

6 Metodologia experimental

6.1 Geração de efluentes e plano de amostragem

As amostras de efluente foram cedidas por uma empresa petroquímica situada no município de Duque de Caxias, RJ. O efluente foi coletado na estação de tratamento de efluentes industriais (ETEI), antes do processo físico-químico (ponto 1 assinalado em vermelho), conforme ilustrado na **Figura 3.5** (Capítulo 3, item 3.4). A amostragem foi composta por campanhas de estudos preliminares e finais, com amostras simples.

Os experimentos para cada campanha de amostragem consistiram das seguintes etapas:

6.2 Métodos de análise e caracterização dos efluentes

O efluente estudado foi caracterizado antes e após cada experimento de eletrocoagulação e coagulação química através dos seguintes parâmetros:

- Sólidos sedimentáveis (mL/L/h)
- pH
- Condutividade ($\mu\text{S}/\text{cm}$)
- Turbidez (UNT)
- Cor (uC)
- DQO ($\text{mg O}_2/\text{L}$)

Além dos parâmetros acima, também foi feita a análise de cloreto, porém apenas como caracterização, não sendo feita outra análise após os testes.

Sólidos e cor foram analisados somente nos ensaios preliminares. Os reagentes e materiais utilizados, assim como a marca e o modelo de cada equipamento, estão nos Apêndices A e B, respectivamente. Os parâmetros foram determinados de acordo com o *Standard Methods for the Examination of*

Water and Wastewater (2005). A descrição do procedimento da Demanda Química de Oxigênio (DQO) consta no Apêndice D.

6.3

Ensaio de coagulação química (*Jar Test*)

Para simular a coagulação química em escala de bancada é feito o *Jar Test*. É um procedimento adotado quando se deseja ter uma noção aproximada do pH em que ocorre a coagulação e a dosagem de coagulante necessária para a mesma. Um esquema do aparelho de *Jar Test* pode ser visto na **Figura 6.1**. A descrição do procedimento de *Jar Test* pode ser encontrada no Apêndice C.

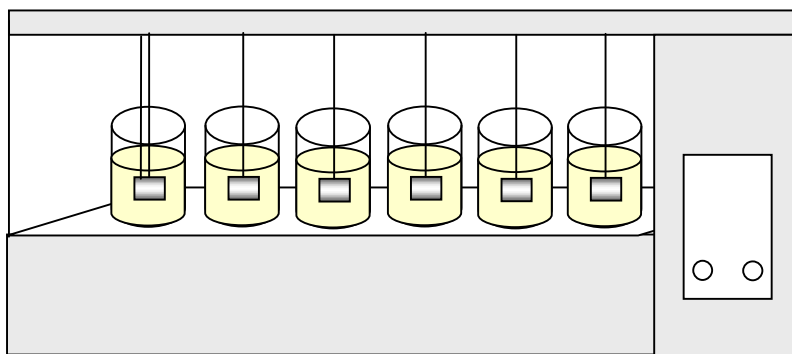


Figura 6.1 – Esquema do equipamento de *Jar Test* utilizado nos experimentos de coagulação química.

As amostras foram agitadas rapidamente por 2 minutos e então agitadas lentamente por 15 minutos, de forma que a agitação não quebrasse os flocos. Após a floculação, a agitação foi interrompida para que houvesse sedimentação por 1h. Os parâmetros do item 6.2 foram determinados com o sobrenadante.

6.3.1

Dosagem mínima aproximada de coagulante – $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

Uma amostra de 200 mL foi lentamente agitada em um becker e foi adicionado coagulante ($[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3]_{\text{estoque}} = 100 \text{ g/L}$) em incrementos de 1 mL, até que se fosse observado as primeiras evidências de formação de floco.

6.3.2 pH ótimo de coagulação

Utilizando-se a dosagem mínima aproximada de coagulante, determinada no item anterior, amostras foram colocadas no equipamento de *Jar Test*, onde o pH de cada uma foi ajustado com H_2SO_4 , concentrado ou 0,5 mol/L, e com NaOH, 2 ou 1 mol/L, dependendo da proximidade do pH desejado. Nos ensaios preliminares foram utilizados somente quatro amostras de 1 L com pHs: 5,0; 6,0; 7,0 e 8,0. Nos ensaios finais foram utilizados 0,8 L de amostra e os pHs utilizados foram: 5,5; 6,0; 6,5; 7,1; 7,8 e 8,5. A **Figura 6.2** mostra o equipamento de *Jar Test* utilizado na determinação do pH ótimo de coagulação.

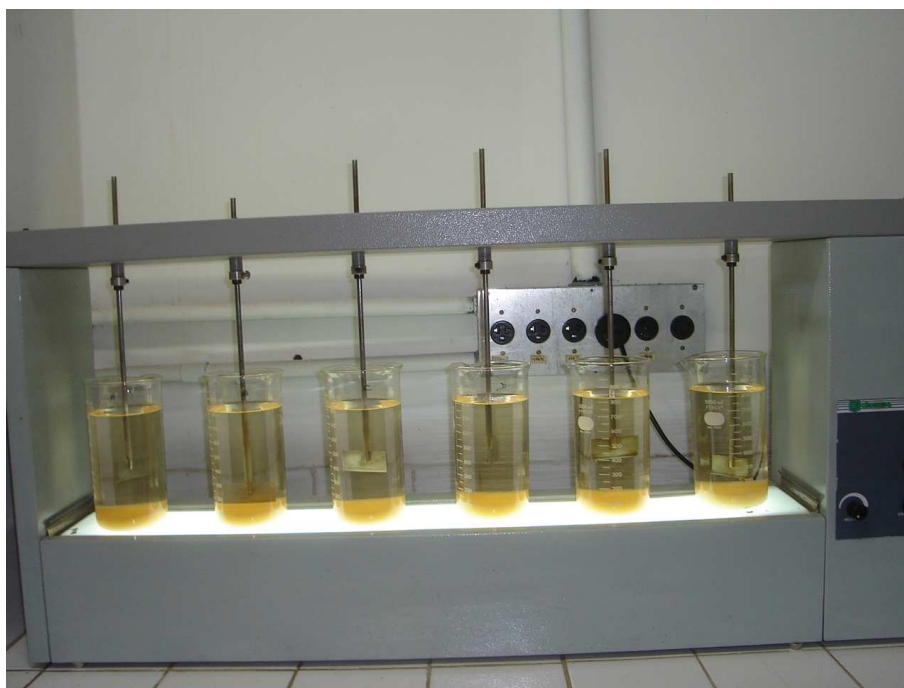


Figura 6.2 – Equipamento de *Jar Test* utilizado na determinação do pH ótimo de coagulação. Amostra de 10.07.2007.

Com os parâmetros do item 6.2 foram construídas curvas destes versus pH.

O pH ótimo foi determinado pela amostra onde se obtivesse melhor remoção de DQO, turbidez e cor (ensaios preliminares).

6.3.3 Dosagem ótima de coagulante – $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

Foram preparados novamente os beckers com os mesmos volumes de amostra cada. O coagulante foi adicionado a cada um deles, de modo que sua concentração variasse entre 25% e 200% sobre a dosagem mínima de coagulante encontrada no item 6.3.1.

O pH foi ajustado com H_2SO_4 , concentrado ou 0,5 mol/L, ou NaOH, 2 ou 1 mol/L, para atingir o valor de pH ótimo encontrado no item 6.3.2. A **Figura 6.3** mostra o equipamento de *Jar Test* utilizado na determinação da dosagem ótima de coagulante.

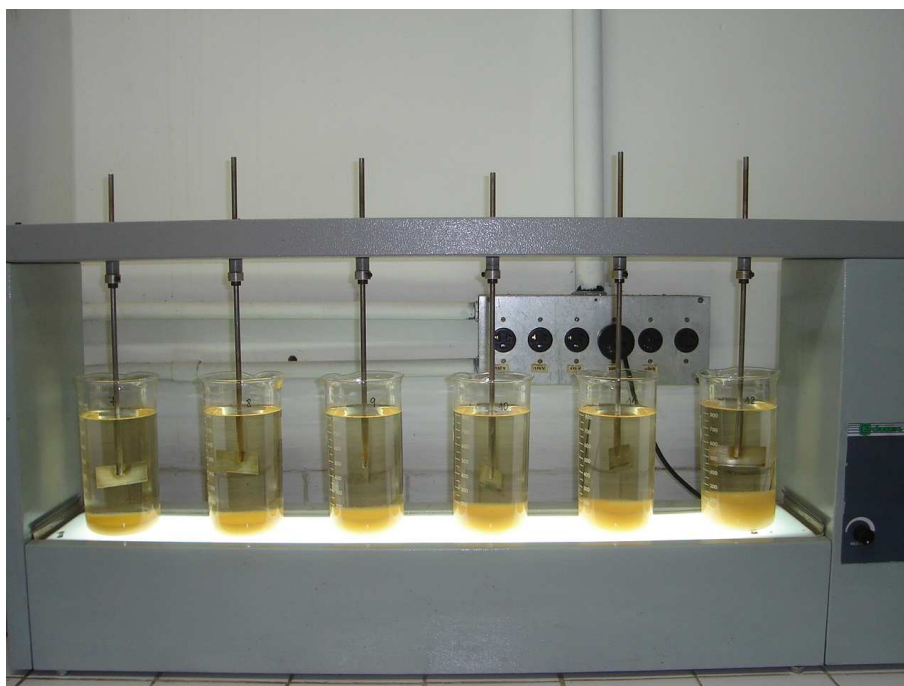


Figura 6.3 – Equipamento de *Jar Test* utilizado na determinação da concentração ótima de coagulante. Amostra de 10.07.2007.

Com os parâmetros do item 6.2 foram construídas curvas destes versus concentração de coagulante.

A dosagem ótima de coagulante foi determinada pela amostra onde se obtivesse a melhor remoção de DQO, turbidez e cor (ensaios preliminares).

6.4 Ensaios de tratamento eletrolítico

6.4.1 Descrição do equipamento

O equipamento utilizado consistia de um reator retangular de acrílico com capacidade de 2 L, uma fonte de corrente contínua, eletrodos de chapa de alumínio de 1 mm de espessura, os quais eram trocados em cada teste, multímetro e agitador magnético. Os reagentes e materiais utilizados, assim como a marca e o modelo de cada equipamento, estão no Apêndice A e B, respectivamente.

Os eletrodos eram retangulares e possuíam 2 furos para a passagem de parafusos de fixação de polietileno que interligavam as placas e permitiam a variação da distância entre as mesmas por meio de espaçadores. Eles eram colocados verticalmente dentro do reator e então conectados à fonte estabilizadora de corrente contínua. Um multímetro foi empregado para a medição da corrente. A **Figura 6.4** mostra o esquema de montagem do processo eletrolítico e a **Figura 6.5** mostra uma foto do mesmo.

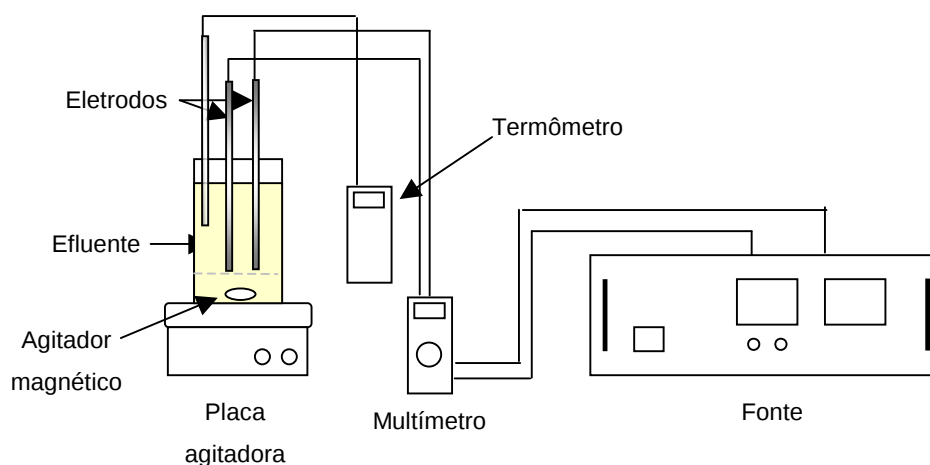


Figura 6.4 – Esquema de montagem para o processo eletrolítico.



Figura 6.5 – Equipamento utilizado nos ensaios do tratamento eletrolítico.

6.4.2 Parâmetros investigados

Os parâmetros investigados foram: temperatura, pH inicial, potencial aplicado, tempo de eletrólise, distância entre as placas, número de eletrodos, eletrodos novos e usados. O procedimento de variação de cada parâmetro será descrito no item a seguir. Nos ensaios preliminares, foram estudados alguns destes parâmetros.

6.4.3 Procedimento experimental

Nos experimentos abaixo a corrente foi monitorada em relação ao tempo minuto a minuto. Os eletrodos foram pesados (após lavados e secos) antes e após cada experimento. A limpeza era feita com detergente e o auxílio de uma esponja macia. Em seguida, os eletrodos eram secos em estufa a 105°C durante 1h e então transferidos a um dessecador até atingirem a temperatura ambiente, e finalmente pesados. Com a diferença de peso entre o anodo antes e após a eletrocoagulação pode-se saber a quantidade de alumínio perdida durante os experimentos. Após a eletrólise, 1L da amostra eletrocoagulada foi transferida

para o Cone de Imhoff para a realização do teste de sólidos sedimentáveis (SS). Após 1h de sedimentação, uma alíquota do sobrenadante foi retirada para a medida final no efluente de: pH, condutividade, turbidez e DQO.

6.4.3.1

Temperatura

Com o pH ótimo encontrado no item 6.3.2, foram feitos testes com as seguintes variações de temperatura: 23,9 (ambiente); 30,0; 35,0 e 41,7°C. A duração total dos testes foi de 15 minutos, distância entre as placas de 1,0 cm, 1 anodo e 1 catodo e potencial de 5V (determinado nos ensaios preliminares). Esse parâmetro não foi levado em conta nos ensaios preliminares.

6.4.3.2

pH inicial

Com a temperatura que se obteve melhor remoção de DQO do item anterior, foram realizados testes em relação ao pH inicial da amostra: 5,5; 6,0; 6,5; 7,1; 7,8 e 8,5, ou seja, os mesmos da coagulação química. O pH foi ajustado com auxílio de NaOH e/ou H₂SO₄. A duração total dos testes foi de 15 minutos, distância entre as placas de 1,0 cm, 1 anodo e 1 catodo e potencial de 5V (determinado nos ensaios preliminares). O pH inicial também foi estudado nos ensaios preliminares, porém a temperatura ambiente.

6.4.3.3

Potencial aplicado

Com a temperatura ótima encontrada no item 6.4.3.1 e o pH ótimo encontrado no item 6.4.3.2, foram feitos testes com as seguintes variações de potencial: 2, 3, 4, 5, 6, 7 e 8 V. A duração total dos testes foi de 15 minutos, distância entre as placas de 1,0 cm, 1 anodo e 1 catodo. Este teste também foi utilizado nos ensaios preliminares, porém com 4, 5, 6 e 7 V.

6.4.3.4

Tempo de eletrólise

Com a temperatura ótima encontrada no item 6.4.3.1, o pH ótimo encontrado no item 6.4.3.2 e o potencial ótimo encontrado no item 6.4.3.3, foram

feitos testes com as seguintes variações de tempo: 10, 15, 20 e 30 minutos, com distância entre as placas de 1,0 cm, 1 anodo e 1 catodo.

6.4.3.5

Distância entre eletrodos

Com a temperatura ótima encontrada no item 6.4.3.1, o pH ótimo encontrado no item 6.4.3.2, o potencial ótimo encontrado no item 6.4.3.3, o tempo ótimo do item 6.4.3.4, 1 anodo e 1 catodo, foram realizados testes em relação à distância entre as placas: 1,0; 1,5 e 2,0 cm.

6.4.3.6

Eletrodos novos e usados

Com a temperatura ótima encontrada no item 6.4.3.1, o pH ótimo encontrado no item 6.4.3.2, o potencial ótimo encontrado no item 6.4.3.3, o tempo ótimo do item 6.4.3.4, distância de 1,0 cm, 1 anodo e 1 catodo, foram realizados testes com eletrodos novos e usados da seguinte maneira: anodo novo + catodo novo, anodo usado 1 vez + catodo novo, anodo usado 2 vezes + catodo novo, anodo novo + catodo usado 1 vez, anodo novo + catodo usado 2 vezes.