

## 4

### **Materiais e Métodos**

#### **4.1**

##### **Preparação do efluente sintético**

A Preparação do efluente sintético foi feita da seguinte maneira:

1. Para 1 litro de água deionizada foi agregado 1,5; 3; 6; 9 ou 10 g/l de óleo (lubrificante Shell Talpa 30) .
2. É adicionado também, 1 g de oleato de sódio como agente estabilizador (surfatante), a operação ocorre sob uma vigorosa agitação (300 rpm) por 8 horas.
3. Adicionou-se NaCl (1 g/l) como eletrólito de suporte, com o objetivo de obter uma boa condutividade no efluente; a adição do NaCl foi lenta para evitar desestabilização da emulsão. A condutividade obtida foi de  $2,2 \mu\text{S}/\text{cm} \times 1000$ , além disso foi medido o pH da emulsão.

##### **4.1.1**

##### **Materiais e equipamentos**

###### **Reagentes:**

1. Cloreto de sódio NaCl.
2. Dodecil sulfato de sódio ( $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ ) PM 288,38 g/mol.
3. Água deionizada.
4. Óleo lubrificante Shell Talpa 30.

###### **Equipamentos Utilizados:**

1. Balança analítica, Digimed KN500.
2. Medidor de pH Analyser pH 300M.
3. Agitador Mecânico MARCONI mod.-MA148.

Tabela 4.1: Estabilidade das emulsões em relação ao potencial zeta [71].

| Características de estabilidade                                    | Media de PZ em milivolt |
|--------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| Aglomeração e precipitação máxima                                  | +3 até 0                |
| Aglomeração e precipitação excelente                               | -1 até -4               |
| Aglomeração e precipitação boa                                     | -5 até -10              |
| Ponto inicial de aglomeração<br>(aglomerados de 2 até 10 colóides) | -11 até<br>-20          |
| Ligeira estabilidade                                               | -21 até -30             |
| Moderada estabilidade                                              | -31 até -40             |
| Boa estabilidade                                                   | -41 até -50             |
| Muito Boa estabilidade                                             | -51 até -60             |
| Excelente estabilidade                                             | -61 até -80             |
| Máxima estabilidade                                                | -81 até -125            |

4. Agitador Magnético FISATOM mod.-752 .

5. Aparelho Zeta Máster 3.0<sup>+</sup>, (usado na análise da estabilidade da emulsão)

## 4.2

### Análise da estabilidade da emulsão

A estabilidade da emulsão sintética foi comprovada com a medição de potencial zeta. Segundo referência literária, o potencial zeta da emulsão deve ser superior a -41 mV, para ter uma boa estabilidade [71].

Na tabela 4.1 mostra-se as características de estabilidade relacionadas à medição de potencial zeta. Baseado nas experiências (zeta-Meter inc.) com muitos sistemas floculados e dispersos (particularmente para colóides hidrofóbicos), descrevem-se a relação entre o potencial zeta (PZ), e as características de estabilidade.

A estabilidade conseguida na emulsão sintética foi de -100 mV.

## 4.3

### Desenho da Célula

No projeto da célula, deve-se ter em consideração as interações entre as espécies presentes, sendo requerido um contato entre elas para uma efetiva agregação. O contato depende da difusão da massa, mecanismos de transporte e regime do fluido dentro do reator. Dessa forma, a mistura influencia fortemente o desempenho e efetividade dos reatores [70]. Assim, o processo será realizado sob condições de agitação dentro do reator, permitindo o aumento na transferência de massa, redução da camada de passivação dos eletrodos, aumento da liberação das bolhas geradas (hidrogênio, oxigênio), minimizando

assim, sua acumulação na superfície dos eletrodos. A célula foi projetada para trabalhar em regime de batelada assim como para diferentes tipos de arranjos de eletrodos, foi feita com material acrílico e com as seguintes dimensões:

- Altura: 170 mm.
- Comprimento 150 mm.
- Largura 190 mm.
- Espessura de parede: 10 mm.
- Máxima capacidade: 5,1 litros.

Na figura 4.1 mostra-se a célula usada para a realização das experiências neste trabalho.



Figura 4.1: Célula de Eletrocoagulação

#### 4.4

##### **Desenho, arranjo e tipo de material dos eletrodos**

O tipo de material e geometria do eletrodo influencia: no tipo de coagulante, em bolhas geradas, na mistura, na flotação, na transferência de massa e na remoção do poluente.

Dentro das diversas possibilidades na escolha do tipo de material do eletrodo (alumínio, ferro, aço, etc), já apresentado na revisão bibliográfica [19, 30, 50], o alumínio e o ferro serão comparados como material de anodo e aço inoxidável 316 como material de catodo. O aço inoxidável apresenta

vantagem na geração de bolhas (eletrodo inerte) garantindo a não dissolução e poluição no efluente sintético, dificultando assim a análise deste.

O desenho dos eletrodos perfurados (5 mm diâmetro) para a realização dos ensaios, no arranjo paralelos vertical foi feito com as seguintes dimensões (figura 4.2) :

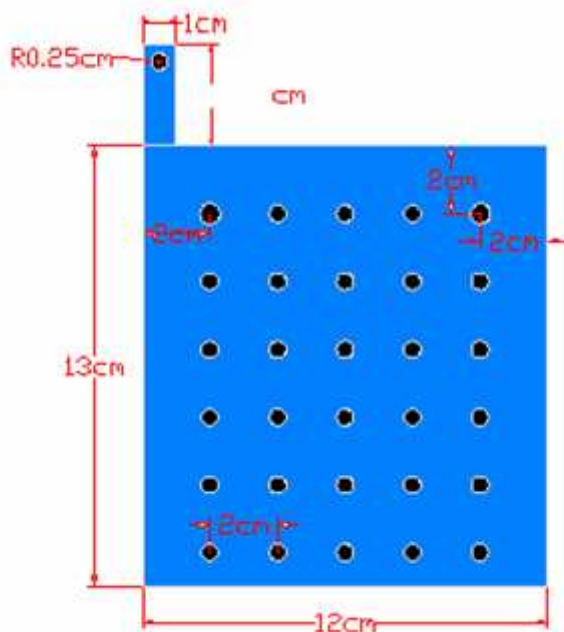


Figura 4.2: Desenho dos eletrodos perfurados de alumínio, ferro e aço inoxidável

Na figura 4.2 mostra-se a geometria dos eletrodos usados para os ensaios da eletrocoagulação. Estima-se que os eletrodos com furos apresentem maiores vantagens, já que permitem um maior transporte de massa no seu interior e facilitam a liberação dos gases gerados, o qual será avaliado neste trabalho. Tanto os catodos (aço inox 316), como os anodos foram feitos com as mesmas dimensões, dando uma área efetiva de  $154,81 \text{ cm}^2$ .

Koby et al. [72], avaliaram diferentes tipos de arranjo de eletrodos (Bipolar em serie, Monopolar em serie, e Monopolar em paralelo) na redução da DQO e turbidez. Mostrando que no caso de alumínio a redução da DQO foi conseguida independentemente do tipo de arranjo dos eletrodos. Já para o ferro os sistemas conectados em serie foram mais efetivos que os sistemas em paralelo. Para a redução da turbidez, o tipo de arranjo de eletrodo não apresentou efeito algum. Este trabalho considera arranjos monopolares em paralelo, com 4 e 6 eletrodos (ver Figura 4.3). A distância entre os eletrodos foi variada mediante a troca dos espaçadores entre eles.

A Figura 4.4 mostra a linha experimental, assim como os principais equipamentos usados neste trabalho.

## 4.5

### Decapagem dos eletrodos

A decapagem é um processo de importância fundamental para a remoção de óxidos superficiais nos eletrodos e preparação adequada da superfície para processos posteriores. Dentro dos diversos tipos de decapagem, utilizou-se neste trabalho a decapagem química, com HCl por 8 horas numa solução 1% [29].

## 4.6

### Procedimento experimental

Os experimentos seguiram a sequência abaixo:

1. Preparou-se uma solução de 5,1 litros de emulsão com as quantidades de reagentes preestabelecidas, assim como os frascos para a recepção das amostras nos diferentes tempos.
2. Foi feita a decapagem dos eletrodos 8 horas antes de cada ensaio, numa solução de HCl 1%.
3. Após o preenchimento da célula com a solução e montagem dos eletrodos nas condições apropriadas (amperagem, arranjo e separação dos eletrodos), deu-se início aos ensaios, ocorrendo simultaneamente:
  - Disparo do cronômetro.
  - Ajuste dos valores de tensão e corrente.
  - Coleta de alíquotas no tempo zero.
4. Nos ensaios foram necessários corrigir eventuais variações dos valores de tensão, a qual ocorria uma mudança na primeira casa decimal.
5. No decorrer dos ensaios eram coletadas amostras para análises nos tempos adequados.
6. Ao final do ensaio se fez a limpeza dos componentes, e reiniciou-se os experimentos de acordo com o número 1 desta sequência.

As variáveis analisadas foram:

- Densidade de corrente elétrica (2,5 - 12,9 mA/cm<sup>2</sup>)
- Distância dos eletrodos ( 5 - 25 mm).

- Concentração inicial de óleo (1,5 - 10 g/l).
- Número de eletrodos no sistema (relação área-volume), 4 e 6 eletrodos

O pH da emulsão medido, na faixa de 8-9, segundo a literatura é ótimo para obter uma boa remoção dos poluentes, pelo qual será fixado.

A condutividade obtida (2,2 mS/cm x 1000) a partir da adição de cloreto de sódio, é suficiente para alcançar as densidades de corrente elétrica desejadas.

Para determinar o efeito de cada variável no processo usou-se a sequência experimental apresentada na tabela 4.2. Os experimentos 1a até 5a, e 1b até 5b, foram feitos para determinar a densidade de corrente ótima usando eletrodos de alumínio e ferro. O grupo de experimentos 6a até 10a e 6b até 10b, foram feitos para avaliar a distância entre os eletrodos de alumínio e ferro respectivamente. Os experimentos 11a até 15a e 11b até 15b foram desenvolvidos para avaliar o efeito da concentração inicial de óleo. Os primeiros 15 ensaios foram realizados usando 4 eletrodos no sistema. Os últimos já foram introduzidos 6 eletrodos e seguindo a mesma sequência já descrita.

Finalmente os experimentos 31a e 31b foram feitos para avaliar o parâmetro SA/V. E o ensaio 32a para avaliar a geometria dos eletrodos, (efeito do eletrodo perfurado e não perfurado).

Na tabela 4.2 apresenta-se a ordem como foi realizado os diferentes testes para cada material de eletrodo resultando num total de 63 ensaios. As vogais “a” e “b” representam o tipo de material usado, sendo “a” para alumínio e “b” para o ferro.

### **Equipamentos Utilizados:**

1. Fonte Estabilizadora de tensão TECTROL mod. TCA-30-10XR1A (30V e 10A de capacidade máxima).
2. Multímetro.
3. Medidor de pH Analyser pH 300M.
4. Agitador Magnético FISATOM mod.-752 .
5. Placa de alumínio ou ferro, como anodo na eletrocoagulação.
6. Placa de aço inox, como catodo na eletrocoagulação.
7. Cronômetro CITIZEN promaster.
8. Célula de Eletrocoagulação (ver figura 4.1).

Tabela 4.2: Experiências realizadas para cada tipo de material de anodo testado

| Número de experimentos | Densidade de Corrente mA/cm <sup>2</sup> | Distância entre os eletrodos (mm) | Concentração Inicial de óleo (mg/l) | Número de eletrodos |
|------------------------|------------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------------|---------------------|
| 1a-1b                  | 2,5                                      | 5                                 | 1500                                | 4                   |
| 2a-2b                  | 4,3                                      | 5                                 | 1500                                | 4                   |
| 3a-3b                  | 6,4                                      | 5                                 | 1500                                | 4                   |
| 4a-4b                  | 9,4                                      | 5                                 | 1500                                | 4                   |
| 5a-5b                  | 12,9                                     | 5                                 | 1500                                | 4                   |
| 6a-6b                  | 9,4                                      | 5                                 | 1500                                | 4                   |
| 7a-7b                  | 9,4                                      | 10                                | 1500                                | 4                   |
| 8a-8b                  | 9,4                                      | 15                                | 1500                                | 4                   |
| 9a-9b                  | 9,4                                      | 20                                | 1500                                | 4                   |
| 10a-10b                | 9,4                                      | 25                                | 1500                                | 4                   |
| 11a-11b                | 9,4                                      | 10                                | 1500                                | 4                   |
| 12a-12b                | 9,4                                      | 10                                | 3000                                | 4                   |
| 13a-13b                | 9,4                                      | 10                                | 6000                                | 4                   |
| 14a-14b                | 9,4                                      | 10                                | 9000                                | 4                   |
| 15a-15b                | 9,4                                      | 10                                | 10000                               | 4                   |
| 16a-16b                | 2,5                                      | 5                                 | 1500                                | 6                   |
| 17a-17b                | 4,3                                      | 5                                 | 1500                                | 6                   |
| 18a-18b                | 6,4                                      | 5                                 | 1500                                | 6                   |
| 19a-19b                | 9,4                                      | 5                                 | 1500                                | 6                   |
| 20a-20b                | 12,9                                     | 5                                 | 1500                                | 6                   |
| 21a-21b                | 9,4                                      | 5                                 | 1500                                | 6                   |
| 22a-22b                | 9,4                                      | 10                                | 1500                                | 6                   |
| 23a-23b                | 9,4                                      | 15                                | 1500                                | 6                   |
| 24a-24b                | 9,4                                      | 20                                | 1500                                | 6                   |
| 25a-24b                | 9,4                                      | 25                                | 1500                                | 6                   |
| 26a-26b                | 9,4                                      | 10                                | 1500                                | 6                   |
| 27a-27b                | 9,4                                      | 10                                | 3000                                | 6                   |
| 28a-28b                | 9,4                                      | 10                                | 6000                                | 6                   |
| 29a-29b                | 9,4                                      | 10                                | 9000                                | 6                   |
| 30a-30b                | 9,4                                      | 10                                | 10000                               | 6                   |
| 31a-31b                | 9,4                                      | 10                                | 1500                                | 2                   |
| 32a                    | 9,4                                      | 10                                | 1500                                | 6                   |

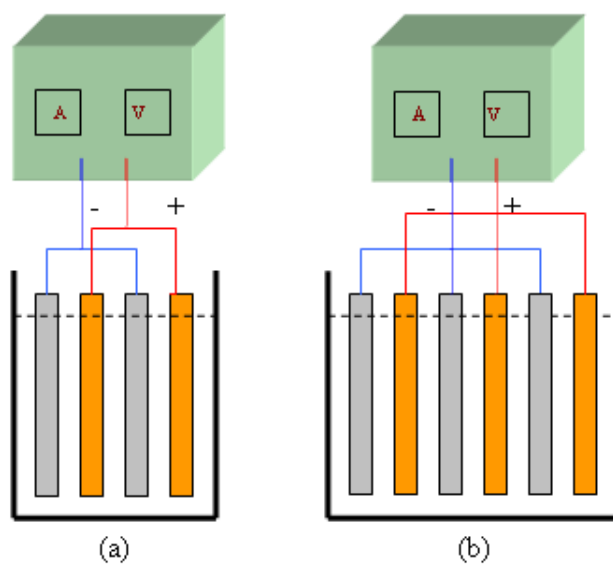


Figura 4.3: Arranjo de eletrodos a) sistema monopolar em paralelo com quatro eletrodos b) sistema monopolar em paralelo com seis eletrodos

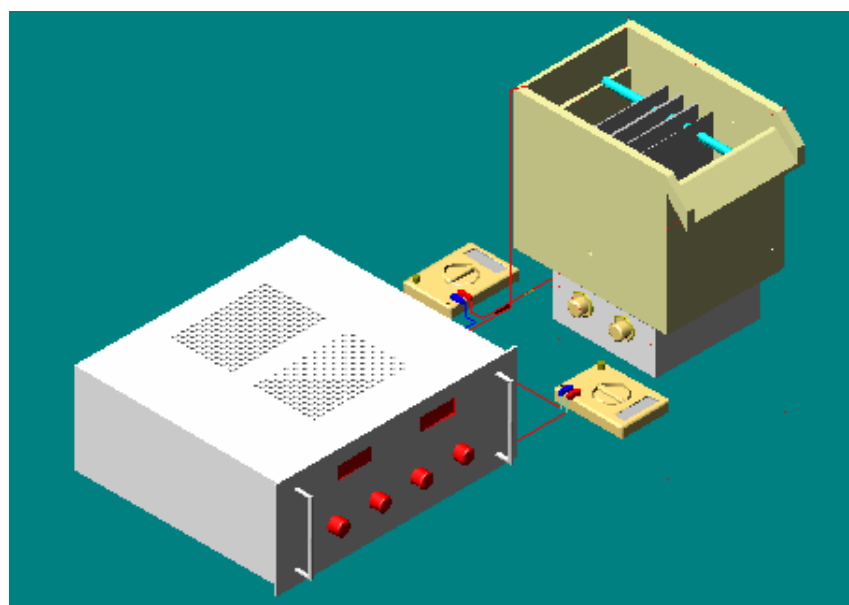


Figura 4.4: Unidade experimental de Eletrocoagulação (1) Fonte de tensão (corrente contínua), (2) Célula eletrolítica, (3) Agitador magnético, (4) multímetro

## 4.7

### Análise da Demanda Química de Oxigênio e Turbidez

A análise da DQO, foi feita com ajuda do método Hatch, o qual compreende o reator Hatch para a digestão e o espectrofotômetro para leitura da absorvância. A duração do procedimento é de duas horas em uma temperatura de 150 °C.

A leitura do teste de DQO pelo método Hatch utiliza o espectrofotômetro de mesma marca e modelo DR/2010 e a curva de calibração elaborada para o comprimento de onda de 600 nm. O cálculo da DQO por este método é realizado em tréplica. O valor da DQO, é associada por intermédio da curva de calibração da absorbância media obtida (ver apêndice A ).

A turbidez foi medida com o turbidímetro AP-2000.

#### Reagentes:

1. Ácido sulfúrico.  $H_2SO_4$  (Marca Vetec).
2. Sulfato de Prata. 5 fr  $Ag_2SO_4$ (Marca Vetec).
3. Sulfato de mercúrio. 5 fr  $HgSO_4$ (Marca Vetec ).
4. Água deionizada. - 0,007.

#### Equipamentos Utilizados:

1. Balança eletrônica Bioprecisa FA2104N.
2. Reator Hatch.
3. Espectrofotômetro.
4. Turbidímetro AP 2000 - Portátil.