

## 7 Materiais e métodos

Procurou-se, sempre que possível, trabalhar-se com procedimentos já estabelecidos para a abertura das amostras e determinação dos analitos de interesse. Desta forma, os procedimentos adotados seguem, via de regra, os procedimentos recomendados pela Agência Ambiental Norte-Americana (EPA) e pela EMBRAPA-Solos.

### 7.1. Amostras de lodo de esgoto

As amostras de lodo de esgoto foram obtidas através Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo (SABESP) e são oriundas de tanques de tratamento aeróbico de esgoto sanitário existentes na Usina Barueri. As características químicas do material obtido foram determinadas pela própria SABESP e encontram-se na tabela 2.

### 7.2. Composto húmico mineral (CHM)

As amostras de composto húmico mineral empregadas neste trabalho foram fornecidas pela Insign Trading. Este material é produzido a partir de carvão mineral pelo (EPhAT Ltd, Moscou) e suas características básicas são apresentadas nas tabelas 9 e 10.

**Tabela 9:** Características do composto húmico mineral, Shulgin et al (1998)

C	51,8 %
H	2,87 %
N	0,64 %
O	44,1 %
S	0,6 %
Cinzas	6-7 %

**Tabela 10:** Teor de metais presentes no composto húmico mineral empregado, Shulgin et al (1998)

METAIS	mg g <sup>-1</sup>
Al	3,52
Cu	0,02
Mg	1,6
Mn	0,22
Sr	0,17
Zn	0,05
Fé	7,45
Na	15,53
Si	0,52
Cd, Cr, Mo, Ni, Pb, V, Zr ,Co	Não foram detectados

### 7.3.

#### **Digestão acida de lodo de esgoto (método EPA-3050B)**

Primeiramente, misturou-se bem as amostras para que ocorresse uma homogeneização completa. Para cada procedimento de digestão, transferiu-se 1,00 grama de amostra úmida para um tubo plástico (tipo Falcon) de 50 mL.

Adicionou-se 10mL de ácido nítrico concentrado, fechou-se e deixou-se em repouso por 24 horas. Aqueceu-se a  $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos. Após o resfriamento, adicionou-se 5mL de ácido nítrico concentrado e aqueceu-se por mais 30 minutos. Após o novo resfriamento, foi adicionado 1mL de peróxido de hidrogênio, deixando-se reagir por um tempo de meia hora, mantendo-se o recipiente fechado. Filtrou-se o digerido através de papel de filtro número 41 (ou equivalente), e coletando o filtrado em tubo tipo Falcon de 50 mL.

#### 7.4.

#### Extração de metais assimiláveis (método EMBRAPA-DTPA)

A extração dos elementos é feita através de uma solução quelante de DTPA. Essa metodologia tem o objetivo de determinar a fração do metal que se encontra na forma labil, ou seja, ligados aos sítios de troca minerais e orgânicos. O procedimento adotado, desenvolvido pela EMBRAPA-Solos, é transcrito abaixo.

#### A- Reagentes

Solução extratora DTPA

- Pesar 14,9200g de Trietanolamina (TEA)
- Pesar 1,9670g de Ácido dietileno triamino pentacético (DTPA)
- Pesar 1,47g de Cloreto de Cálcio dihidratado ( $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )
- Dissolver em 900mL de água, ajustar o pH até 7.3 com HCl  $1\text{mol L}^{-1}$ , colocar a mistura em um balão de 1000mL e avolumar.

#### B- Procedimento

- Pesar 10g de lodo de esgoto e colocar em erlenmeyer de 125mL.
- Adicionar 20mL da solução extratora DTPA
- Agitar por duas horas em agitador mecânico e filtrar imediatamente a suspensão. No filtrado determinar os elementos de interesse.

### 7.5.

#### **Extração de metais presentes em lodo de esgoto com solução de composto húmico mineral (CHM)**

A metodologia adotada foi desenvolvida por Shulgin et al (1998), a quantidade do CHM a ser utilizado por quantidade de lodo de esgoto empregada é expressa pela formulação a seguir:

- **$M2 = 0,01M1 \times [(1-h1)/(1-h2)]$**
- **M1 = massa da amostra de lodo (0,001kg ou 10g)**
- **h1 = umidade da amostra de lodo (20%)**
- **M2 = massa da amostra de CHM, (kg)**
- **h2 = umidade da amostra de CHM (80%)**

Tomando-se por base 10 gramas de lodo de esgoto, com uma umidade de 20%, a quantidade de CHM calculada é de 0,4 gramas. Este valor foi utilizado como sendo a quantidade máxima de CHM empregada por 10 gramas de lodo. As massas do CHM empregadas foram de 0,05g, 0,1g, 0,2g e 0,4g.

Após a mistura do lodo de esgoto com o CHM, colocava-se cerca de 15 mL de água deionizada e deixava-se a mistura em repouso por 2 semanas. Foi coletado 1,0g da pasta formada, adicionou-se 10mL água deionizada. O pH da mistura resultante era ajustado no início, no meio e no final do experimento, tendo sido empregados pH em torno de 4, 7, 9 e 12. Os ajustes de pH eram realizados com solução HCl 1,0 mol L<sup>-1</sup> ou NaOH 1,0 mol L<sup>-1</sup> conforme o caso.

## 7.6.

### Determinação dos elementos de interesse por ICP-OES

Utilizou-se um espectrômetro ICP-OES Perkin-Elmer Instruments Optima 4300DV operando nas seguintes condições que estão na Tabela 13 abaixo.

**Tabela 11:** Parâmetros que foram seguidos para determinação dos metais

Fluxo de Argônio	(L/min)
• Plasma	15,0
• Auxiliar	0,2
• Nebulizador	0,8
Taxa de aspiração da amostra	1,0(mL/min)
Potência do Plasma	1300W
Posição da tocha	Axial
Comprimento de onda selecionado	(nm)
Cádmio	228,802
Cobre	324,752
Cromo	267,716
Chumbo	220,353
Níquel	231,604
Zinco	202,548

O sistema foi calibrado empregando-se soluções padrão dos analitos de interesse nas concentrações de 0,01, 0,05, 0,10 e 0,20 mg L<sup>-1</sup>, obtidas através da diluição de soluções padrão Merck Tritrisol.