar os impactos causados ao meio ambiente, mas, principalmente, para educar os futuros profissionais da química e áreas correlatas (FARIAS, 2003).

No Brasil, devido à falta de uma legislação específica para o tratamento de resíduos químicos, de um controle mais efetivo e de fiscalização em instituições de ensino, pesquisa ou prestadoras de serviços, estas unidades geradoras têm feito muito pouco com relação ao controle da produção e ao descarte seguro de resíduos potencialmente perigosos. Assim sendo, como instituições responsáveis pela formação de cidadãos, as universidades devem estar conscientes do seu papel em todo este contexto. Neste sentido, têm surgido há alguns anos, em nosso país, iniciativas pioneiras visando dar tratamento e destinação final adequados aos resíduos gerados nas atividades de ensino e pesquisa (JARDIM, 1998).

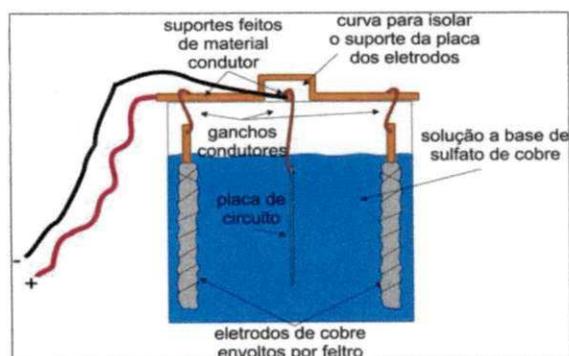
No Brasil, o déficit de tratamento de esgotos e, conseqüentemente, o impacto sobre o meio ambiente, a saúde e a qualidade de vida da população, não deixa dúvidas quanto à necessidade de pesquisar e aplicar técnicas de baixo custo na implantação e operação de tratamentos de resíduos líquidos e sólidos (SILVA, 2010).

3.1 Galvanoplastia

A galvanoplastia é um processo químico ou eletroquímico de deposição de uma fina camada de um metal sobre uma superfície, que pode ser metálica ou não. Segundo o Conselho Regional de Química da IV Região, a galvanoplastia tem o objetivo deste processo é embelezar as peças, e também protegê-las contra a corrosão, aumentar sua durabilidade, melhorar as propriedades superficiais e características de resistência, espessura, condutividade e capacidade de estampar. A galvanoplastia é aplicada em vários ramos da atividade econômica: na indústria automobilística, na indústria de bijuterias, na construção civil, na indústria de utensílios domésticos, na informática, na indústria de telefonia e na recuperação de objetos decorativos. Para ganhar uma camada externa metálica, as peças são submetidas a um ou mais banhos, que podem ser de cromo, níquel, ouro, prata, cobre, zinco ou estanho, entre outros.

Uma grande variedade de objetos do nosso cotidiano é submetida a esse tipo de tratamento de superfície, segue um exemplo de um processo de galvanoplastia, (figura 1).

Figura 1: Exemplo de reação de eletrodeposição.



Fonte: RESUMO ESCOLAR, 2014/2015. Disponível em:

<http://www.resumoescolar.com.br/quimica/galvanoplastia-ou-eleto deposicao/>

Diferentes situações levam ao processo de eletrodeposição metálica. Pode ser porque o metal do revestimento tem uma resistência maior à oxidação (como é o caso do estanho, por exemplo) ou porque ele tem mais potencial para se oxidar (perder elétrons) do que a peça metálica que está sendo revestida (BRETT, 1993).

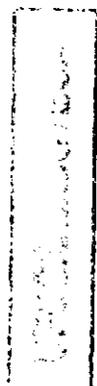
As indústrias de galvanoplastia que atendem as indústrias metalúrgicas e da construção civil utilizam principalmente os metais cádmio, cromo, níquel, cobre, zinco e estanho para o revestimento das peças.

Segundo CRQ-IV, o processo de galvanoplastia é realizado em três etapas: pré-tratamento, tratamento e pós-tratamento das peças. O pré-tratamento consiste na preparação da superfície da peça para que tenha aderência, favorecendo também a uniformidade e a aparência do metal que será depositado. O pré-tratamento pode ser realizado por escovação, lixamento, polimento, decapagem e jateamento para remoção de rebarbas, sulcos, tintas, graxas e ferrugem. Na etapa de tratamento a peça é submetida a um ou mais banhos de metais para que adquira uma fina camada metálica. Nessa fase, a peça é ligada ao polo negativo de uma fonte de corrente contínua tornando-se cátodo, no qual ocorre a deposição do metal. Para a cromação, por exemplo, a peça passa por um banho de cobre, outro de níquel e ao final recebe uma camada de cromo. O pós-tratamento consiste em um processo de lavagem com água fria ou quente, secagem em centrífuga, estufa ou jatos de ar, banho de óleo para embalagem, proteção e pintura ou envernizamento.

3.2 Impacto Ambiental Da Galvanoplastia

A poluição interfere na integridade dos recursos naturais que conservam a vida na biosfera, afetando significativamente o meio ambiente. 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).

A poluição aquática resulta da introdução de resíduos no corpo d'água, na forma de matéria ou energia, que venha a alterar as suas propriedades, prejudicando ou podendo prejudicar espécies de animais ou vegetais que dela dependem ou tenham contato, além de provocar modificações em suas características físico-químicas (ALVES, 2007).



Dentre os resíduos que podem estar presentes nos corpos d'água, os metais pesados são considerados os mais perigosos por apresentarem alta toxicidade, podendo causar diversos problemas à saúde humana, tais como severos danos aos rins, fígado, sistema reprodutivo e sistema nervoso central (RAJESHWARISIVARAJ et al., 2001 citado por ALVES, 2007).

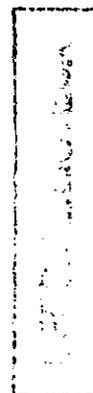
Metais e reativos químicos são a base dos processos de tratamento de superfície. A utilização destes componentes produz resíduos químicos e efluentes que irão afetar de forma drástica o meio ambiente bem como causas sérios problemas de saúde na população. Alguns efeitos podem ser observados rapidamente, outros levam alguns anos até se manifestarem em sua forma mais agressiva. Deste modo, independentemente de sua concentração ou nível de toxicidade, todo efluente deve ser tratado adequadamente. Dentre os poluentes, os metais pesados têm gerado uma grande preocupação, pois, embora alguns deles sejam biogénéticos, ou seja, tem presença essencial ao funcionamento de algumas rotas metabólicas, muitos são tóxicos e provocam sérios problemas à saúde humana, mesmo se ingeridos em pequenas concentrações (AFONSO, 2003).

Os processos de galvanoplastia geram diferentes tipos de resíduos, dos quais o lodo galvânico é o mais representativo. Trata-se de um processo produtivo geralmente caracterizado por uso excessivo de energia para redução de metais e aquecimento de banhos, excessivo consumo de água para enxágue, gerando um grande volume de águas contaminadas, emissões atmosféricas através das perdas por vapor em banhos aquecidos e geração de aerossóis, e descarte de banhos com grandes quantidades de metais contaminantes, caracterizando um alto impacto ambiental (SIMAS, 2007).

Para minimizar o efeito destas substâncias sobre o meio ambiente, muitas pesquisas têm sido desenvolvidas em busca de novas tecnologias para remoção de resíduos sólidos e líquidos.

3.2.1 Resíduos De Galvanoplastia

Segundo PONTE (2016). de uma forma em geral, os efluentes gerados em operações de galvanoplastia consistem nos descartes periódicos dos diversos banhos concentrados exauridos (desengraxantes, decapantes, fosfatizantes, cromatizantes, banhos de eletrodeposição, etc.) e nas águas menos contaminadas, provenientes das

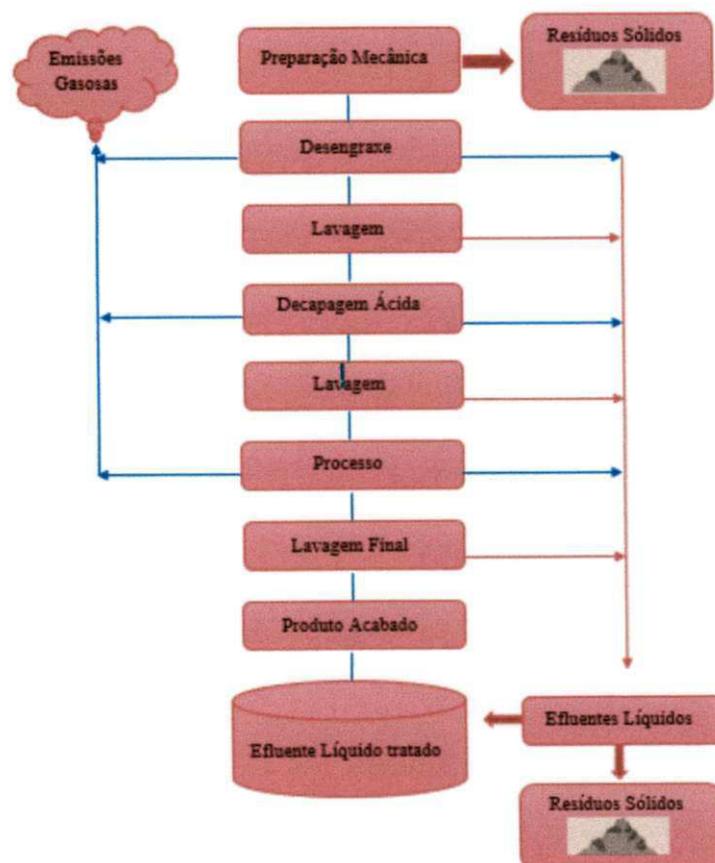


etapas de lavagem posterior às operações nos banhos concentrados. Estes efluentes são compostos por água e reativos. Após o tratamento destes efluentes tem-se, como resultado, a geração de resíduos com altos teores de metais e outros componentes tóxicos. Uma forma de reduzir o volume destes resíduos é através de redução das perdas de reativos químicos.

Outras fontes geradoras de perdas de reativos para o meio ambiente são: Estocagem de reativos, transferência e manuseio de reativos, tratamento de efluentes, descarte de processos de laboratório, disposição de resíduos e reutilização ou disposição de recipientes de reativos químicos (PONTE, 2016.).

No diagrama mostrado na figura 2, estão indicados os pontos de geração de poluentes de um processo típico. Os efluentes estão separados por tipo: emissões gasosas, resíduos sólidos e efluentes líquidos.

Figura 2: Geração de poluentes no processo galvânico.



Fonte: SIMAS, 2007.

Segundo Simas (2007), os líquidos provenientes das linhas de tratamentos superficiais de metais podem ser agrupados em duas categorias principais: despejos concentrados (periodicamente descartados) e despejos diluídos (descartados continuamente constituídos por águas de lavagem das peças e dos pisos, purgas de lavadores de gases). O maior volume de efluentes líquidos está associado ao descarte de águas de enxágue das peças. O descarte periódico de banhos esgotados representa uma sobrecarga de poluentes ao ambiente, já que este efluente contém substâncias químicas em concentrações elevadas.

Segundo a Companhia Pernambucana de Controle da Poluição Ambiental e de Administração de Recursos Hídricos (CPRH, 2005), em se tratando de indústrias de tratamento de superfícies metálicas, parâmetros como metais pesados, DBO, DQO, OD, pH, cor, turbidez, sólidos sedimentáveis (SS) e óleos e graxas, são os mais significativos e limitam o descarte dos efluentes líquidos, portanto, merecedores de um constante monitoramento.

3.2.2 Efluentes Líquidos

Os efluentes líquidos provenientes do descarte da indústria da galvanoplastia, são provenientes de Banhos químicos, soluções eletrolíticas, águas de lavagem, produtos auxiliares (como desengraxantes, decapantes, passivadores, entre outros) e óleos solúveis ou não, usados para cortes ou revestimentos de peças.

Os efluentes líquidos geralmente são coloridos, alguns com temperatura superior ao ambiente e emitem vapores, seus pHs geralmente atingem os extremos ácido ou alcalino. No caso dos óleos, geralmente verificam-se manchas no solo (PONTE, 2016.).

3.2.3 Caracterização Dos Efluentes Líquidos

Devido à dificuldade de se obter informações reais, sobre todos os processos existentes que trabalham com tratamento de superfície, o primeiro passo para se definir qualquer tipo de processo de controle ambiental é a caracterização dos resíduos, bem como sua composição química e estado físico (PONTE, H. A.).

A caracterização dos efluentes líquidos, nos dá um bom perfil do potencial poluente do gerador, identificando assim a presença dos elementos mais prováveis desta tipologia.

- Em galvanização: $\text{Cr}6^+$, $\text{Cr}3^+$, CN^- , Fe, Zn, Cu, Ni, Sn;
- Em fosfatização: fosfatos, Fe, Zn, CN; $\text{Cr}3^+$
- Em anodização: Al, Sn, Ni, F;
- Incluir na análise: DBO5, DQO, OD, pH, cor, turbidez, sólidos sedimentáveis, óleos e graxas.

Tratando-se de galvanoplastia, devido à grande variedade de processos de tratamento superficial de metais, os despejos são de diferentes características físico-químicas, pois podem se apresentar ora como ácidos, ora como alcalinos; que podem ser concentrados ou diluídos; contínuos ou descontínuos, podemos observar na figura 3 os diversos tipos de poluentes gerados nos processos inorgânicos provenientes da galvanoplastia.

Figura 3: Poluentes gerados por diversos tipos de galvanoplastia.

Inorgânicos	Provenientes de processos galvânicos	Crômicos	Cromo decorativo Cromo duro Passivadores cromatizantes
		Cianídricos	Cobre e zinco alcalinos Prata Ouro Desengraxante c/cianeto
		Quelatzados	Cobre e níquel químicos Passivadores para Fe e Al
	Usinagem de metais	Óleo solúvel e não solúvel	Usinagem de metais Retífica de metais
	Tratamento térmico, siderúrgicas e metalúrgicas primárias em geral	Gerais inorgânicos	Cobre e zinco ácidos Zinco alcalino s/cianeto Níquel eletrolítico Anodização Decapantes ácidos Desengraxantes s/cianeto Soluções ácidos ou alcalinas Estanho Chumbo

Fonte: PONTE, 2016.

A grande maioria dos subprodutos originados dos processos metalúrgicos é considerada desperdício. Embora quantitativamente sejam menos significativos quando

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

comparado aos resíduos sólidos urbanos, o lodo galvânico pode apresentar qualitativamente um forte risco de impacto ambiental. A sua lixiviação, por parte das águas das chuvas, pode promover a contaminação da cadeia alimentar com metais pesados. Devido sua natureza química a biodegradação ou assimilação pelo ambiente não é realizada num espaço temporal compatível com as exigências ambientais de saúde pública (SIMAS, 2007).

Segundo Ponte (2016) 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.

Logo recomenda-se que medidas devem ser tomadas no sentido de: - reduzir o volume de efluentes gerados; - substituir substâncias perigosas e - recuperar e reutilizar com ênfase em processos de reciclagem dentro da própria fonte geradora.

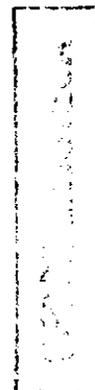
3.3 Alternativas de Destinação de Resíduos Galvânicos

Com o intuito de resolver ou minimizar o problema, o mercado dispõe de algumas alternativas para o tratamento destes resíduos.

3.3.1 Tratamento e Destinação de Alguns Resíduos Perigosos

Em virtude da extrema diversidade dos tipos de resíduos perigosos e da grande faixa de variação da concentração de seus constituintes, não existe uma regra geral para determinar qual processo de tratamento ou de disposição final é o mais adequado para um resíduo em especial.

Segundo Simas (2007) na escolha de um método de tratamento ou de disposição final será absolutamente necessário conhecer em detalhe as características do resíduo, sua origem, seus constituintes e a faixa de variação desses constituintes. Como esse conhecimento é muitas vezes impraticável são indispensáveis ensaios prévios da eficiência do processo e estudos de sua viabilidade técnico-econômica.



Os processos de tratamento têm como objetivo submeter o resíduo a reações físicas, químicas ou biológicas para fazer com que o mesmo perca suas características de periculosidade, para redução de volume ou mudança de alguma propriedade física ou química.

Todos os métodos quando aplicados geram uma quantidade maior ou menor de rejeitos que, dependendo de suas características, deverão ser dispostos em um aterro industrial ou em um aterro sanitário. Por exemplo: entende-se a incineração como um tratamento físico-químico (oxidação controlada a altas temperaturas) que gerará cinzas e pós ou lodos de sistemas de controle de poluição atmosférica, os quais deverão ser dispostos em um aterro industrial.

Simas (2007) descreve alguns dos resíduos perigosos provenientes dos lodos de tratamento de efluentes líquidos gerados durante as operações de eletrodeposição como sendo o cádmio, cromo hexavalente, níquel, cianeto (complexo). E ainda indica alguns métodos de tratamento e destinação, como sendo tratamento químico, solidificação, fixação química ou encapsulamento – aterro industrial. A adoção de qualquer um desses métodos, deve ser muito bem estudado, discutido e testado. Este método serve, apenas, como uma primeira possibilidade de tratamento ou de destinação a ser estudada.

3.4 Padrões de Lançamento de Efluentes Segundo

Segundo Brasil (2011), que dispõe sobre padrões de lançamento de efluentes e aborda a Resolução N° 357/2005 e a Resolução N° 430/2011 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), a poluição é definida como a degradação da qualidade ambiental resultante de atividades que direta ou indiretamente:

- Prejudiquem a saúde, a segurança e o bem estar da população; criem condições adversas às atividades sociais e econômicas; afetem desfavoravelmente a biota; afetem as condições estéticas ou sanitárias do meio ambiente e lancem matérias ou energia em desacordo com os padrões ambientais estabelecidos.

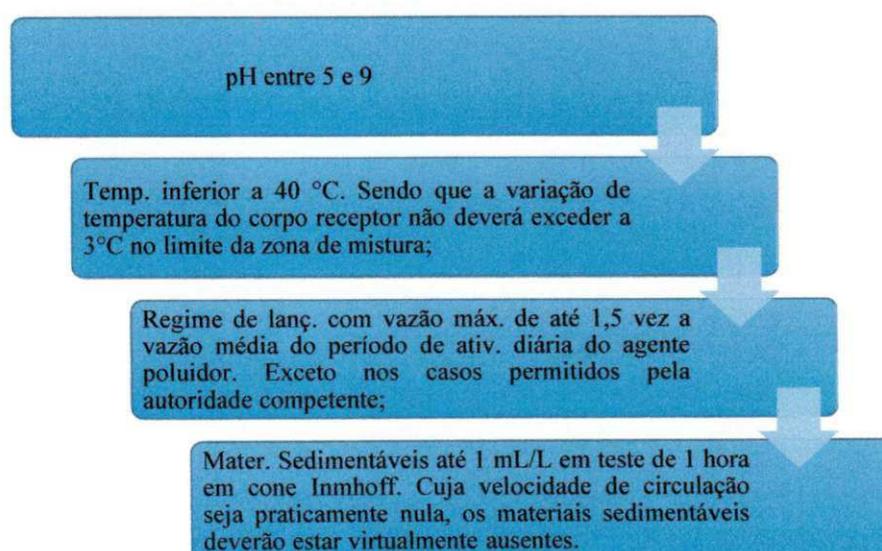
O art. 3° dispõe que efluentes de qualquer fonte poluidora somente poderão ser lançados diretamente nos corpos receptores após o devido tratamento e desde que obedeçam às condições, padrões e exigências dispostos nesta Resolução e em outras normas aplicáveis.



3.4.1 Das condições e padrões de lançamento de efluentes

O artigo 16º dispõe que os efluentes de qualquer fonte poluidora somente poderão ser lançados diretamente no corpo receptor desde que obedeçam as condições e padrões previstos neste artigo, com parâmetros de lançamento para materiais inorgânicos expostos na figura 4 e tabela 1, resguardadas outras exigências cabíveis:

Figura 4: Condições de lançamento de efluentes.



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 1: Padrões de lançamento de efluentes.

Parâmetros Inorgânicos	Valores Máximos
Cádmio total	0,2 mg/L Cd
Cromo hexavalente	0,1 mg/L Cr ⁺⁶
Cromo trivalente	1,0 mg/L Cr ⁺³
Ferro dissolvido	15,0 mg/L Fe
Manganês dissolvido	1,0 mg/L Mn
Níquel total	2,0 mg/L Ni
Sulfeto	1,0 mg/L S ²⁻
Tolueno	1,2 mg/L
Cobre dissolvido	1,0 mg/L Cu
Ferro dissolvido	15,0 mg/L Fe

Fonte: Resolução CONAMA, Nº 430, de 13 de maio de 2011.

3.5 Gerenciamento de Resíduos em Instituições de Ensino e Pesquisa

Em 1990 começou a ser discutido o gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa no Brasil, sendo de grande importância para as grandes instituições geradoras de resíduos, incluindo as Universidades.

As indústrias são as maiores geradoras de resíduos químicos (em termos de periculosidade e volume) e com a maior parcela estão concentradas no estado de São Paulo, considerada a região mais industrializada do país. De acordo com a Associação Brasileira de Empresas de Tratamento de Resíduos são gerados cerca de 2,9 milhões de toneladas de resíduos industriais perigosos anualmente no país e apenas uma pequena parte de 22% recebe tratamento adequado (WERMUTH et al, 2013).

Um tema discutido mundialmente em universidades e centros de pesquisa é a destinação de resíduos laboratoriais. Diante da preocupação com o desenvolvimento sustentável e para garantir a continuidade das pesquisas e trabalhos na área de química, os principais centros de pesquisa vêm buscando alternativas para a continuidade das pesquisas visando a preservação do meio ambiente. Uma das dificuldades encontradas para o tratamento de resíduos é devido à variedade e complexidade em sua composição, sendo necessária uma metodologia específica para o tratamento de determinado resíduo (AFONSO, 2003).

A geração de resíduos químicos nos laboratórios de ensino e de pesquisa no Brasil precisa ser equacionada adequadamente para que haja uma minimização neste volume, além de propiciar seu correto descarte e destinação final (JARDIM, 1998).

Neste cenário onde a omissão é o agente comum, cabe às universidades a iniciativa de desenvolver e implementar um programa de gestão de resíduos, revertendo este quadro de tamanha incoerência dentro da vida acadêmica. Através da troca de experiências, da divulgação de resultados pontuais, e principalmente da criação de um espaço onde este tipo de informação possa ser gerenciado, centralizado e disseminado, a solução para a questão dos resíduos gerados em laboratórios de ensino e de pesquisa no Brasil com certeza passará a ser uma questão apenas de tempo (JARDIM, 1998).

3.6 Caracterização do Efluente



3.6.1 Teor de Sólidos

De acordo com FELDKIRCHER (2010), a característica física mais importante dos efluentes é o teor de sólidos totais, que é composto de matéria flutuante, materiais sedimentáveis, matéria coloidal e matéria em solução. Outras importantes características físicas são o tamanho das partículas, turbidez, cor, temperatura, odor, condutividade e densidade, gravidade e peso específico.

O teor de sólidos numa amostra refere-se à quantidade de matéria suspensa ou dissolvida presente nessa amostra, a classificação dos sólidos pode ser química ou física. Quimicamente, são classificados como fixos, que permanecem após completa evaporação da água e são geralmente sais; e voláteis que se volatilizam em temperaturas inferiores a 550 °C, sejam substâncias orgânicas (LIZ, 2009).

Amostras com substâncias dissolvidas, após evaporação, secagem ou calcinação da amostra, a uma temperatura pré-estabelecida, durante um tempo fixado, em linhas gerais, definem as diversas frações de sólidos presentes em amostras líquidas (sólidos totais, em suspensão, dissolvidos, fixos e voláteis) (CETESB, 2001 citado por LIZ, 2009).

3.6.2 Densidade

A massa (M) e o volume (V) são propriedades gerais de um corpo material. Densidade absoluta (ou simplesmente densidade, d), ou massa específica (ρ) de um corpo homogêneo é a razão entre sua massa M e seu volume V. Ela pode ser expressa em quilograma por metro cúbico (kg/m^3) ou grama por centímetro cúbico (g/cm^3). Obtém-se o peso específico de um corpo homogêneo dividindo seu peso (m) por seu volume (V) (OLIVEIRA, 2013).

$$d = m/V - (\text{g/cm}^3)$$

3.6.3 pH

É o potencial hidrogeniônico, representa o equilíbrio entre os íons H^+ e os íons OH^- . Com a introdução de qualquer tipo de efluente, o pH de um recurso hídrico é

facilmente modificado, e a vida aquática depende diretamente do pH, que deve estar na faixa de 6 a 9. O controle do pH é muito importante em todas as etapas do tratamento, podendo auxiliar até na remoção de certos poluentes que se complexam e assim precipitam, conforme a faixa de pH (FELDKIRCHER, 2010).

3.7 Precipitação química

A precipitação química envolve a adição de produtos químicos que promovem a remoção de substâncias dissolvidas e suspensas por sedimentação (METGALF & EDDY, 2003, citado por GOMES, 2009). O processo visa, principalmente, a remoção de compostos orgânicos não biodegradáveis, nitrogênio amoniacal e metais pesados.

Segundo KURNIAWAN, LO e CHAN (2006), citado por GOMES (2009), o método usualmente utilizado de precipitação química emprega como precipitantes químicos o fosfato de amônia e magnésio ou estruvita, conhecida como PAM, e hidróxido de cálcio ou cal hidratada, dependendo do que se pretende remover. Para a remoção da amônia, é empregada a reação do cátion amônio, presente no lixiviado, com os íons fosfato e magnésio. Nesse processo há a formação do sólido fosfato de amônio e magnésio hexahidratado (PAM).



As principais vantagens da aplicação da precipitação do PAM é a alta capacidade de remoção e a simplicidade operacional, além disso pode ser empregado na remoção de metais pesados e matéria orgânica não biodegradável (KURNIAWAN et al. 2006, citado por GOMES, 2009). No entanto, a maior desvantagem desse processo é o alto consumo dos sais que fornecem os íons fosfato e magnésio, promovendo um alto custo operacional.

O hidróxido de cálcio ou cal hidratada é mais utilizado para a remoção de metais pesados. As principais vantagens do uso de hidróxido de cálcio na precipitação química são: disponibilidade do reagente em vários países; a não contribuição para o aumento da salinidade, o baixo custo e sua simplicidade. O seu uso no pré-tratamento é mais barato do que o uso de outros produtos químicos como, o sulfato de alumínio, cloreto férrico, sulfato de magnésio, entre outros. Porém, o hidróxido de cálcio apresenta como



desvantagem o aumento do pH e dureza do efluente do tratamento e, além disso, a geração de lodo e conseqüentemente o alto custo com sua disposição.

A escolha do precipitante deve estar de acordo com o tipo de poluente que se deseja remover. Entretanto, antes da utilização do coagulante é necessário realizar testes de laboratório (testes de dosagem, faixa de pH ótimo, tempo de mistura e gradiente de velocidade ideal). Em geral, os coagulantes são selecionados por sua agregação eficiente (formação do floco), excelente sedimentabilidade do lodo e de custo relativamente baixo (LI et al., 2009 e SILVA ,2011).



CAPÍTULO IV

4 METODOLOGIA

A realização desta pesquisa consistiu-se na caracterização e testes de precipitação do resíduo galvânico, divididos em quatro etapas distintas. As análises dos resíduos foram realizadas no Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC), e nos laboratórios didáticos de Físico-química e Química Geral e Inorgânica, todos localizados no CES/UFCG (Centro de Educação e Saúde). Na primeira etapa foi identificado os tipos de descartes, formas de armazenamento e de destinação do resíduo gerado no CES. Na segunda etapa foi realizado a caracterização do resíduo, onde analisou-se o teor de sólidos totais, pH e densidade.

Na terceira etapa, foi realizado os ensaios de precipitação com Na OH e Na_2HPO_4 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, o mesmo foi escolhido devido sua cor predominante e aparente, que nos remetia aos compostos de níquel, tornando o material menos complexo, com menos composto aparente mente, tornando-o melhor de se trabalhar.

4.2 Identificação dos resíduos gerados no LEC

Realizou-se uma visita ao laboratório, onde foi realizado um diagnóstico do mesmo, havendo uma pequena investigação com os responsáveis (professores e pesquisadores e estudantes de mestrado e IC) a fim de se saber a quantidade e a variedade dos resíduos gerados, saber quantas pessoas trabalham no laboratório entre pesquisadores, alunos de pós- graduação, alunos de graduação e de iniciação científica que estão a utilizar o laboratório e quais os principais resíduos gerados.

Inicialmente foi investigado os tipos de soluções e reagentes utilizados no laboratório, como também a frequência, armazenamento, destinação e os volumes gerados. Fez-se a quantificação superficial do volume já gerado e armazenado no LEC.



Depois o material foi identificado e separado por cores, em vasilhames distintos, e uma análise visual foi realizada. Com registros fotográficos das cores

4.3 Caracterização físico-química dos Resíduos

Na caracterização físico-química dos resíduos, foram analisados o teor de sólidos totais, o pH e a densidade dos resíduos, utilizando-se dos métodos dispostos a seguir.

4.3.1 Determinação do Teor de Sólidos Totais

Após a separação dos resíduos líquidos, uma pequena amostra foi levada para o processo de evaporação, para determinação dos Sólidos Totais (ST) baseado em Skoog (2009), todos foram realizados em triplicata, para se ter uma maior precisão e exatidão nos resultados. Para isso os três béqueres foram pesados, para quantificar suas massas, através da diferença entre a massa do béquer e a massa das amostras secas, posteriormente foram adicionados 100 mL da amostra, (aferidos em balão volumétrico, nos dando maior precisão do volume) após os béqueres foram levados para a chapa de aquecimento.

Quando as amostras estavam com cerca de 10%, a chapa foi desligada e as amostras encaminhadas para estufa a 105 °C, por cerca de 24 horas. Depois de secas e frias, foram pesadas, para posterior cálculo de ST, e o resíduo já seco foi retirado dos béqueres, macerados em almofariz e após transferidos para um recipiente plástico, sendo devidamente identificados e armazenados em dessecador.

Com os valores obtidos, calculamos o teor de sólidos fazendo a diferença entre massa inicial, pela massa final contendo a amostra seca, dividida pela massa da amostra, multiplicado por 100, o resultado refere-se ao teor de sólidos. Assim calculamos o teor dos sólidos:

$$\text{Teor de Sólidos (\%)} = [(m_2 - m_1) / m] \times 100$$

Onde:

m₁ = massa do béquer, em gramas;

m₂ = massa do béquer, contendo a amostra seca, em gramas.

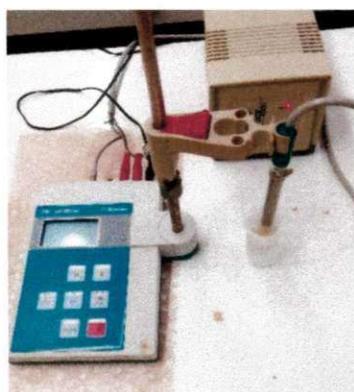
m = peso em gramas da amostra;



4.3.2 Determinação do pH

As medidas do pH foram realizadas por meio de um pH-metro Metrohm- 744. Para a calibração do pH metro, retirou-se o medidor de pH da solução protetora; lavou-se os medidores com água destilada, enxugou-se retirando o excesso de água; Inseriu-se o medidor de pH na solução padrão de pH 7,0 deixando-os imersos pelo menos 4 cm, o mesmo procedimento ocorreu para o padrão 4,0, Lavando-se os medidores novamente com água destilada, enxugando e retirando o excesso de água.

Figura 5: pH-metro Metrohm- 744 utilizado nas análises.



Fonte: Arquivo pessoal.

Após mediui-se o pH dos resíduos, inserindo-se o medidor dentro de cerca de 40 mL de cada amostra, sendo o mesmo repetido duas vezes, para maior exatidão. Após a medição do pH de cada amostra, lavava-se o medidor, com água destilada, secando sempre bem o elétrodo com lenço de papel para tirar o excesso de água, para assim não contaminarmos as próximas amostras estudadas.

4.3.3 Determinação da Densidade

A densidade das amostras foi calculada medindo-se o 100 mL de cada amostra em balão volumétrico e pesando-se esse balão em uma balança analítica, obtendo-se assim a massa contida neste volume. Para isso os três balões foram pesados, para quantificar suas massas, através do quociente entre a massa do balão e o volume das amostras calculamos a densidade. Essa medição foi realizada durante as análises de ST.

$$\rho = m/V$$

ρ = Densidade de uma substância, em g/cm³;

m = massa do resíduo;

V = volume do resíduo.

4.4 Testes de precipitação

Os ensaios foram delineados com a finalidade de investigar a remoção de metais na forma de fosfato. Para os testes de precipitação utilizamos uma solução de hidróxido de sódio 10,0 M, hidrogeno fosfato de sódio 0,2 M e 1,0 M. Os métodos utilizados estão dispostos nos itens que seguem.

4.4.1 Teste com o Hidróxido de Sódio 1,0 M

Foram utilizados um volume de 10 mL de resíduo em um tubo de ensaio e adicionando gota a gota de hidróxido de Sódio com a ajuda de uma bureta, observando se haveria o surgimento de precipitado e medindo-se o pH a cada adição.

A amostra então ficou em repouso por 24 horas, para que ocorresse a sedimentação das partículas, observando após o precipitado formado, a quantidade e o sobrenadante e pH.

4.4.2 Teste de Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 0,2 M

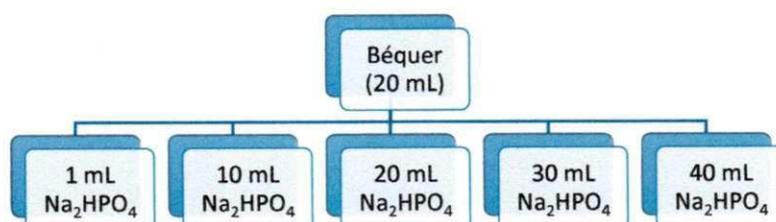
Para o teste com Hidrogeno Fosfato de Sódio, foram utilizados um volume de 10 mL de resíduo em um tubo de ensaio e adicionando gota a gota de hidrogeno fosfato de sódio, com a ajuda de uma bureta, observando se haveria o surgimento de precipitado e medindo-se o pH a cada adição.

A amostra ficou em repouso por 24 horas, para que ocorresse a sedimentação das partículas, observando após o precipitado formado, a quantidade e o sobrenadante.

4.4.3 Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 1,0 M, em volumes variados

O ensaio de precipitação foi realizado seguindo a metodologia de Vaz (2010) e colaboradores. Utilizou-se cinco béqueres, com 20 mL de resíduo cada, em seguida o Na_2HPO_4 foi adicionado aos cinco béqueres, variando-se o volume do Fosfato em cada béquer, conforme ilustra a figura 6.

Figura 6: Volume de precipitante adicionados.



Fonte: Elaborada pela autora.

As amostras ficaram sob agitação constante de 120 rpm por 15 minutos em uma mesa agitadora Orbital Digital modelo SL 180/D. Após os quinze minutos as amostras ficaram em repouso por 24 horas, para que ocorresse a sedimentação das partículas, observando-se o precipitado formado, a quantidade e o volume do sobrenadante.

Após a sedimentação o sobrenadante foi separado do precipitado, com a ajuda de uma pipeta de pauster, onde os precipitados foram levados para a estufa a 105° , por 24h, para secagem, depois de seco foi armazenado e devidamente identificado. Os sobrenadantes foram armazenados separadamente e analisados o pH e a condutividade.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

CAPÍTULO V

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.2 Identificação dos resíduos gerados no LEC

Na primeira etapa foi realizada uma visita ao laboratório de Eletroquímica e Corrosão, visando um diagnóstico do mesmo. Neste diagnóstico procurou-se determinar a quantidade e a variedade dos resíduos gerados, e quantas pessoas trabalhavam no laboratório entre pesquisadores, alunos de pós-graduação, alunos de graduação e de iniciação científica.

De acordo com os responsáveis o laboratório é composto por: 6 alunos de graduação, 2 alunos da pós-graduação, 4 professores, além de 2 que realizavam trabalhos paralelos e de curta duração (TCC, por exemplo).

Foi constatado que os principais metais utilizados neste laboratório são o níquel, tungstênio, fósforo, molibdênio, ferro, cobalto, zinco, nióbio, cobre e cromo. Todos os metais estão na forma de sais, principalmente de sulfatos e cloretos. Dentre os compostos orgânicos utilizados neste laboratório e descartados são usados agentes complexantes, principalmente citrato de sódio, oxalato de sódio, tartarato de sódio, glicina, ácido bórico, etc., entre outros.

Os principais resíduos gerados são das soluções eletrolíticas utilizadas para eletrodeposição, utilizando normalmente 10 amostras cada aluno em sua pesquisa, geram de 50 à 60 mL, resultando entre 500 mL e 1000mL por aluno/pesquisa. 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, identificados e armazenados em recipientes, no próprio laboratório.

Estão dispostas na figura 7, imagens do laboratório de eletroquímica, da parte exterior, das bancadas onde estão armazenadas as soluções de trabalho, os reagentes e os descartes gerados no mesmo.

Figura 7: (a) Lab. de eletroquímica e corrosão. (b) Soluções voláteis na capela. (c) Soluções de trabalho do LEC. (d) Local onde os descartes são armazenados.



Fonte: Arquivo pessoal.

A instituição onde o laboratório está instalado ainda não conta com nenhum tipo de gerenciamento de resíduos, sendo este trabalho, uma das iniciativas para implementação do mesmo. A maioria dos resíduos gerados, quando em pequenas quantidades e que não causam um grande risco ao meio ambiente, são descartados no lixo geral dos laboratórios, e os que são de grande risco, são identificados e armazenados em recipientes, no próprio laboratório, tendo alguns laboratórios da instituição com iniciativas e atividades iniciais para a implantação do gerenciamento.

Preocupados com a destinação final dos seus resíduos, os usuários do mesmo foram instruídos a armazenarem seus resíduos em recipientes vazios e depositados em um local específico para os resíduos no próprio laboratório.

Detectamos alguns erros quanto ao armazenamento dos resíduos, como: ausência de rótulos especificando o tipo de resíduo, ou qualquer outro indicativo de composto, onde apenas os mais tóxicos apresentavam rotulagem um pouco mais específica, como os resíduos de cromo.

Inicialmente os resíduos foram identificados e separados por cores, em vasilhames distintos, através de análise visual e com registros fotográficos das cores (figura 8).

Figura 8: Cor específica de cada vasilhame.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os descartes com cores semelhantes foram armazenados em um mesmo depósito. Foram devidamente separados, rotulados de acordo com a cor predominante do resíduo líquido em cada vasilhame e armazenados no LEC/CES, como mostra a figura 9. As amostras foram identificadas como RESÍDUO 1, RESÍDUO 2, RESÍDUO 3, RESÍDUO 4, RESÍDUO 5, RESÍDUO 6, RESÍDUO 7 e RESÍDUO 8.

Figura 9: Vasilhames onde os resíduos foram armazenados.



Fonte: Arquivo pessoal.

5.3 Caracterização físico-química dos Resíduos

5.3.1 Determinação do Teor de Sólidos Totais

O teor de sólidos Total (ST) foi determinado por evaporação e assim determinamos o teor de sólidos em cada amostra, que foram realizadas em triplicata, e os resultados estão expostos na tabela 2.

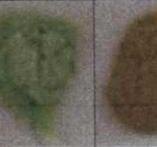
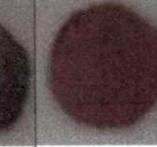
Tabela 2: Valores obtidos para o teor de sólidos dos resíduos.

DESCARTES	ST 1° Amostra	ST 2° Amostra	ST 3° Amostra	MÉDIA % SÓLIDOS	DESVIO
RESÍDUO 1	6,38	6,33	6,46	6,39	0,066
RESÍDUO 2	6,43	6,41	6,39	6,41	0,019
RESÍDUO 3	7,82	7,81	7,81	7,81	0,007
RESÍDUO 4	7,49	7,53	7,50	7,51	0,019
RESÍDUO 5	10,28	10,29	10,30	10,29	0,006
RESÍDUO 6	11,60	11,64	11,69	11,64	0,045
RESÍDUO 7	12,77	12,72	13,12	12,87	0,219
RESÍDUO 8	15,92	15,63	16,03	15,86	0,208

Fonte: Elaborado pela autora.

Na Tabela 3, podemos observar as cores dos sólidos obtidos e seu percentual em massa respectivamente, após a secagem.

Tabela 3: Amostras dos resíduos, maceradas após a secagem.

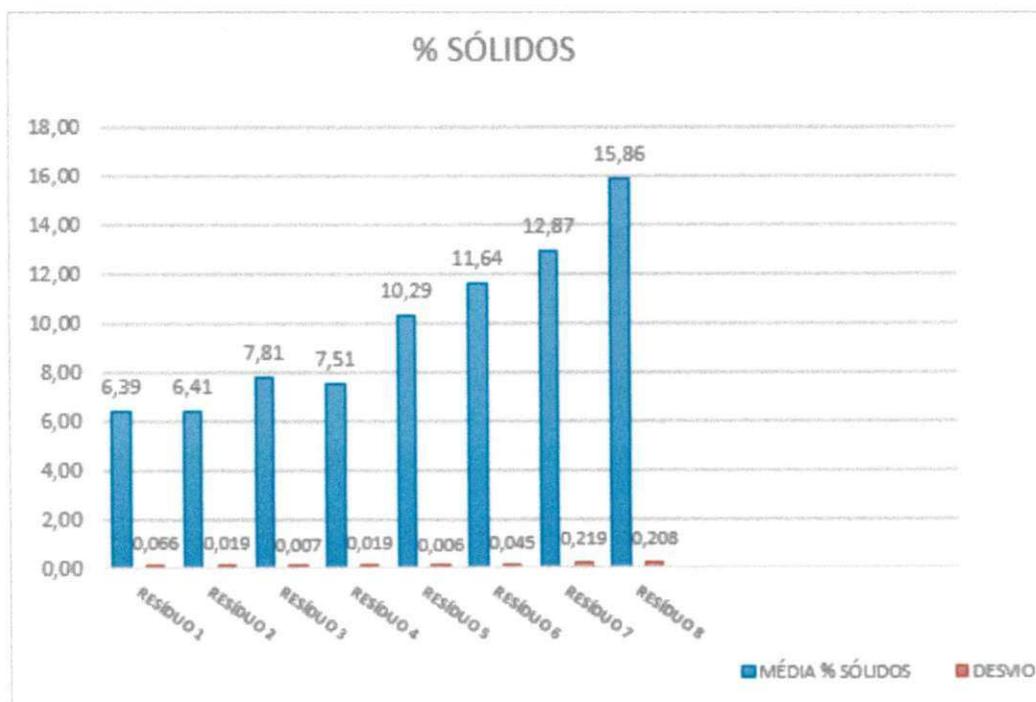
RESÍDUO 1	RESÍDUO 2	RESÍDUO 3	RESÍDUO 4	RESÍDUO 5	RESÍDUO 6	RESÍDUO 7	RESÍDUO 8
							
6,39%	6,41%	7,81%	7,51%	10,29%	11,64%	12,87%	15,86%

Fonte: Elaborada pela autora.

Com 6,39% de sólidos fixos, o vasilhame “**resíduo 1**”, apresentou a menor concentração, já o “**resíduo 8**”, apresentou a maior concentração com 15,86% de sólidos

fixo. Na figura 10 observa-se a evolução do teor de sólidos fixos, que mostraram-se acima das concentrações utilizadas nas pesquisas de eletrodeposição, realizadas no LEC, estando também fora dos valores padrões para o lançamento de efluentes segundo o CONAMA N° 430/2011.

Figura 10: Porcentagem de sólidos presentes em cada vasilhame.



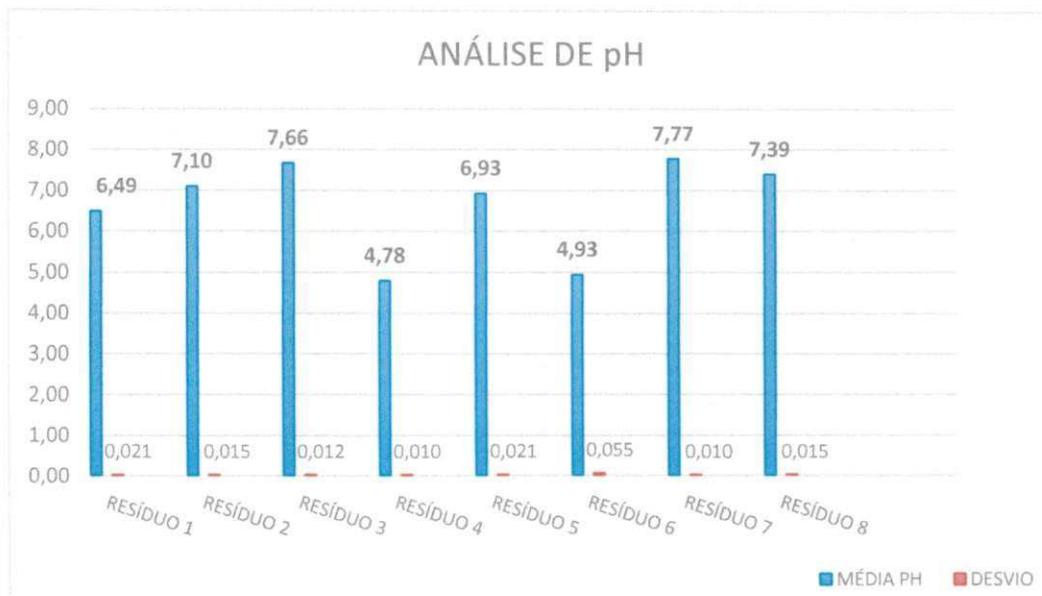
Fonte: Elabora pela autora.

5.3.2 Determinação do pH

Na análise de pH dos resíduos líquidos, podemos observar que as amostras apresentaram um pH entre 4,0 e 7,0 (figura 11) e que o desvio padrão para as mesma é bem baixo, resultados estes semelhantes aos valores de pH utilizados no processo de eletrodeposição das ligas (eletrodepósitos) metálicas obtidas por aluno/pesquisa, que dependendo do eletrodepósitos 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.

LAP/UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

Figura 11: Amostras realizadas de pH.



Fonte: Elaborada pela autora.

5.3.3 Determinação da Densidade

A densidade das amostras foi calculada medindo-se o volume das amostras em balão volumétrico e pesando-se a massa em balança analítica. Achando a massa e o volume dividimos uma pela outra e assim calculamos a densidade de cada amostra, e os resultados estão dispostos na tabela 4.

Tabela 4: pH encontrado para as amostras.

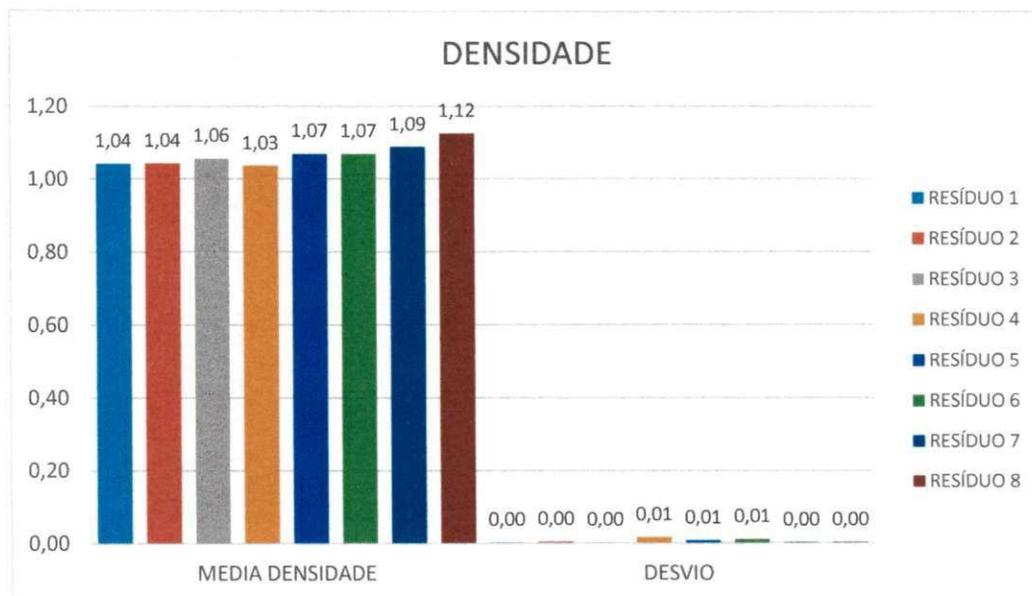
DESCARTES	DENS. 1° AMOSTRA	DENS. 2° AMOSTRA	DENS. 3° AMOSTRA	DESVIO
RESÍDUO 1	1,040	1,040	1,041	0,0006
RESÍDUO 2	1,041	1,040	1,045	0,0024
RESÍDUO 3	1,056	1,055	1,056	0,0005
RESÍDUO 4	1,024	1,029	1,050	0,0140
RESÍDUO 5	1,072	1,062	1,071	0,0057
RESÍDUO 6	1,066	1,078	1,060	0,0092
RESÍDUO 7	1,087	1,086	1,087	0,0001
RESÍDUO 8	1,124	1,124	1,124	0,0004

Fonte: Elaborada pela autora.

A densidade dos resíduos líquidos foi determinada ao mesmo tempo que a determinação do ST, ao determinarmos o volume e a massa do resíduo líquido.

Podemos observar na figura 12, que as amostras a que possuíram a menor densidade foram a RESÍDUO 1 e RESÍDUO 4 e a de maior densidade foi o RESÍDUO 8, as demais estão no meio termo. As amostras que possuem uma densidade maior do que as demais, tem maior quantidade de matéria, podemos observar também que o desvio padrão para as amostras foi bem baixo, afirmando a exatidão na análise.

Figura 12: Media das densidades.



Fonte: Elaborado pela autora.

5.4 Testes de precipitação

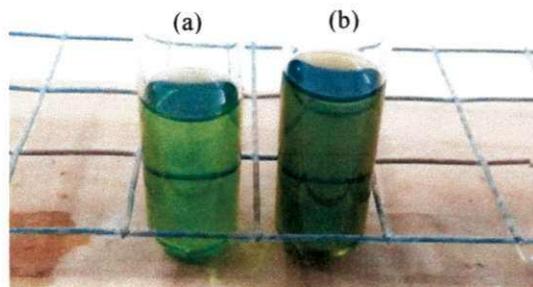
Foram feitos três testes de precipitação e das oito amostras a amostra escolhida foi o Resíduo 4, pois possuía aparentemente uma menor variedade de metais, se tornando assim a melhor amostra para se trabalhar, em relação as demais.

5.4.1 Teste com o Hidróxido de Sódio 1,0 M

A análise aconteceu em temperatura ambiente de 23,7 °C, com pH inicial de 4,91. O volume utilizado foi de 10 mL de descarte em um tubo de ensaio e adicionando-se gota a gota o Hidróxido de Sódio com a ajuda de uma bureta, observamos que não acontecia nem um tipo de precipitação, apenas uma pequena alteração da cor e turbidez.

Podemos observar a figura 20, onde no primeiro tubo temos a amostra bruta e no segundo a amostra com a adição do hidróxido de sódio.

Figura 13: Amostra de resíduo sem precipitante (a). Amostra com Hidróxido (b).



Fonte: Arquivo pessoal.

A cada adição de hidróxido media-se o pH, como mostrado na tabela 5, chegando próximo ao valor máximo de pH e não observou-se nem um tipo de precipitado. A amostra então ficou em repouso por 24 h, para observar se ocorreria a sedimentação das partículas, no entanto nada ocorreu.

Tabela 5: Testes de precipitação.

Volume de Na OH 10,0 M	pH da Amostra
Amostra	4,78
2 gotas	6,6
4 gotas	8,19
6 gotas	9,79
8 gotas	11,63
10 gotas	13,04

Fonte: Elaborada pela autora.

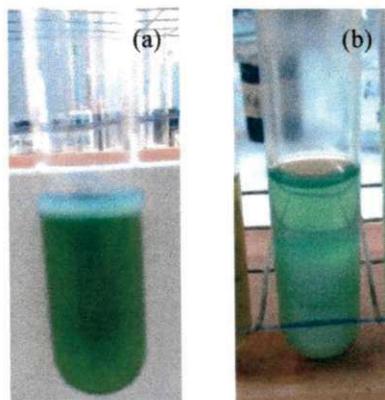
Podemos justificar essa solubilidade, do resíduo com hidróxido, pois ocorre uma grande dificuldade de precipitar determinado metal, quando a solução possui diversas espécies metálicas, que é nosso caso, porque alguns metais apresentam semelhanças uns com os outros, em relação as curvas de solubilidade e pH, além dos outros componentes presentes no resíduo, os complexantes e as soluções ácidas, utilizadas para ajustar do pH das soluções de trabalho, quando necessário. Assim podemos deduzir porque não ocorreu a precipitação dos resíduos com o hidróxido de sódio.

UFCCV'S BIBLIOTECA

5.4.2 Teste de precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 0,2 M

Para o teste com hidrogeno fosfato de sódio, a amostra utilizada foi o RESÍDUO 4. Observou-se que a cada gota de fosfato adicionada, ocorria a formação de um pequeno precipitado e à medida que adicionava-se fosfato o volume do precipitado aumentava, junto com o pH e a turbidez. Para se verificar o volume de precipitado formado a amostra ficou em repouso por 24 horas, para que ocorresse a sedimentação das partículas, observando após o precipitado formado, a quantidade e o sobrenadante. Podemos observar a reação nas imagens a seguir.

Figura 14: (a) Início da precipitação. (b) Amostra após 24 horas de repouso.



Fonte: Arquivo pessoal.

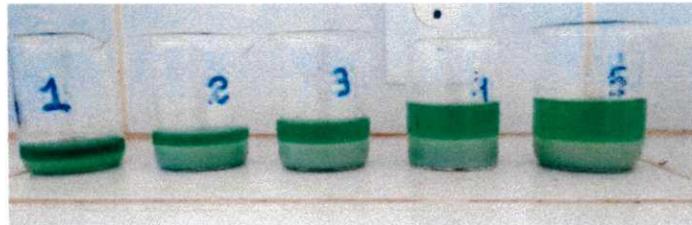
Como as reações com o fosfato foram mais significativas do que com o Hidróxido de Sódio, foram realizados novos ensaios com o fosfato em uma maior concentração e em volumes variados, as análises estão dispostas no próximo tópico.

5.4.3 Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 1,0 M em volumes variados

Os ensaios foram baseados em Vaz, (2010) e colaboradores, adequando a metodologia para nosso tipo de resíduo líquido e de reagente de trabalho. Utilizaram-se cinco béqueres, contendo cada um 20 mL da amostra RESÍDUO 4, o fosfato utilizado foi 1,0 M, variamos o volume do fosfato em cada béquer, utilizando 1; 10; 20; 30 e 40 mL respectivamente. As amostras ficaram sob agitação constante de 120 rpm por 15 minutos em uma mesa agitadora.

Após os quinze minutos as amostras ficaram em repouso por 24 horas, após observou-se o precipitado formado, a quantidade e o volume do sobrenadante (figura 15). Foi analisado após a sedimentação, o volume do precipitado e fez-se ST, pH e condutividade dos sobrenadantes.

Figura 15: Amostras após a sedimentação.



Fonte: Arquivo pessoal.

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 seco os sólidos foram macerados, identificados e armazenado em dessecador. Com os sobrenadantes fez-se análise de turbidez e pH, um a um e os resultados estão expostos a seguir.

Figura 16: Amostras dos precipitados secos.



Fonte: Arquivo pessoal

Na tabela 2 são apresentados os resultados do ensaio de precipitação, onde podemos observar que a amostra com adição de 10 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, 30 e 40 mL com a menor condutividade e pH, confirmando a remoção dos íons metálicos do resíduo líquido como pode ser observado na tabela 7.

Tabela 6: Amostras dos precipitados com Na_2HPO_4 secos e macerados.

Vol. de (Na_2HPO_4)	1,0 mL	10,0mL	20,0mL	30,0mL	40,0mL
ST secos e macerados					
%ST	6,05	26,40	15,30	16,60	16,25

Fonte: Elaborada pela autora

Tabela 7: Resultados das análises de pH e turbidez dos sobrenadantes.

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

Fonte: Elaborada pela autora.

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. Os fosfatos (PO_3^{-4}), são insolúveis, com exceção dos sais dos alcalinos (grupo 1) e do amônio.

As águas residuais normalmente possuem cor, turbidez e outros sólidos suspensos que é necessário remover. Este processo químico tem como resultado a aglomeração dos sólidos suspensos e das partículas coloidais, criando novas partículas de maiores dimensões. Estes flocos de maior dimensão são então retirados através do processo de decantação.

Foi realizada uma co-precipitação com os sobrenadantes, no entanto a precipitação não foi satisfatória, pois não houve formação de precipitação, logo o primeiro processo de precipitação ocorreu por completo.

CAPÍTULO VI

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

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 e cromo. Todos os metais estão na forma de sais, principalmente de sulfatos e cloretos, e como agentes complexantes citrato, oxalato e tartarato de sódio, glicina e ác. bórico.

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, dentro da faixa exigida pelos órgãos ambientais. 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 mL de Na_2HPO_4 para 20 mL de resíduo líquido, o qual apresentou a menor condutividade e pH em relação a volumes superiores de precipitante, confirmando assim a remoção dos íons metálicos presentes nos resíduos. Podemos concluir que o processo de precipitação, no tratamento primário do resíduo mostrou-se eficiente e satisfatório.

Com a realização deste trabalho, notou-se o quanto é importante conhecer seus resíduos químicos e que é provável recuperar e até reutilizá-los para práticas posteriores. Em presença dos bons resultados obtidos, a Universidade Federal de Campina Grande campus Cuité e o Laboratório de Eletroquímica e Corrosão, pretende dar prosseguimento aos trabalhos para um posterior tratamento e recuperação dos resíduos líquidos presentes no laboratório.

Portanto a apreciação dos efeitos alcançados pelos resultados obtidos permite concluir que os tratamentos aplicados aos resíduos eletrolíticos demonstraram eficiência e praticidade, o que confirma que este processo pode ser realizado rotineiramente dentro do local de trabalho, seja ele de ensino ou de pesquisa.

CAPÍTULO VII

7. PERSPECTIVAS

Este trabalho apresenta inúmeros aspectos que podem ser abordados, porém, que exige-se um maior tempo de consulta teórica e ensaios práticos. Devendo assim complementarmos este trabalho com uma posterior análise da composição química dos resíduos, realizadas através da Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX), como também novos ensaios de precipitação, visando a seletividade e recuperação dos metais presentes nos resíduos.

CAPÍTULO VIII

8. REFERÊNCIAS

ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Águas - Determinação de resíduos (sólidos) - Método gravimétrico**: NBR 10664. Rio de Janeiro, 1989.

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

AFONSO, J. C.; NORONHA, L. A., PINHEIRO FELIPE, R.; FREIDINGER N. Gerenciamento de resíduos laboratoriais: recuperação de elementos e preparo para descarte final. **Química Nova**, v. 26, n. 4, p. 602-611, 2003.

ALVES, A. C. M. **Avaliação do tratamento de efluentes líquidos contendo cobre e chumbo por adsorção em carvão ativado**. Dissertação (Mestrado Recursos Hídricos e Saneamento) Centro de Tecnologia da Universidade Federal de Alagoas (UFAL). Alagoas, MA, 2007.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente. **RESOLUÇÃO CONAMA Nº 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.

BRETT, C. M. A.; BRETT, A. M. O. **Electrochemistry: Principles, Methods, and Applications**. Oxford University Press. Oxford, ISBN - 0198553889, 9780198553885; pg. 427, 1993.

CARDOSO, T. G. **Sensor de turbidez para análise de amostras de água**. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Computação), Centro Universitário de Brasília (UniCEUB). Brasília, 2011.

CPRH - Companhia Pernambucana de Controle da Poluição Ambiental e de Administração de Recursos Hídricos. **Instruções para apresentação de projeto de sistemas de tratamento de efluentes líquidos**. Norma Técnica. Recife, PE, 2005.

CRQ4 - Conselho Regional de Química, IV Região. **Tratamentos de superfícies**. Disponível em: <http://www.crq4.org.br/quimicavivatratamento_de_superficies> - (Acessado em: 21/02/2016).

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.

UFPR

FELDKIRCHER, T. **Avaliação de um sistema de tratamento de efluentes de laboratório de análises físicoquímicas e microbiológicas**. Trabalho de Conclusão de Curso (bacharel em Engenharia Ambiental), Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas do Centro Universitário (UNIVATES). Lageado/RS, 2010.

GOMES L. P.; PROSAB - Programa de Pesquisa em Saneamento Básico. **Estudos de caracterização e tratabilidade de lixiviados de aterro sanitários para as condições brasileiras - tema 3**. Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental. Rio de Janeiro, 2009. 360 p.

JARDIM, W. F. Gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa. *Química Nova*, v. 21, n. 5, 1998.

LI, H; ZHOU, S-Q; SUN, Y.; P FENG, P; LI, J; Advanced treatment of landfill leachate by a new combination process in a full-scale plant. *Journal of Hazardous Materials*. **Journal of Hazardous Material**, v 172, p. 408 – 41, 2009.

LIZ, M. V. de. **Determinação de sólidos em águas**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Departamento de Química e Biologia . Curitiba, 2009.

MORAIS V. T.; **Recuperação de metais a partir do processamento mecânico hidrometalúrgico de placas de circuito impressos de celulares obsoletos**. Tese par obtenção do título de doutor em engenharia, São Paulo 2011.

OLIVEIRA, B. de M.; MELO FILHO, J. M.; AFONSO, J. C. A densidade e a evolução do densímetro. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 35, n. 1, 1601, Rio de Janeiro/RJ 2013.

OLIVEIRA, R. de; FERNANDES C. **Estudo e determinação do "ph"**, Texto organizado por Carlos Fernandes a partir de "notas de aula" do curso Análise de Água e de Esgotos, do Prof. Rui de Oliveira, PhD em Leeds, Inglaterra, e professor adjunto do Departamento de Eng. Civil do CCT/UFPB. Disponível em: <<http://www.dec.ufcg.edu.br/saneamento/PH.html>> (Acessado em: 07 de Maio 2016).

PONTE, H. A.; **Tratamento de efluentes líquidos de Galvanoplastia**. Notas de aula, Disciplina: eletroquímica aplicada e corrosão - tq – 417. Universidade federal do paraná (UFPR). Setor de tecnologia. Departamento de engenharia química. Disponível em: < <http://www.gea.ufpr.br/arquivos/lea/material/Tratamento%20de%20Efluentes.pdf> > (Acessado em 15 de Março 2016).

RESUMO ESCOLAR. **Galvanoplastia ou eletrodeposição**. 2014/2015. Disponível em: <<http://www.resumoescolar.com.br/quimica/galvanoplastia-ou-eletrodeposicao/>> (Acessado em 21/02/2016).

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 (UFRN). Natal/RN, Agosto de 2010.

SILVA, R. C. D. **Pós tratamento de reator biológico aeróbio em batelada de lixiviado de aterro sanitário por processo físico-químico**. Dissertação (Mestre em Engenharia); Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). São Paulo, 2011.

SIMAS R; **Levantamento da geração de resíduos galvânicos e minimização de efluentes contendo cianeto**. Dissertação (Mestre em Engenharia de Recursos Hídricos e Ambientais). Programa de Pós-Graduação da Universidade Federal do Paraná (UTFPR). Curitiba, pg. 148, 2007.

SKOOG, D.A.; HOLLER, F.J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental**, 5ª ed. Porto Alegre: Bookman, p. 31-36; p. 317-342, 2009.

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.

WERMUTH, D.; SILVA, E. S. **Recuperação e recristalização de resíduos de níquel oriundos de aulas práticas no laboratório de química da UTFPR**. TCC (Bacharelado em Química); Universidade Tecnologia Federal do Paraná, Pato Branco-PR, 2013.



APÊNDICE

Apêndice A – Trabalho gerado a partir deste TCC, apresentado ao Congresso Nacional de Pesquisa e Ensino de Ciências, Campina Grande, 2016.

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

Ielda Raiana Santos de Souza¹; Eliane Souza Silva²; Juliano Carlo Rufino de Freitas³; Paulo Sérgio Gomes da Silva⁴.

Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: ieldaraiana@gmail.com;

Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: elianesusasilva273@gmail.com;

Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: julianocrufino@yahoo.com.br;

Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, e-mail: 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).

A 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 Na_2HPO_4 , dos resíduos líquidos do laboratório de pesquisa, gerados no Laboratório de Eletroquímica e Corrosão (LEC) do CES/UFCG – Campus Cuité-PB.

METODOLOGIA

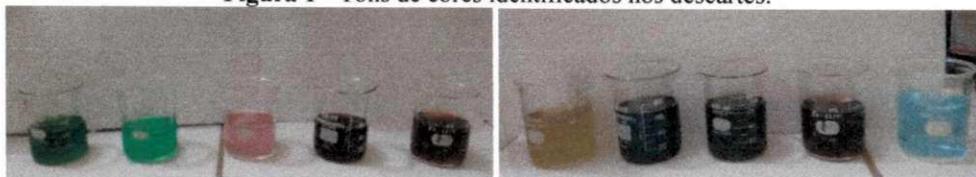
A realização desta pesquisa consistiu-se na caracterização e testes de precipitação divididos em quatro etapas distintas. As análises foram realizadas no LEC, nos laboratórios didáticos de Físico-química e Química Geral e Inorgânica, todos localizados na UFCG/CES, Centro de Educação e Saúde. A primeira 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 Na_2HPO_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 Na_2HPO_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°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 arquivos 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, VREDE2, VERDE 3, ESCURO 1, ESCURO 2, ESCURO 3, ROSA E MISTURADO.

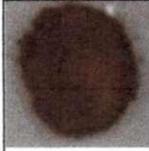
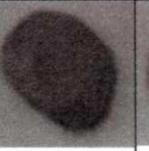
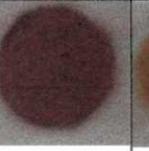
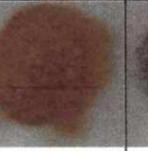
Figura 2 – (a) Vários tons de verde, juntados em um único vasilhame. (b) Resíduos separados e identificados.



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

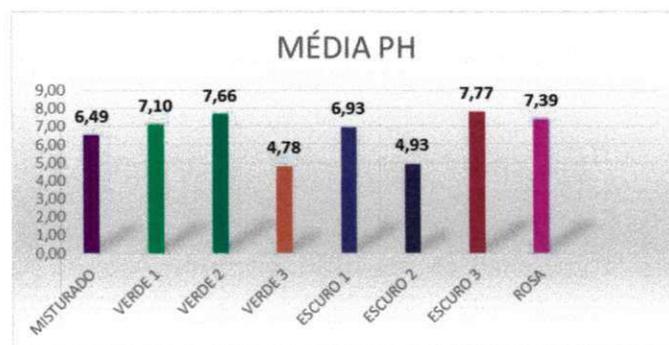
Com 6,39% de sólidos fixos, o vasilhame “misturado”, apresentou a menor concentração, já o vasilhame “rosa”, apresentou a maior concentração com 15,86% de sólidos fixo. Na figura 3 se observa a evolução do teor de sólidos fixos, que mostraram-se acima das concentrações utilizadas nas pesquisas de eletrodeposição,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

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



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.

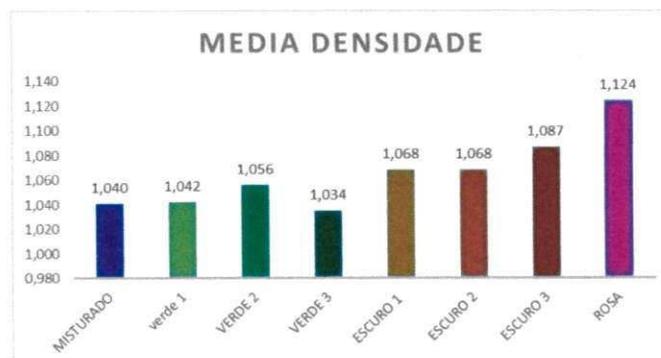
Figuras 4 – Valores de pH observados nos resíduos líquidos



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.

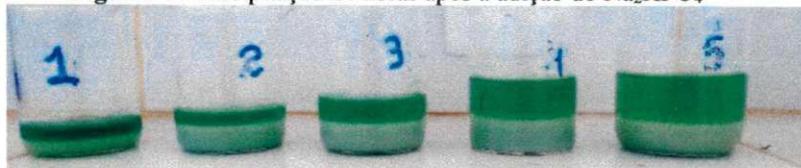
Podemos observar que das amostras a que possui menor densidade é a VERDE 3 E O MISTURADO e a de maior densidade é o ROSA, as demais estão no meio termo. As amostras que possuem uma densidade maior do que as demais, todas analisadas com mesmo volume, tem maior quantidade de matéria.

Figuras 5 – Densidades dos resíduos líquidos



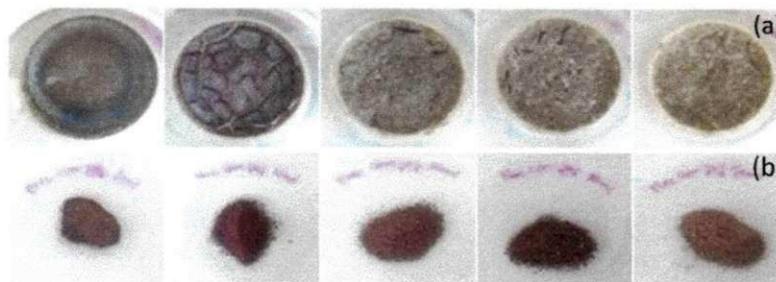
Os ensaios de Precipitação com Hidrogeno Fosfato de Sódio 1,0 M em volume variado, foram baseados em VAZ, et al., (2010), adequando a metodologia para o tipo de resíduo líquido e de reagente de trabalho. Foi observado após a sedimentação, uma significativa diferença no volume do precipitado, na coloração e turbidez dos sobrenadantes mostradas na figura 23???

Figuras 6 –Precipitação 24 horas após a adição do Na_2HPO_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 seco os sólidos foram pesados, macerados, identificados e armazenado em dessecador.

Figura 7: Amostras dos precipitados com Na_2HPO_4 secos(a). Amostras dos ensaios secos e macerados (b).



Com os sobrenadantes fez-se análise de turbidez e pH, um a um e os resultados estão expostos a seguir.

Tabela 2: Resultados das análises de pH e turbidez dos sobrenadantes.

VOLUME	TURBIDEZ	pH	ST	CONDUTIVIDADE
Com 1 mL	53,2 NTU	5,41	1,21 g/cm ³	380 μS
Com 10 mL	39 NTU	7,13	5,28 g/cm ³	5,77 mS
Com 20 mL	33,4 NTU	7,54	3,06 g/cm ³	6,90 mS
Com 30 mL	18,8 NTU	7,73	3,32 g/cm ³	6,97 mS
Com 40 mL	14,7 NTU	7,86	3,25 g/cm ³	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_3^{-4}), são insolúveis, com exceção dos sais dos alcalinos (grupo 1) e do amônio.

As águas residuais normalmente possuem cor, turbidez e outros sólidos suspensos que é necessário remover. Este processo químico tem como resultado a aglomeração dos sólidos suspensos e das partículas coloidais, criando novas partículas de maiores dimensões. Estes flocos de maior dimensão são então retirados através do processo de decantação. A adição de certos reagentes às suspensões coloidais (coagulantes e floculantes) promove os processos de desestabilização e agregação, conduzindo à formação de flocos de dimensões consideráveis, permitindo assim a sua remoção por sedimentação.

CONCLUSÃO

Para garantir às gerações futuras, um desenvolvimento sustentável é imprescindível, logo temos que utilizar de forma racional e adequadamente a água, o solo, as plantas e os animais. Essa utilização deve estar relacionada com a necessidade de manter e renovar as fontes de recursos naturais, bem como limitar a produção e o lançamento de resíduos, de forma a não ultrapassar a capacidade de autodepuração do ambiente, causando poluição.

Dos precipitantes testados o que mostrou mais eficiência, com um maior volume de precipitado foi o Hidrogeno Fosfato de Sódio em um volume de 10 ml, apresentando um maior teor de sólidos com 5,28 g, um pH igual a 7,13 e tendo a segunda menor condutividade em relação aos demais, mostrando assim uma menor quantidade de íons metálicos em solução. 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 Nº 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.

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.