

Tratamento de resíduos de laboratório gerados em análises quantitativas de fósforo⁽¹⁾.

Camila Sant´Helena do Prado⁽²⁾; Nicolly Espindola Gelsleichter⁽³⁾; Júlia de Souza Braga⁽⁴⁾; Claudia Lira⁽⁵⁾.

Resumo Expandido

⁽¹⁾ Trabalho executado com recursos do Edital PIBIC-EM, da Pró-Reitoria de Pesquisa e Extensão do IFSC

⁽²⁾ Estudante; IFSC-Instituto Federal de Santa Catarina; Florianópolis – SC; bolsista CNPq; mylaprado-13@hotmail.com

⁽³⁾ Estudante; IFSC; Florianópolis – SC; bolsista CNPq; nicolly_3@hotmail.com

⁽⁴⁾ Estudante; IFSC; Florianópolis – SC; bolsista CNPq; derly.braga@hotmail.com

⁽⁵⁾ Professor Orientador; IFSC; Florianópolis – SC; claudialira@ifsc.edu.br

RESUMO: Os resíduos provenientes da análise de fósforo, realizada através do método espectrofotométrico do azul de molibdênio, contém íons de antimônio, molibdênio e sulfato, que são substâncias prejudiciais aos seres vivos e ao meio ambiente. O presente trabalho teve como objetivo desenvolver métodos de tratamento para os resíduos dessa análise. O ácido sulfúrico, utilizado em grande quantidade na análise, resulta num resíduo de acidez elevada e com excesso de íons sulfato. Esses íons, em concentrações elevadas, podem contaminar corpos d` água e prejudicar os usuários da rede de abastecimento e necessitam de tratamento para serem descartados na rede de esgoto. O sulfato foi quantificado por gravimetria com a utilização do cloreto de bário. Para a neutralização das soluções, o hidróxido de sódio foi utilizado. A remoção do sulfato foi efetuada através de reações de precipitação com óxido de cálcio e cloreto de cálcio. O tratamento com cloreto de cálcio resultou em uma diminuição de 81% na concentração de sulfato. O óxido de cálcio apresentou um resultado menos satisfatório, 25% de redução da concentração de sulfato. Em contrapartida, o tratamento com óxido de cálcio auxilia na etapa de neutralização, reduzindo a quantidade de hidróxido de sódio necessário. O teor de antimônio, no entanto, não apresentou redução significativa após os tratamentos efetuados.

Palavras Chave: sulfato, antimônio.

INTRODUÇÃO

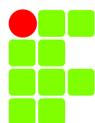
As ETEs urbanas ou industriais, bem como órgãos de controle ambiental e laboratórios de análise de água necessitam realizar análises periódicas do teor de fósforo nos efluentes, a fim de controlar seu descarte nos corpos d` água. Os resíduos provenientes da análise de fósforo contém íons de antimônio, molibdênio, sulfato e apresentam níveis de acidez elevada. Essas espécies químicas necessitam de tratamento para serem descartados na rede de esgoto. O antimônio e seus compostos são tóxicos. Nos humanos “a exposição ao antimônio pode prejudicar as células do organismo, particularmente as do coração, fígado, pulmões e rins” (SANTOS, 2006).

A alta concentração de íons sulfato, por sua vez, pode provocar efeitos laxativos e desidratação nos seres vivos. Além de afetar a qualidade da água provocando o gosto amargo. Também é bastante conhecido o problema da ocorrência de corrosão em coletores de esgoto de concreto, devido à presença

de altos níveis de sulfatos na água (PERPETUO, 2013; GIORDANO, 2004).

O Ministério do Meio Ambiente, através da resolução CONAMA n° 357 de 17 de março de 2005, estabelece limites de concentração de substâncias para enquadramento de corpos d` água como águas doces - classe 1. No caso do antimônio o limite é de 5 µg/L, 70 µg/L para o molibdênio, e de 250.000 µg/L no caso do sulfato. Além disso, segundo a resolução 430 de 2011 do CONAMA, o pH para o lançamento de efluentes deve situar-se entre 5 e 9 (MMA, 2012). A norma ABNT NBR 9800 de 1987, estabelece o limite de sulfato máximo admissível em efluentes industriais de 1000 mg/L, para lançamento no sistema coletor de esgotos sanitários (ABNT, 1987). Atualmente, não há legislação federal ou no estado de Santa Catarina que estabeleça limites de lançamento em efluentes para os íons antimônio e molibdênio.

O objetivo do presente trabalho é estabelecer métodos de tratamento para os resíduos gerados nas análises de fósforo em laboratório.



METODOLOGIA

Na primeira etapa do trabalho, acompanhou-se as análises quantitativas de fósforo realizadas em laboratório e anotou-se as quantidades e as composições dos reagentes utilizados, para posterior caracterização e quantificação dos resíduos gerados.

O método utilizado para as análises de Fósforo Total foi o método do ácido ascórbico, com formação do azul de molibdênio, conforme descrito no Standard Methods of Examination of Water and Waste Water. (APHA, 2012). Essa análise utiliza os seguintes reagentes, para 100 mL de reagente combinado: 50 mL de H₂SO₄ (2,5 M); 5 mL de solução de antimonil tartarato de potássio (0,017 g); 15 mL de solução de molibdato de amônio (0,6 g) e 30 mL de solução de ácido ascórbico.

A segunda etapa consistiu na determinação quantitativa de íons sulfato e antimônio no resíduo gerado. A determinação de íons sulfato foi realizada por gravimetria, após precipitação com BaCl₂. Para a análise de antimônio foi utilizada a técnica de espectrometria de absorção atômica com atomização por Chama (FAAS), em equipamento Hitachi, Modelo: Z-8230 Polarized Zeeman Atomic Absorption Spectrophotometer.

Após a análise inicial, foi realizado o tratamento dos resíduos, através da modificação do método proposto pelo Laboratório de Limnologia da UFRJ (MARINHO et. al., 2011), utilizando reações de precipitação com CaCl₂ e CaO. Esses reagentes foram adicionados em excesso de 10% em relação à quantidade estequiométrica prevista, conforme determinação inicial de sulfato e antimônio no resíduo. O cálculo estequiométrico foi realizado a partir das reações químicas abaixo, conforme a quantidade de sulfato e antimônio determinadas anteriormente:



As amostras tratadas foram novamente analisadas para determinar o percentual removido de íons sulfato e antimônio.

Ao final do tratamento, foi realizada a neutralização dos resíduos tratados, através da adição de solução de NaOH 6M.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através das análises iniciais observou-se que o resíduo apresentava pH igual a 0. As concentrações iniciais e finais de sulfato e antimônio estão apresentadas na tabela 1.

Tabela 1 – Análises iniciais e finais do resíduo.

Espécies analisadas	Análise inicial	Após tratamento CaO	Após Tratamento CaCl ₂
Sulfato (g/L)	77,00	57,41	14,44
Antimônio (mg/L)	24,55	26,15	20,84

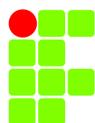
O sulfato na amostra de resíduo apresentou uma concentração 77 vezes acima do limite estabelecido pela norma ABNT para o lançamento de efluentes (1 g/L). Após o tratamento com cloreto de cálcio, observou-se uma redução de 81% no teor de sulfato e após o tratamento com CaO, obteve-se 25% de redução na concentração de sulfato. Observa-se assim, uma maior eficácia do tratamento com cloreto de cálcio, com relação à remoção de sulfato. O óxido de cálcio, no entanto, possui a vantagem de reduzir a acidez do resíduo. Para a neutralização do resíduo tratado com óxido de cálcio, foi necessário acrescentar aproximadamente 25 mL de NaOH 6M, para uma amostra de 50 mL. Na neutralização do resíduo tratado com cloreto de cálcio foi necessário a adição de aproximadamente 37 mL de NaOH 6M para o mesmo volume da amostra.

Em relação ao padrão de classificação de corpos d'água estabelecido pelo CONAMA, para classe 1, o antimônio apresentou concentração inicial 4800 vezes acima do limite (5x10⁻³ mg/L). As concentrações de antimônio obtidas após o tratamento apresentaram uma pequena variação em relação à concentração inicial que podem ser atribuídas à imprecisão própria da técnica de análise utilizada. Podendo-se concluir, portanto, que não houve redução significativa nos teores desse elemento após os tratamentos efetuados.

CONCLUSÕES

Conclui-se que os métodos utilizados para tratar resíduos de análise de fósforo atendem parcialmente aos objetivos propostos.

O tratamento a base de cloreto de cálcio apresenta-se como uma alternativa eficaz para a remoção de sulfato, removendo 80% desses íons do



resíduo, sem introduzir outros agentes nocivos para o meio ambiente.

Utilizando-se como reagente o óxido de cálcio obtém-se menor eficácia na remoção de sulfato, cerca de 25,4%. Porém, o óxido de cálcio apresenta uma contribuição significativa para a neutralização dos resíduos.

Após a remoção do sulfato, a adição de hidróxido de sódio, torna-se necessária para adequar o pH do resíduo aos requisitos do CONAMA para o lançamento de efluentes (pH entre 5 e 9).

Nenhum dos dois métodos se mostrou eficaz para remoção de antimônio.

extração em fase sólida. [Tese]. Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria. 2006.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao IFSC e ao CNPq.

REFERÊNCIAS

ABNT. **Critérios para lançamento de efluentes.** NBR 9800. Rio de Janeiro, 1987.

APHA. American Public Health Association. American Water Works Association. **Standard methods for the examination of water and wastewater.** 22. ed. Washington: American Public Health Association, 2012.

GIORDANO, Gandhi, **Tratamento e Controle de Efluentes Industriais**, Rio de Janeiro, RJ, p. 5-6, 2004. Disponível em:
<<http://72.29.69.19/~nead/disci/gesamb/doc/mod7/2.pdf>>
. Acesso em: 21 de Novembro de 2013.

MARINHO, Claudio Cardoso; BOZELLI, Reinaldo Luiz; ESTEVES, Francisco de Assis; GONÇALVES, Ana Claudia Braga; ROCHA, Vanessa de Almeida; SILVA, Wesley Higino; AFONSO, Julio Carlos. Gerenciamento de resíduos químicos em um laboratório de ensino e pesquisa: a experiência do Laboratório de Limnologia da UFRJ. **Eclética Química**, vol.36, n.2. São Paulo, 2011.

MMA - Ministério do Meio Ambiente, CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente. **Resoluções do CONAMA: Resoluções vigentes publicadas entre setembro de 1984 e janeiro de 2012.** Brasília: MMA, 2012.

PERPETUO, Elen Aquino. **Parâmetros de caracterização da qualidade das águas e efluentes industriais.** Excesso de Molibdênio. CEPEMA-USP. Disponível em :
<<http://www.manualmerck.net/?id=161&cn=1268>>.
Acessado em 22 de Outubro de 2013

SANTOS, E. **Determinação de espécies de arsênio, antimônio e chumbo em antimoniato de meglumina por espectrometria de absorção atômica após**