

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1. *Preparação da emulsão sintética*

Para preparar um litro de emulsão sintética misturaram-se 3g de óleo lubrificante Shell Talpa 30 e água destilada, através de um misturador mecânico, com uma velocidade de 1500 RPM, aproximadamente, por um tempo igual a 10 horas. Durante a mistura, foi adicionado 1g de surfatante oleáto de sódio (Valor que supera a concentração crítica micelar do respectivo surfatante) para dar uma estabilidade química às gotículas de óleo e 3g de cloreto de sódio para melhorar a condutividade do meio.

Algumas das características do óleo Shell Talpa são apresentadas na seguinte tabela:

Tabela 5-1 Características do óleo Shell Talpa 30.

Características Típicas	
GRAU SAE	30
Densidade a 20/4°C-ASTM D-1298.	0,903
Viscosidade Cinemática 40°C, cSt – ASTM D-445.	122,9
Viscosidade Cinemática 100°C, cSt – ASTM D-445.	10,7
Índice de viscosidade – ASTM D – 2270.	57
Ponto de fulgor COC, °C – ASTM D-92.	230
Ponto de Fluidez, °C – ASTM D – 97.	-24
TAN, mg KOH/g – ASTM D – 664.	0,02

5.2. Desenho de equipamentos

A continuação são apresentadas as características da célula de eletrocoagulação (tabela 5-2) e dos eletrodos (tabela 5-3) usados em nossa pesquisa.

Tabela 5-2 Características da célula de Eletrocoagulação.

Características da célula.	
Material	Acrílico
Dimensões	
✓ Altura	170 mm
✓ Cumprimento	150 mm
✓ Largura	190 mm
✓ Espessura das paredes	10 mm
Volume de trabalho	5,1 L

Na pesquisa Usaram-se eletrodos de forma retangular com dimensões vistas na tabela 5-3. Os eletrodos foram perfurados com furos de 5 mm de diâmetro em toda a superfície, como mostra a figura 5-1. Isso foi feito para aumentar o transporte de massa no interior dos eletrodos e evitar o sobre-aquecimento da solução, além de facilitar a liberação dos gases gerados. Obtendo eletrodos com 149,94 cm² de área superficial.

Tabela 5-3 Características dos eletrodos.

Características dos Eletrodos.	
Material	
✓ Anodo	Alumínio 316L
✓ Catodo	Aço inox 316L
Dimensões	
✓ Altura	130 mm
✓ Cumprimento	120 mm
✓ Espessura	5 mm
Disposição	Verticais - Paralelo

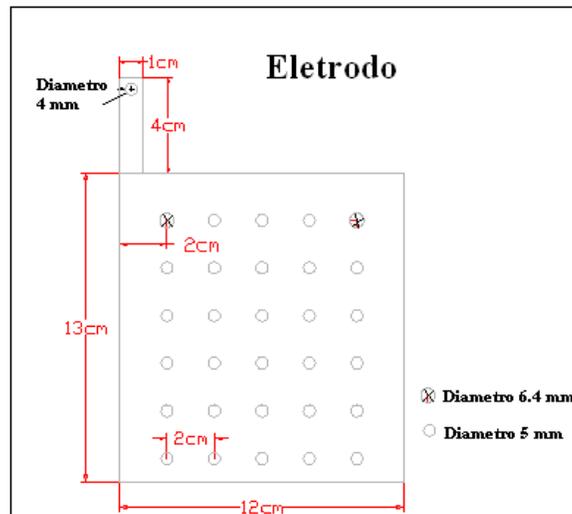


Figura 5-1 Projeto de eletrodos de alumínio e aço inoxidável

Como encontrado na literatura recomenda-se usar uma configuração de eletrodos monopolar em paralelo, o que foi usado em nosso trabalho trabalhando com 4 eletrodos (dois anodos e dois catodos) como visto na figura 5-2

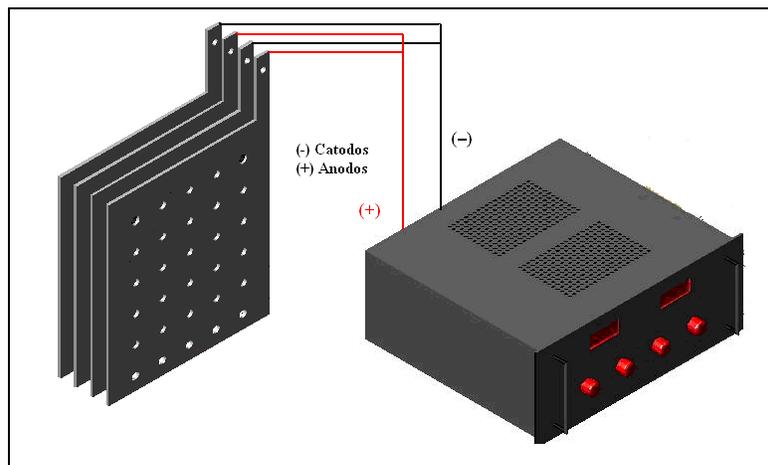


Figura 5-2 Arranjo dos eletrodos (monopolar – paralelo).

5.3. *Linha experimental*

No desenvolvimento experimental de eletrocoagulação usaram-se os seguintes equipamentos:

1. Fonte de tensão, TECTROL mod. – TCA-30-10XR1A;
2. Célula de eletrocoagulação (acrílico);
3. Bomba peristáltica – MILAN mod.-BP-601;
4. Agitador mecânico – MARCONI mod.-MA148;
5. Agitador magnético – FISATOM mod.-752;
6. Multímetros;
7. pH metro – Analyser pH 300M.

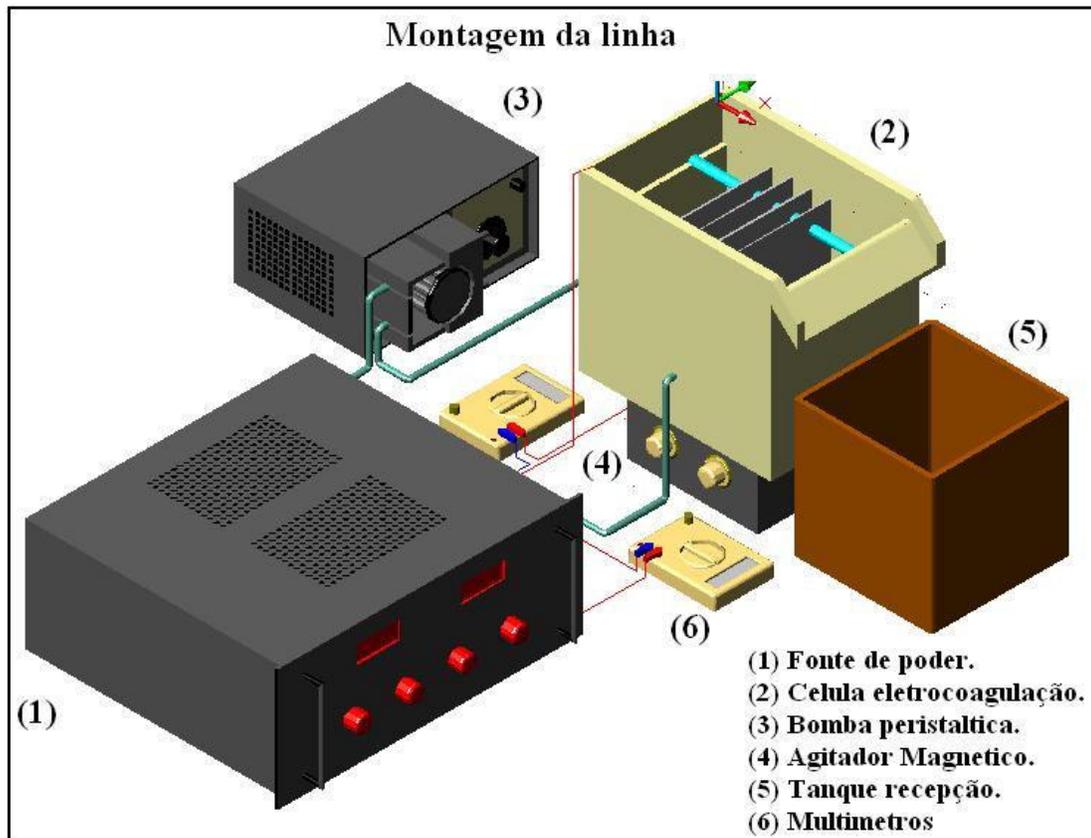


Figura 5-3 Linha experimental de eletrocoagulação

5.4.

Método experimental

Para cada ensaio, preparou-se 5,10 litros de emulsão (volume da célula) para observar a presença de óleo livre. Deixou-a em repouso aproximadamente 30 minutos antes de cada ensaio afim de que sua estabilidade fosse observada; mediu-se o pH, encontrando valores próximos de 8,70. Para obter outros valores de pH, adicionaram-se alíquotas de NaOH ou HCl. Em seguida, foram colocados os eletrodos (previamente pesados), para logo após, a célula ser preenchida com a emulsão; ligou-se o agitador magnético a uma velocidade de 250 RPM. Finalmente, ligou-se a fonte para que a corrente elétrica fluísse nos eletrodos.

Foram tomadas alíquotas de 50 ml durante o decorrer do experimento, em regulares intervalos de tempo, sendo tomada a amostra do tempo “zero” no momento antes de ligar a fonte de tensão. Imediatamente tomada a amostra, realizaram-se análises para determinar o pH, concentração DQO, e potencial zeta.

O tempo de eletrolise foi de 90 minutos, tempo determinado em experimentos preliminares. A lama obtida na superfície da célula – mistura das espécies presentes: espécies de alumínio, óleo, e ar – foi transbordada da célula.

Após do tempo final de eletrólise, os eletrodos foram retirados e lavados com benzeno para eliminar qualquer resto de óleo e enxaguados com ácido clorídrico 1%, para eliminar qualquer impureza. Após secados, foram pesados. Determinando assim, a quantidade de alumínio dissolvido no tempo de eletrólise.

No desenvolvimento da pesquisa, trabalhamos com as seguintes variáveis:

- Densidade de Corrente elétrica ($1,11 \text{ mA.cm}^{-2}$ – $17,79 \text{ mA.cm}^{-2}$);
- Distância entre eletrodos (0.5 cm – 4.0 cm);
- pH inicial da solução (4.0 – 12.0);
- Concentração inicial de Óleo ($0,5 \text{ g.L}^{-1}$ – 10 g.L^{-1});
- Concentração inicial do eletrólito (1 g.L^{-1} – 10 g.L^{-1}).

Para determinar o efeito de cada variável no processo de eletrocoagulação usou-se o método experimental de um fator por vez, que consiste numa serie de experimentos em que são fixadas todas as variáveis, exceto a variável a ser avaliada, a descrição dos experimentos pode ser vista na tabela 5-4.

Os valores da DQO da emulsão são afetados pela presença de óleo e surfatante, já que ambas as substâncias tem componentes orgânicos. Para se ter uma maior certeza da influencia de óleo no valor da DQO da emulsão, foram realizados os dois primeiros grupos de experimentos: o primeiro (1.1 – 1.5), trabalhou-se com uma solução feita do surfatante (Oleáto de sódio) com água destilada e, o segundo (2.1 – 2.5) trabalhou-se com a emulsão. Nesses experimentos variou-se a densidade de corrente elétrica.

Os experimentos 2.1 – 2.5 foram feitos para determinar a densidade de corrente adequada para o processo de eletrocoagulação, avaliando os seguintes aspectos:

- Dissolução do eletrodo, segundo a lei de Faraday e dissolução química;
- Eficiência de consumo elétrico;
- Remoção da DQO em função do tempo.

O grupo de experimentos 3.1 – 3.5 foram realizados para avaliar a distância ótima entre as placas de eletrodos, sendo discutidos dois pontos encontrados na literatura:

- A variação da remoção do poluente com o afastamento dos eletrodos,
- A variação do consumo elétrico em função da distancia entre eletrodos.

O conjunto de experimentos 4.1 – 4.5 foram desenvolvidos para determinar o efeito do pH no processo, permitindo discutir o que se encontra na literatura:

- A variação do pH em função do tempo de eletrocoagulação;
- As espécies formadas ou produzidas dentro da célula de eletrocoagulação – aquelas que realizaram a função de coagulação e/ou floculação;
- A eficiência de remoção em função do pH.

Segundo a literatura, a faixa ideal, em que ocorre a maior remoção do poluente, fica na faixa de valores de pH 5 – 9.

Os experimentos 5.1 – 5.5 foram feitos para avaliar o efeito da concentração do óleo na emulsão, podendo afetar a estabilidade da emulsão, assim

como, o papel das espécies coagulantes dentro da célula de eletrocoagulação.

Avaliou se:

- Remoção da DQO em função do tempo com diferentes concentrações iniciais de óleo.

Os últimos experimentos 6.1 – 6.4 foram realizados para avaliar o efeito causado ao mudar a condutividade do meio, devido à adição de eletrólito (cloreto de sódio), sendo avaliado:

- O consumo elétrico de energia em função da concentração do eletrólito;
- Variação da remoção em função da concentração do eletrólito.

Tabela 5-4 Planejamento experimental

Efeito da Corrente - Oleato de Sódio					
Experimento	pH inicial	Distancia	C _o Oleo	D. Corrente	C _o Eletrolito
1.1	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	1.11 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
1.2	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	2.22 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
1.3	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
1.4	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	8.89 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
1.5	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	17.79 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
EFEITO DA DENSIDADE DE CORRENTE					
Experimento	pH inicial	Distancia	C _o Oleo	D. Corrente	C _o Eletrolito
2.1	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	1.11 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
2.2	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	2.22 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
2.3	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
2.4	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	8.89 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
2.5	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	17.79 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
EFEITO DA DISTÂNCIA ENTRE ELETRODO					
Experimento	pH inicial	Distancia	C _o Oleo	D. Corrente	C _o Eletrolito
3.1	8.7	5 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
3.2	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
3.3	8.7	15 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
3.4	8.7	20 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
3.5	8.7	40 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
EFEITO DO pH INICIAL					
Experimento	pH inicial	Distancia	C _o Oleo	D. Corrente	C _o Eletrolito
4.1	4	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
4.2	7.2	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
4.3	8	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
4.4	10.8	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
4.5	12.1	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
EFEITO DA CONCENTRAÇÃO INICIAL DO ÓLEO					
Experimento	pH inicial	Distancia	C _o Oleo	D. Corrente	C _o Eletrolito
5.1	8.7	10 mm	0.5 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
5.2	8.7	10 mm	1 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
5.3	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
5.4	8.7	10 mm	5 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
5.5	8.7	10 mm	10 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DO ELETROLITO					
Experimento	pH inicial	Distancia	C _o Oleo	D. Corrente	C _o Eletrolito
6.1	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	1 g.L ⁻¹
6.2	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	3 g.L ⁻¹
6.3	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	5 g.L ⁻¹
6.4	8.7	10 mm	3 g.L ⁻¹	4.45 mA.cm ⁻²	10 g.L ⁻¹

5.5. **Metodologia Analítica**

5.5.1. **Análise da Demanda Química de Oxigênio (DQO)**

A eficiência de remoção do óleo é feita através da medida do DQO presente na emulsão. Sua análise é feita através do Método Hach, que consiste numa digestão à 150°C com agentes oxidantes, sendo os resultados obtidos através da leitura num espectrofotômetro.

5.5.2. **Potencial Zeta**

A estabilidade da emulsão foi determinada através de medidas do potencial zeta, e, é avaliada com o decorrer do experimento, sendo tomadas alíquotas a cada 5 minutos para determinar a estabilidade da emulsão, até o momento em que ocorre a coagulação e a inversão da carga elétrica das partículas.

5.5.3. **Medição do pH**

O valor do pH foi determinado usando um pH-metro.

5.5.4. **Alumínio dissolvido**

A quantidade de alumínio dissolvido no experimento foi determinada por diferença de pesos dos eletrodos, antes e depois da experiência.