

CAPÍTULO 3 – METODOLOGIA DOS ENSAIOS

Neste capítulo são apresentados os procedimentos utilizados nos experimentos de sorção e difusão. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Engenharia Sanitária (LES) da UERJ e alguns procedimentos em relação à compactação e saturação do solo no foram realizados Laboratório de Mecânica dos Solos (LMS) também da UERJ.

Apresentam-se, também, os procedimentos das análises químicas para estudo do descoramento de lixiviado efetuadas no LES da UERJ e na Tecma-Tecnologia em Meio Ambiente.

3.1 – Ensaio de Equilíbrio em Lote (*Batch Test*)

Este ensaio fornece uma estimativa da sorção de uma substância química “soluto” (íon), presente em uma solução, por um solo até atingir o equilíbrio. O uso desta técnica permite a obtenção de curvas isotermas de sorção que indicam a variação de concentração de um soluto de uma solução em contato com o solo.

A massa de adsorvente e a solução contendo os solutos investigados permanecem em contato, com agitação constante, durante um período de tempo pré-definido, no qual uma situação de equilíbrio entre adsorção e dessorção é alcançada a temperatura constante, daí surgindo o termo isoterma.

No que diz respeito aos estudos de determinação de valores de DQO e cor, poderia ter sido escolhido o *Jar Test*, entretanto os ensaios de equilíbrio em lote mostraram-se mais completos, uma vez que propiciaram um intenso contato físico solo:contaminante e, a partir destes, isotermas de adsorção foram construídas.

Visando conhecer de forma mais completa o processo de sorção de contaminantes e de descoramento de lixiviados, foram usadas duas técnicas de *Batch Test*: CSI e ECI.

As duas técnicas usadas para obtenção das isotermas de adsorção são:

- *Environmentally Conservative Isotherm* (ECI) - principia-se com uma solução matriz ou efluente, em que volumes iguais dessa solução inicial, portanto de concentrações idênticas de solutos, são colocados em contato com diferentes quantidades de massa de adsorvente num recipiente sob agitação por um tempo definido. Em seguida a mistura é filtrada e procede-se à determinação da concentração dos solutos nas diversas soluções filtradas; e

- *Constant Soil: Solution Ratio Isotherm* (CSI) – a partir de uma solução matriz ou efluente que contenha o(s) soluto(s) investigado(s), preparam-se várias diluições da mesma, obtendo-se, assim, uma variedade de soluções com concentrações de solutos diferentes. Volumes iguais dessas soluções são colocados em recipientes com a massa de adsorvente (solo) fixa sob agitação durante um período de tempo estabelecido, e logo após essas misturas são filtradas procedendo à análise dos solutos nas soluções filtradas (Ritter, 2000)

Na isoterma CSI, iniciou-se o ensaio com a concentração de soluto variando nas soluções (a quantidade de adsorvente foi constante em cada recipiente), enquanto na isoterma pelo Método ECI, o ensaio começou com a concentração inicial de soluto constante nas soluções (variando a massa de adsorvente em cada recipiente).

Ao determinar as espécies (solutos) que foram investigadas, levou-se em consideração a sua estabilidade e foram necessárias precauções para evitar a ocorrência de processos que reduzem a velocidade a taxas insignificantes durante os procedimentos do ensaio. Para tanto, utilizou-se um branco, ou seja, a solução original submetida ao procedimento de ensaio sem que esta esteja em contato com o adsorvente. O percentual da diferença da concentração entre a solução original e o branco foi calculado conforme a equação 5.

$$\% D = \frac{(C_o - C_b) * 100}{C_o} \quad (5)$$

onde:

% D = percentual de diferença

C_o = concentração inicial do soluto na solução (mg/L)

C_b = concentração do soluto no branco do teste (mg/L)

Essa diferença foi determinada para cada soluto investigado e para todos os ensaios em branco. Os recipientes usados no ensaio eram inertes tanto com relação ao adsorvente quanto à solução. Frascos de polietileno em geral são compatíveis e foram usados com os adsorventes e soluções.

Os experimentos foram realizados em um laboratório climatizado, onde a flutuação de temperatura não foi superior a 6 °C. Em todos os casos a temperatura em que se realizou o ensaio foi registrada e, para que os resultados apresentados fossem consistentes, a razão solo:solução e o tempo de equilíbrio foram determinados.

3.1.1 – Razão Solo:Solução (RSS)

A razão solo:solução (RSS) foi definida como a massa equivalente de solo seco em gramas (adsorvente) por volume em mililitros da solução contendo o soluto investigado (adsorbato) dos ensaios. A razão solo:solução recomendada é a que proporciona um percentual de adsorção entre 10% e 30% da concentração de soluto mais alta. Calculou-se o percentual adsorvido (%A) usando a concentração de soluto na solução inicial e a concentração do soluto após contato com o adsorvente, conforme equação 6:

$$\% A = \frac{(C_0 - C) * 100}{C_0} \quad (6)$$

onde:

% A = percentual adsorvido

C_0 = concentração inicial do soluto (mg/L)

C = concentração do soluto após agitação com o adsorvente e filtração (mg/L)

A determinação da RSS foi conduzida usando-se o procedimento para construção de isotermas com razão solo:solução constante (CSI), ou seja, variando-se a concentração da solução (adsorbato) e mantendo a massa de adsorvente (solo) constante para um tempo de equilíbrio de 24 horas, devendo-se observar que a massa de adsorvente refere-se à massa de solo seco.

Nos testes realizados pelo método ECI estes procedimentos também foram observados, exceto a utilização de brancos.

3.1.2 – Determinação do Tempo de Equilíbrio

O tempo de equilíbrio é definido como o intervalo de tempo mínimo a que as amostras são agitadas durante o ensaio para estabelecer uma variação na concentração de soluto na solução inferior a 5% .

O tempo de equilíbrio foi determinado usando-se quatro intervalos de tempo de agitação; 1, 24, 48 e 72 horas. Estes intervalos de tempo representaram o tempo de agitação em que a interação entre a superfície sólida do adsorvente e a fase líquida foi intensificada, possibilitando uma maior interação entre as fases sólida e líquida. O procedimento de ensaio foi similar ao ensaio de adsorção, diferenciando-se apenas o intervalo de tempo de agitação a que o adsorvente e a solução são submetidos.

A variação na concentração dos solutos na solução pode ser determinada pela equação 7.

$$\% \Delta C = \frac{(C_1 - C_2) * 100}{C_1} \quad (7)$$

onde:

$\% \Delta C$ = variação da concentração em porcentagem

C_1 = concentração de soluto no tempo t_1 ;

C_2 = concentração de soluto no tempo t_2 (1, 24, 48 e 72 horas).

Baseado nas análises realizadas para cada um dos parâmetros estudados (NH_4^+ , K^+ , Na^+ e Ca^{+2}) para cada intervalo de tempo de agitação (1, 24, 48 e 72 horas), foi efetuado o cálculo da variação da concentração de modo a se obter um intervalo de tempo ideal em que a variação de concentração do soluto tenha permanecido constante ou com uma variação menor que 5%.

Uma vez obtido o tempo de equilíbrio (tempo onde as velocidades de transferência de soluto: adsorvente sejam iguais) para cada espécie de soluto investigada, foi escolhido o maior intervalo encontrado entre os solutos investigados.

3.1.3 – Determinação da Quantidade de Solute Sorvido por Massa de Adsorvente.

A massa de soluto adsorvida da solução por unidade de massa de adsorvente foi determinada pela expressão 8:

$$S = \frac{(C_o - C_e) * (V)}{M} \quad (8)$$

onde:

S = quantidade de soluto adsorvida por quantidade de massa de adsorvente;

M = massa de adsorvente em gramas na mistura (massa equivalente de solo seco);

C_o = concentração inicial do soluto na solução;

C_e = concentração de equilíbrio do soluto na solução; e

V = volume de solução em contato com o adsorvente.

As isotermas são obtidas plotando-se S x C_e . Três modelos de isotermas podem servir de ferramenta: linear e não lineares do tipo Freundlich e Langmuir. A comparação entre os

coeficientes de correlação (maior R^2) dos gráficos indica a que melhor se ajusta ao comportamento apresentado pelo soluto “contaminante”.

No modelo linear, o coeficiente angular da reta corresponde ao coeficiente de distribuição (K_d). A capacidade de adsorção do solo é finita e o coeficiente de distribuição representa a sorção exercida pelo adsorvente de quantidades uniformemente crescentes.

Para os casos em que o modelo linear se mostre inadequado, os dados obtidos podem ser ajustados pelas equações linearizadas do tipo Freundlich ou Langmuir.

A equação 9 é a expressão linear da equação de Freundlich.

$$\text{Log } S = K_f + 1/n \log C_e \quad (9)$$

onde:

S = quantidade de soluto adsorvida por unidade de massa de adsorvente;

K_f = constante

$1/n$ = constante

C_e = concentração de equilíbrio do soluto de Lang

A equação 10 é a expressão linear da equação muir.

$$\frac{C_e}{S} = \frac{1}{(K_L M)} + \frac{C_e}{M} \quad (10)$$

onde:

S = quantidade de soluto adsorvida por unidade de massa de adsorvente

K_L = constante

M = constante

C_e = concentração de equilíbrio do soluto

Algumas informações foram registradas de modo a garantir a repetibilidade do ensaio, caso seja necessário:

- temperatura na qual os testes foram efetuados;
- condutividade e pH de todas as soluções de soluto antes da filtração;

- concentração das soluções-estoque (soluções diluídas), do branco e qualquer fator de correção usado;
- razão de solo:solução correspondente;
- quantidade de soluto nas soluções inicial e final;
- percentual de soluto adsorvido e quantidade de massa de adsorvente;
- variação da quantidade de soluto no tempo de equilíbrio;
- equação da melhor reta de ajuste e valor do coeficiente de correlação (R^2);
- determinação completa do adsorvente.

3.1.4 – Procedimento do Ensaio

3.1.4.1 Sorção pelo Método – CSI

A amostra de solo (adsorvente) foi destorroada e espalhada em uma superfície como apresentado na Figura 8 e modo a formar uma camada de aproximadamente 2 cm secando ao ar a temperatura ambiente.



Figura 8 – Destorroamento do solo.

Com o resultado da umidade foi efetuado o cálculo da correção da massa de solo usada no ensaio, isto é, determinação da massa de solo úmido equivalente à massa de solo seco que foi utilizada no ensaio, uma vez que, a razão solo:solução é expressa em massa seca de adsorvente.

A partir do lixiviado e de água destilada e deionizada (ADD) foram preparadas soluções diluídas de 15, 35, 50 e 75% de lixiviado (Figura 9 a,b e c), além de se usar a solução original de percolado (100%) e água destilada e deionizada como solução isenta de contaminantes (0%, de lixivado).



Figura 9 - Soluções de Lixiviados: (a) de Rio das Ostras, (b) de Morro do Céu e (c) de Grande Porte.

A partir da determinação da massa de solo úmido, pesou-se o solo dentro do frasco de polietileno (Figura 10 a). Em seguida as soluções de lixiviado foram adicionadas nas concentrações de 0%, 15%, 35%, 50%, 75% e 100%, na razão solo:solução determinada, e simultaneamente foram preparados os brancos referentes a cada solução, ou seja, frascos contendo somente a solução de lixiviado em volume igual ao da amostra, Figura 10 (b).

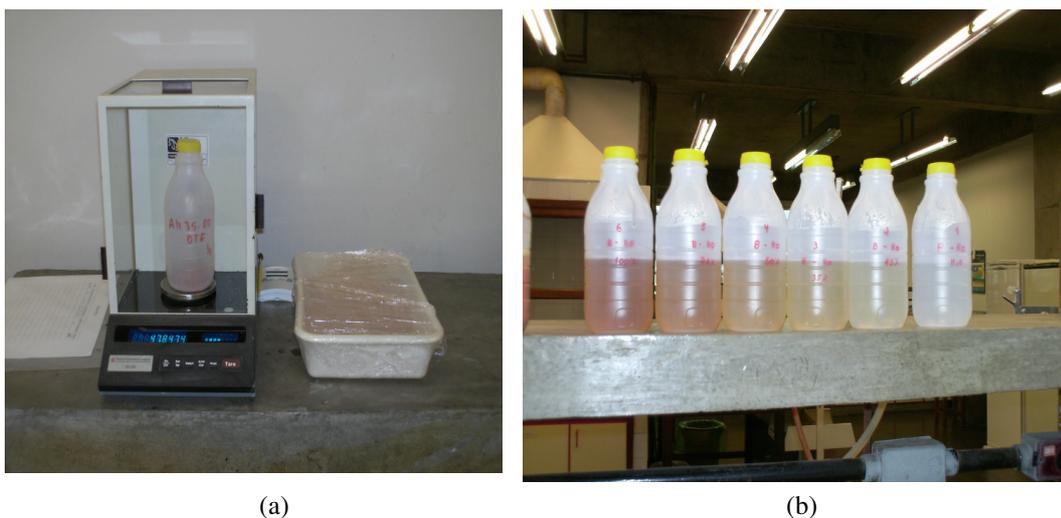


Figura 10 - (a) Pesagem de solo no frasco e (b) frascos do ensaio em branco de Rio das Ostras.

Os frascos foram colocados na mesa agitadora “*shaker*” e as amostras permaneceram sob agitação (Figura 11 a e b) pelo tempo determinado como ideal para que o equilíbrio fosse alcançado.



Figura 11 – Frascos contendo os ensaios no *shaker*

Ao final da agitação, registrou-se a temperatura ambiente e determinou-se o pH e a condutividade das 6 (seis) soluções antes de serem filtradas (Figura 13).



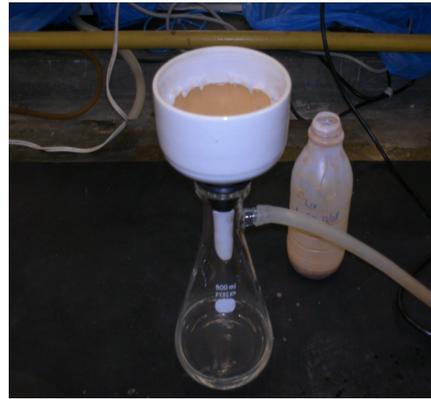
Figura 12 - Soluções sorvidas antes da filtração

As misturas foram filtradas a vácuo, utilizando-se os seguintes equipamentos: frasco Kitazato - 250mL ou 500 mL; filtro Büchner; borracha de vedação; papel de filtro qualitativo diâmetro 12,5 cm, 80g/cm²; bomba a vácuo de 1 HP (Figuras 13 a e b, 14 a e b).

O solo que permaneceu no papel de filtro foi descartado, enquanto o filtrado foi encaminhado para a análise dos contaminantes em estudo (Figura 15).



(a) Bomba de Vácuo
Figura 13 - Conjunto de Filtração



(b) Kitazato e Filtro Büchner



(a)



(b)

Figura 14 - Conjunto de filtração à vácuo (a) e Coleta de Lixiviado (b)



Figura 15 - Solo retido no papel e lixiviado no Kitazato

O mesmo procedimento foi adotado para cada uma das diferentes soluções, obtendo-se, assim, seis amostras com os seus respectivos brancos. Todas foram analisadas no estado inicial e final, para cada concentração com seus respectivos brancos, de acordo com as Figuras 16 a, b e c.

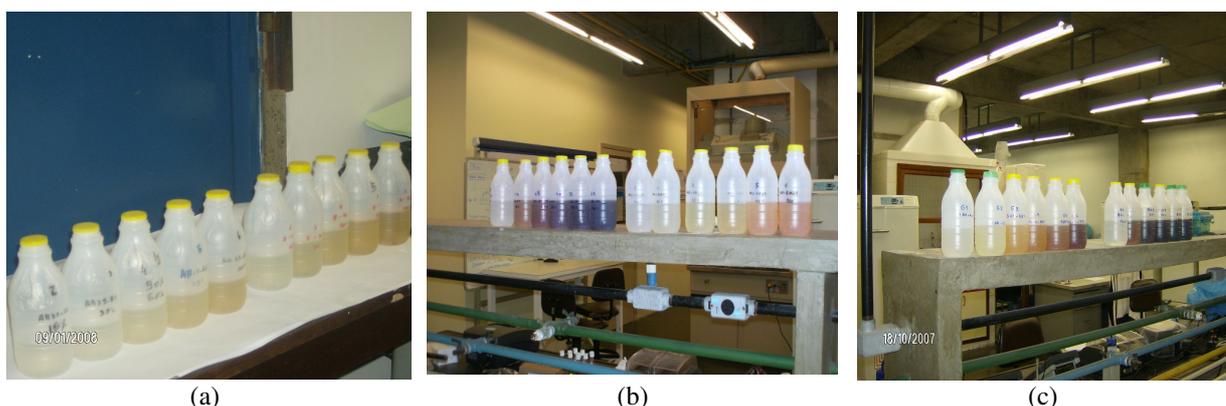


Figura 16 -Lixiviados antes e depois da sorção: (a) Rio das Ostras ; (b) Morro do Céu e (c) Grande porte.

Condições do ensaio de Equilíbrio em Lote (*Batch Test*):

- líquido utilizado: 3 lixiviados diferentes;
- solo proveniente do Aterro Sanitário de Rio das Ostras;
- soluções: soluções diluídas de lixiviado de 0, 15, 35, 50, 75 e 100% de lixiviado;
- razão solo:solução 1:10 - (25 g de solo seco : 250 mL de solução);
- tempo de equilíbrio de 48 horas;
- frasco de ensaio: polietileno de 500 mL de capacidade;
- temperatura ambiente em que os ensaios foram realizados: variou de 23,8 a 27,5 °C
- misturas (solo:solução) submetidas a agitação de 220 rpm em um “*shaker*”.

As determinações quantitativas efetuadas nos filtrados foram nitrogênio amoniacal (N-NH₃), sódio (Na⁺), potássio (K⁺), cálcio (Ca⁺²), pH, condutividade, cor (Pt-Co) e DQO.

3.1.4.2 Sorção pelo Método ECI

O estudo de descoloramento de lixiviado contemplou também ensaios utilizando o *Environmentally Conservative Isotherm (ECI)*, com o objetivo de analisar o comportamento

de redução de cor e de valores de DQO com o lixiviado bruto do Aterro de Grande Porte. O ensaio iniciou-se com uma solução matriz colocada em contato com diferentes quantidades de massa de adsorvente, com relação solo:solução variando de 1:20 até 1:1000. Todo o procedimento descrito anteriormente para preparação da amostra de solo foi repetido, determinando-se a umidade e procedendo-se ao cálculo da correção da massa de solo a ser usada no ensaio também.

Os resultados obtidos nos ensaios de redução de cor e de valores de DQO foram indicativos para a escolha do lixiviado mais crítico com relação a estes parâmetros e também foi importante estudar as concentrações de solo pelo Método ECI.

Condições do ensaio de Equilíbrio em Lote (*Batch Test*):

- líquido utilizado: lixiviado do Aterro de Grande Porte (100%);
- solo proveniente do Aterro de Rio das Ostras;
- razão solo:solução, 1:1000; 1:500; 1:200; 1:60; 1:40, 1:27 e 1:20 - (0,2; 0,4; 1,0; 3,5; 5,0; 7,5 e 10 g de solo seco: 200 mL de lixiviado);
- tempo de equilíbrio de 20 - 22 horas;
- frasco de ensaio: frasco de polietileno de 500 mL de capacidade;
- temperatura ambiente a que o ensaio foi realizado: variou de 25,8 a 27,0 °C;
- misturas (solo:solução) submetidas a agitação de 180 rpm em um *shaker*.

Todos os procedimentos até aqui mencionados, foram utilizados na Sorção pelo Método CSI, tais como pesagem do solo dentro dos frascos de polietileno, introdução do lixiviado (Figura 17 a, b, e c) e agitação na mesa (Figura 18 a e b).



Figura 17 – (a) Pesagem de solo; (b) preparação do lixiviado do Aterro de Grande Porte nos frascos para sorção pelo Método ECI (c) lixiviado no frasco e no balão volumétrico.



Figura 18 – (a) Frascos na mesa agitadora e (b) Amostras do Lixiviado do AGP na mesa agitadora.

O processo de filtração a vácuo, precedido de determinação de pH e condutividade, manteve as mesmas características dos anteriores, exceto por uma diferença: não foi possível a formação de uma camada de solo no papel de filtro, uma vez que as quantidades de solo utilizadas foram muito pequenas. A filtração foi relativamente rápida e a cor das soluções variou consideravelmente, conforme pode ser constatado nas Figuras 19 a e b, em que se

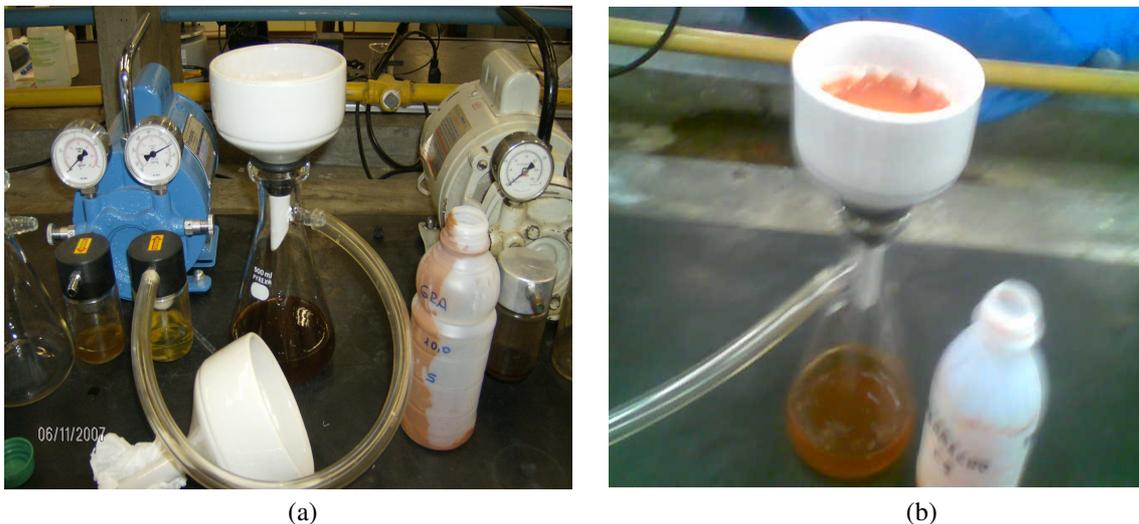


Figura 19 – (a) Equipamento de filtragem á vácuo e (b) vista do solo no papel de filtro. verifica que as amostras com relação solo lixiviado menores apresentaram cor mais escura.

Após a filtração das amostras foram determinados os valores de DQO. A Figura 20 permite a visualização da redução de cor obtida.



Figura 20 - Comparação visual da redução da cor (vista panorâmica das cinco amostras mais concentradas).

3.2 – Ensaio de Difusão

O ensaio de difusão simula a migração de soluções por meios porosos, avaliando o comportamento das espécies químicas durante o processo e determinando os parâmetros físico-químicos. É realizado numa célula de difusão com reservatório para lixiviado. Será descrita a montagem do ensaio e o procedimento de lixiviação das amostras de solo no final, para determinar a concentração dos íons.

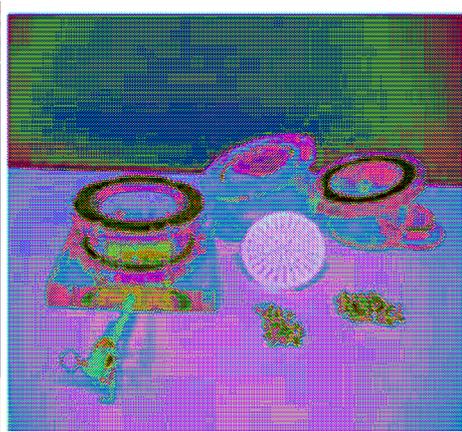
3. 2.1- Descrição da Célula de Difusão e Montagem do Ensaio

A célula de difusão consiste de um molde de acrílico de corpo cilíndrico sobre uma base quadrada sendo composta de cinco partes:

- a) base (Figura 21 a);
- b) reservatório de solo (Figura 21 b);
- c) reservatório de percolado (Figura 21 c);
- d) reservatório de água (Figura 21 d);
- e) tampa (Figura 21 e).



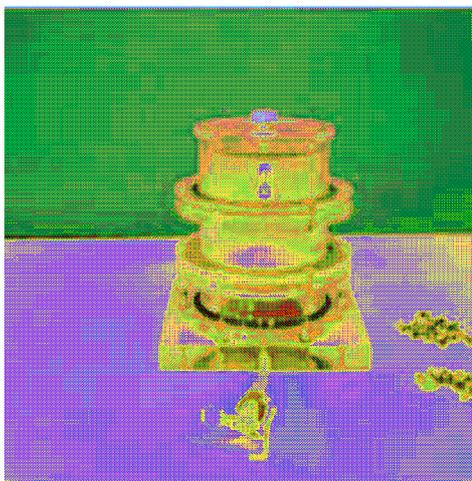
(a) base



(b) reservatório de solo



(c) reservatório de percolado



(d) reservatório de água

Figura 21– Célula de difusão

A base é um quadrado contendo ao centro um rebaixamento cilíndrico, onde existe uma placa de pedra porosa. A base possui ainda um canal que possibilita a entrada de água durante o processo de saturação, que se encaixa diretamente ao reservatório de água durante a saturação. Logo em seguida à saturação, o reservatório de água é retirado.

O reservatório de solo consiste também de um corpo cilíndrico. O solo, após a homogeneização na umidade ótima foi compactado diretamente na célula. Com 26 golpes de um soquete com 2,5 kg caindo de uma altura de 30,5 cm de acordo com a NBR 7182/1986 (Figura 22 a até h).



Figura 22 - Preparo do solo na umidade ótica, pesagem, preenchimento e compactação da célula de difusão.

O reservatório de água consiste de um corpo cilíndrico de acrílico e um pequeno disco de PVC perfurado que serve para dar sustentação ao reservatório de solo durante a saturação. Este só foi utilizado durante a saturação do solo, sendo em seguida retirado e prosseguindo ensaio sem ele.

A saturação da amostra foi realizada no equipamento triaxial TRITECH 100, Compression Test Machine Wykeham Farrance Eng. Ltd. (Figura 23 a), num intervalo de tempo de 1h e 30 min, com pressão de 30 kPa aplicada à água de saturação. Durante a saturação, a água sob pressão entrou pela base, passando em seguida pela placa porosa, que tem a função, assim como o disco de PVC, de homogeneizar o fluxo durante a saturação,

evitando criação de caminhos preferenciais e dificultando ou inviabilizando a saturação da amostra. Foi colocado um extensômetro para monitoramento.

Uma massa equivalente a 22,00 kg foi colocada acima do corpo de prova de solo, com o objetivo de evitar a expansão da amostra, o que inutilizaria o ensaio (Figura 23 b). A função do equipamento triaxial é diminuir o intervalo de tempo de saturação da amostra de solo, garantindo uma saturação acima de 90 a 95%.

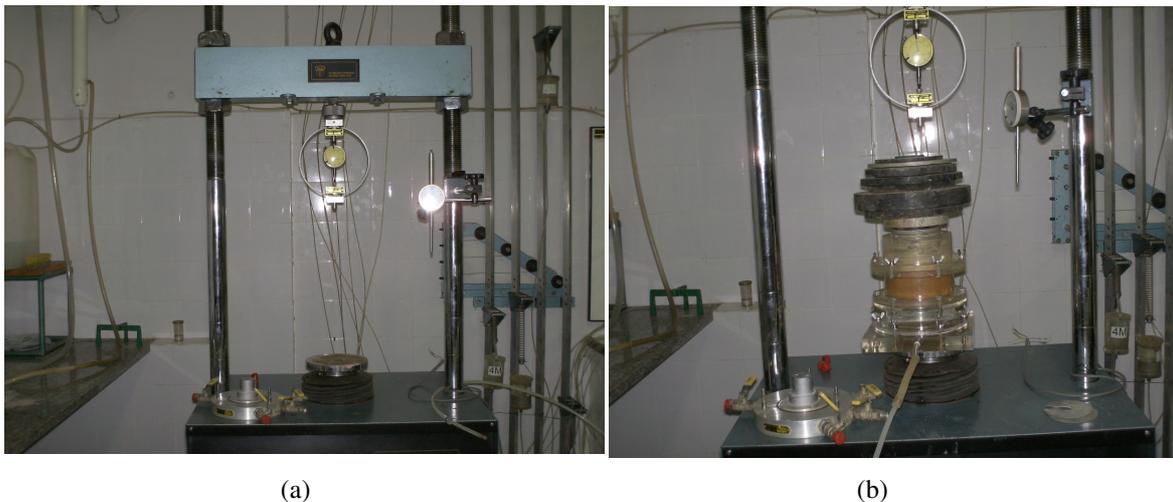


Figura 23 (a) Equipamento triaxial, TRITECH 100, sem a célula e (b) com a célula .

Ao final da saturação, o reservatório de solo foi conectado diretamente à base e a outras partes da célula. A compactação foi finalizada com o nivelamento do solo no topo da superfície do reservatório (6,0cm). Quando a célula foi montada, o reservatório de água foi conectado ao reservatório de solo de modo que não se formassem bolhas de ar na interface líquido/solo comprometendo a saturação do solo. Depois de saturar o solo, parte da célula é desmontada. O reservatório de água foi retirado e o reservatório de solo foi acoplado diretamente na base da célula (Figura 24 a).

O reservatório de percolado (Figura 24 b) foi preenchido com o lixiviado após a saturação, permanecendo o lixiviado em contato com o solo saturado até o término do ensaio. A célula foi fechada e deixou-se em repouso para que ocorresse a difusão dos solutos (Figura 24 c) no solo por um intervalo de tempo de 72 horas. Uma amostra do lixiviado usado no

ensaio foi guardada para análise também ao fim do período de difusão. O lixiviado sobrenadante foi recolhido para posterior análise (Figura 25).



(a)

(b)

(c)

Figura 24 – Célula de difusão com reservatório de percolado (a), Célula de Difusão com lixiviado (b) Célula durante a difusão (c)



Figura 25 - Retirada do lixiviado da célula.

As Figuras 26 a e b apresentam o solo sendo retirado da célula em 6 (seis) camadas de 1,0 cm de espessura cada uma com a ajuda de um disco metálico e uma espátula.

Uma amostra do solo referente a cada camada foi retirada para determinação da umidade, sendo o restante embalado com filme plástico de PVC de modo a preservar as características e colocado em uma “câmara úmida”, ou seja, um dessecador donde foi retirada

a sílica e colocado um recipiente com água de forma a manter a umidade constante. Uma amostra de 20 g após correção da massa, de acordo com a umidade de cada uma das camadas, foi preparada para a lixiviação.

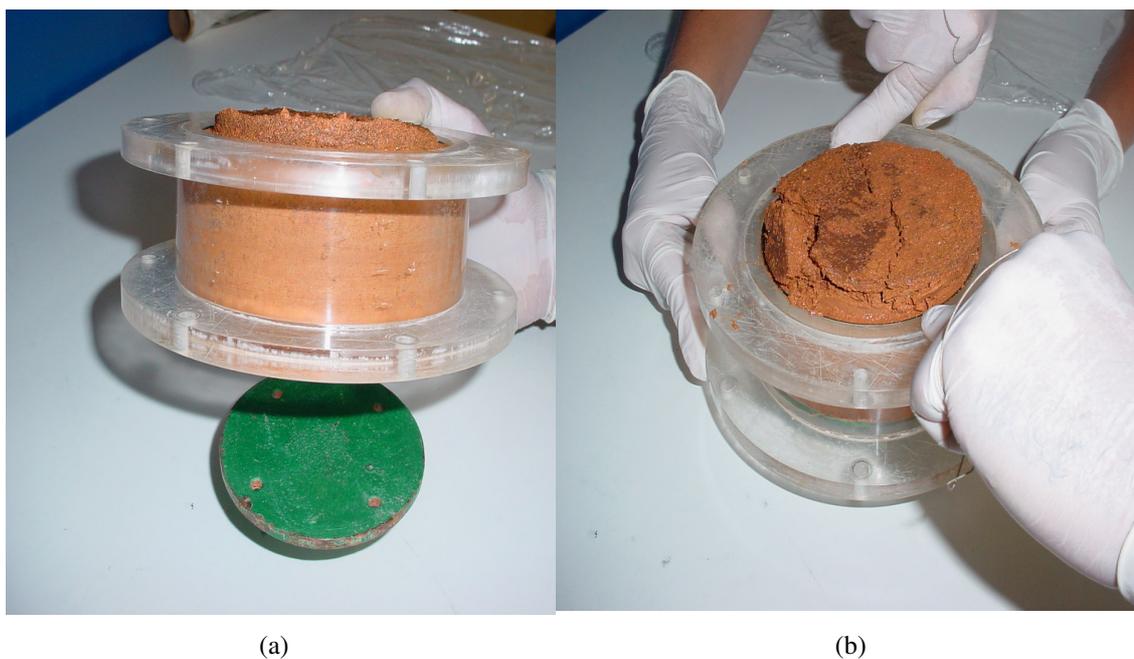


Figura 26 - Desmontagem de célula de difusão e separação das 6 camadas de 1 cm.

3.2.2. – Lixiviação das Amostras do Solo (após ensaio de difusão)

A lixiviação consistiu de um processo de “lavagem” do solo com água destilada e deionizada. A razão solo:solução utilizada foi de 1:10. Este procedimento visou à determinação da concentração das espécies investigadas na solução de lavagem. A lixiviação consistiu da pesagem de 20 g de solo seco (corrigido com a umidade de cada uma das “camadas” oriunda do processo de difusão) e a adição de 200 mL de água destilada e deionizada. O ensaio em branco, ensaio de referência ou *background*, teve mesmo procedimento (uma amostra de solo que não tenha entrado em contato com o lixiviado).

Os frascos foram fixados em uma mesa agitadora *shaker*, submetendo as amostras a agitação durante pelo menos 24 horas.

Logo após a suspensão da agitação das amostras, foram determinados pH e condutividade e em seguida as amostras foram filtradas a vácuo, utilizando o mesmo procedimento dos ensaios de sorção. O filtrado (solução resultante da lavagem do solo) foi encaminhado para as análises respectivas, determinando-se a concentração dos contaminantes investigados foi determinada, enquanto a fase retida no papel de filtro foi descartada.

As análises efetuadas no filtrado foram nitrogênio amoniacal (N-NH₃), sódio (Na⁺), potássio (K⁺) cálcio (Ca⁺²), cor (mgPt), DQO, pH e condutividade. O processo de lixiviação implicou somente na diluição das amostras, de acordo com Leite (2001), foi utilizada a fórmula 11 para calcular as quantidades de contaminantes corrigidas.

$$C_{CL} = \frac{C_{exp} (V_{H_2O} + V_{H_2O_s}) \rho_{H_2O}}{M_{su} \times U_s} \quad (11)$$

onde:

C_{CL} = concentração corrigida de lixiviado (mg/L);

C_{exp} = Concentração determinada experimentalmente (mg/L);

V_{H_2O} = Volume de água adicionado (mL);

$V_{H_2O_s}$ = Volume de água no solo (mL);

M_{su} = massa de solo úmido (g);

U_s = umidade do solo;

ρ_{H_2O} = densidade (g/cm³)

3.3 Análises Químicas

As análises químicas foram realizadas pelos métodos descritos na Tabela 7 apresentada a seguir.

Tabela 7 – Métodos de análise utilizados

Parâmetros	Método de ensaio
pH	SM 4500 H ⁺ (B)
Cor (mg Pt/L)	SM 2120 (B)
Condutividade (mS/cm)	SM 2510 (B)
Cloreto (mg Cl ⁻ /L)	SM 4500-Cl (B)
DQO (mg O ₂ /L)	SM 5220 D (B)
Ca ⁺² (mg/L)	SM 3500- Ca (B)
Na ⁺ (mg/L)	SM 3500-Na (B)
K ⁺ (mg/L)	SM 3500 - K (B)
Nitrogênio Amoniacal (mg N-NH ₃ /L)	SM 4500 NH ₃ (D)

3.31 Método de Determinação do Nitrogênio Amoniacal

O procedimento inicia-se com teste do eletrodo segundo as instruções do fabricante. O aparelho utilizado foi Orion 290 A⁺, com o eletrodo seletivo de amônia; o eletrodo Orion Ammonia Electrode Orion 95-12, a solução padrão de amônia Orion 951007 e a solução de ajuste ISA 951211 (Figura 27).



Figura 27 – Equipamento Orion 290 A

3.3.2 – Método de Determinação do Sódio, Potássio e Cálcio

O método consiste na determinação da concentração de sódio, potássio ou cálcio em uma solução, utilizando-se um fotômetro de chama (Figura 28 a). O aparelho utilizado Fotômetro de Chama Micronal modelo B 462, com filtro de Na, K e Ca.(Figura 28 b e c).



(a) Fotômetro



(b) Fotômetro e bomba de vácuo.



(c) Conjunto Fotômetro, Bomba de vácuo e soluções padrão

Figura 28 - Conjunto de análise de cálcio, sódio e potássio.

Prepara-se uma curva de calibração utilizando-se soluções padrão de 1- 100 ppm, a partir desta sendo preparadas às soluções diluídas para análise.

3.3.5 – Método de Determinação da Condutividade

A condutividade é definida como a capacidade de uma solução aquosa conduzir corrente elétrica.

Um condutivímetro da marca DIGIMED, modelo DM31 foi utilizado em todas as análises (Figura 29 a e b).



(a)



(b)

Figura 29 - DIGIMED modelo DM31 durante as medidas de condutividade dos lixiviados (a e b).

3.3.6 – Método de Determinação do pH

O método consiste em utilização de um aparelho de medição de pH, no presente caso o pHmetro da marca DIGIMED modelo DM21. O equipamento possui um eletrodo, que é mergulhado nas soluções enquanto o valor é apresentado no visor., conforme Figura 30.

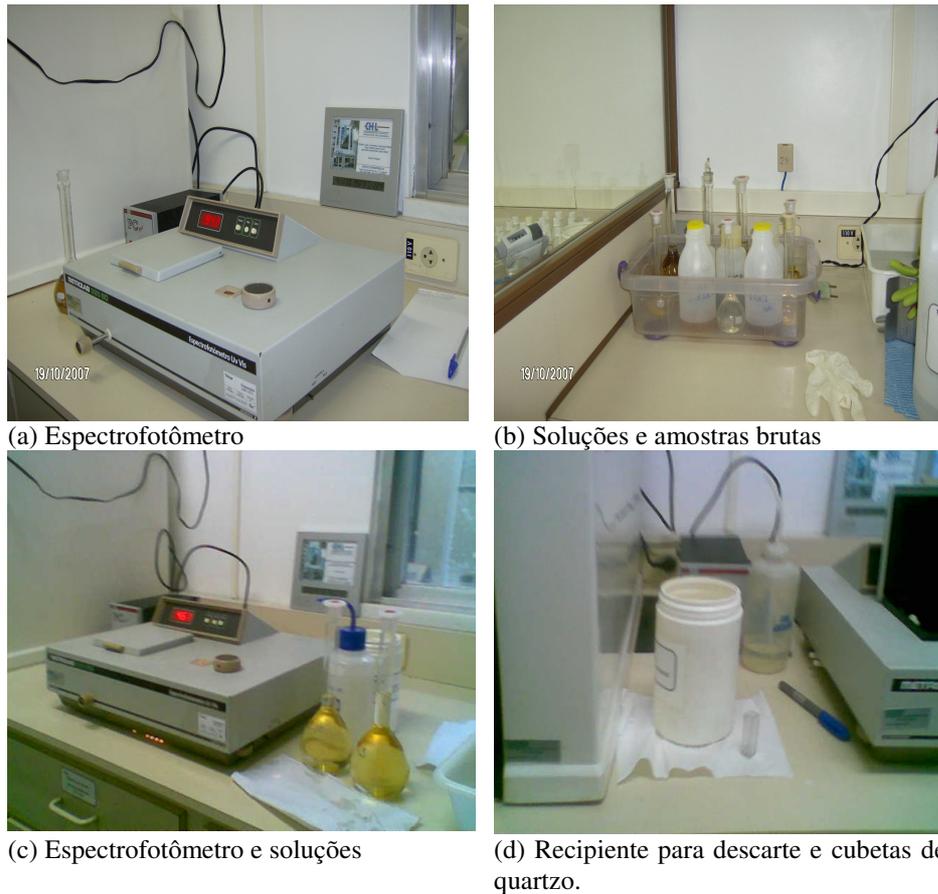


Figura 30 - pHmetro da marca DIGIMED

3.3.7 – Método de Determinação da Cor

O método de medida de cor platina-cobalto utiliza a unidade de cor produzida por um mg de Pt/L na forma de íon cloroplatino.

O equipamento utilizado foi o espectrofotômetro UV/VIS, da Metrolab 325 BD (Figura 31 a até d), calibrado antes de cada teste efetuado, verificando-se a transmitância e zerando-se com H₂O destilada. O par de cubetas utilizado é de quartzo com 1 cm de caminho ótico.



(a) Espectrofotômetro

(b) Soluções e amostras brutas

(c) Espectrofotômetro e soluções

(d) Recipiente para descarte e cubetas de quartzo.

Figura 31 - Conjunto para determinação da cor.

Inicialmente foi feita uma varredura na amostra mais escura para se encontrar o valor máximo de absorvância entre 330 nm e 390 nm, determinando-se assim a absorvância adequada para a determinação da cor de cada lixiviado. O valor ótimo encontrado após a varredura para os diferentes lixiviados foi 340 nm.

Após a escolha do comprimento de onda ideal, no caso 340 nm, procedeu-se às leituras dos padrões de 5, 10, 20, 30, 40, 50 e 100 unidades de cor para obtenção de uma curva (Figura 32) que gerou a equação da reta utilizada nos resultados das leituras das amostras.

No caso de lixiviados concentrados, de cor muito escura, diluições foram realizadas para que os valores encontrados estivessem dentro da faixa ótima de utilização do gráfico e equação 12.

$$Y = 0,0129 x \quad (12)$$

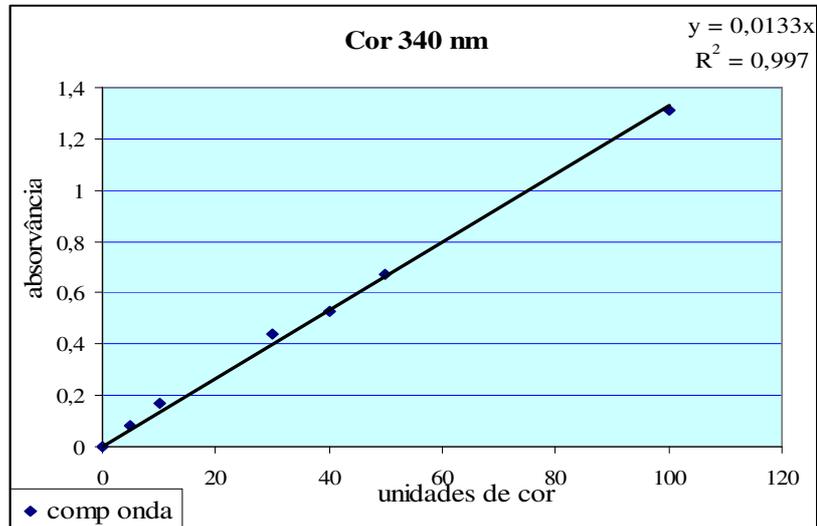


Figura 32 – Curva de calibração em 340 nm.

3.3.8– Método de Determinação da Demanda Química de Oxigênio

A determinação dos valores de DQO baseou-se no SM 5220 D. A Demanda Química de Oxigênio é definida como a quantidade específica de um oxidante que reage com uma amostra sob condições controladas. A quantidade de oxigênio consumida é expressa em termos de oxigênio equivalente.

Os equipamentos utilizados foram um digestor de DQO Hach, modelo DR 200, e um espectrofotômetro da HACH, modelo DR 2800, para uso com 600 nm e 420 nm; as soluções foram $K_2Cr_2O_7$ em H_2SO_4 e $HgSO_4$, solução digestora; solução padrão de biftalato de potássio (Figuras 33 e 34 a e b).



Figura 33 – Digestor HACH



(a) (b)
Figura 34 - Espectrofotômetro da HACH, modelo DR 2800 (a) e as soluções utilizadas para Determinação dos valores de DQO (b).

3.3.9– Método de Determinação de Cloreto

O método baseia-se no fato de que, em soluções aquosas neutras ou levemente alcalinas, o cromato de potássio indica o ponto final da titulação do cloreto pelo nitrato de prata. O cloreto de prata é precipitado quantitativamente antes da formação do precipitado vermelho de cromato de prata.

O procedimento consiste na titulação (Figura 54) de 100 mL de amostra ou uma alíquota diluída a 100 mL numa faixa de pH de 7 a 10 (o pH da amostra pode ser ajustado para valores situados nesta faixa com H_2SO_4 ou NaOH , se necessário), na presença de 1mL de indicador (solução de cromato de potássio, K_2CrO_4), por uma solução padrão de nitrato de prata. Um ensaio em branco também deve ser efetuado usando-se neste caso água destilada e deionizada no lugar da amostra.



Figura 35 - Equipamento utilizado para Determinação de Cloreto.