

## 4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Inicialmente foram realizadas algumas determinações para avaliar o efeito da concentração de *KCl* na mobilidade eletroforética das partículas de hidróxido de cromo para a determinação do seu ponto isoelétrico (PIE). Posteriormente, foram realizados testes tanto na presença de íons  $\text{Cr}^{3+}$  como na de coletor dodecilsulfato de sódio (DSS) em diferentes concentrações com o objetivo de identificar e avaliar suas influências no potencial zeta das partículas de hidróxido de cromo.

### 4.1. Determinação do Potencial Zeta do $\text{Cr}(\text{OH})_3$

#### 4.1.1. Materiais

Para as medidas de potencial zeta, obteve-se o  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ , fazendo sua precipitação a partir de uma solução de cloreto de cromo hexahidratado ( $\text{Cr}.\text{Cl}_3.6\text{H}_2\text{O}$ ) 0,1M, com adição de  $\text{NaOH}$  1M, até alcançar  $\text{pH}=8$ , mantendo a solução agitada num agitador magnético (Fisaton) e obter o  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  totalmente precipitado.

Após as etapas acima citadas, houve a filtração da solução, com posterior lavagem do precipitado com água destilada e deionizada. Foi utilizado  $\text{AgNO}_3$  0,1M para garantir a ausência de espécies contaminantes no precipitado.

A secagem do precipitado se deu a uma temperatura de  $60\text{ }^\circ\text{C}$  na estufa (ICAMC, modelo 3), para sua posterior cominuição e homogeneização.

Como eletrólito indiferente empregou-se cloreto de potássio ( $\text{KCl}$ ), enquanto que a influência do coletor no potencial zeta das partículas de  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  foi avaliada mediante a utilização de dodecilsulfato de sódio (DSS-  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaOS}$ , Merck).

Para a regulação do pH, foram empregados ácido clorídrico (HCl:0,02 e 2M) e hidróxido de potássio (KOH:0,01 e 0,1 %).

Para o preparo das soluções utilizou-se água destilada e deionizada.

#### **4.1.2. Aparelhagem**

Os equipamentos usados nos estudos de potencial zeta estão listados a seguir:

- Aparelho Zeta Máster- Malvern Instruments, equipado com um microprocessador.
- Agitador Magnético, IKAMAG – RET.
- Medidor de pH: pHmetro Digimed, modelo DM-20.
- Estufa: ICAMC, modelo 3.

#### **4.1.3. Metodologia Experimental**

Inicialmente procedeu-se ao aquecimento do equipamento, seguido da preparação da amostra, para a medição do potencial zeta.

Nos ensaios para a medição do potencial zeta, condicionou-se 0,1 g. de  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ , previamente preparado com 80 mL de solução de KCl ( $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$  M), durante cinco minutos. O ajuste do valor de pH foi feito com o auxílio de base (hidróxido de potássio, KOH), para a faixa desejada. As medidas de potencial zeta foram geradas retirando-se 30 ml da suspensão e introduzida no equipamento com o auxílio de uma seringa . O valor de potencial zeta registrado representa a média de 10 valores medidos pelo aparelho o qual calcula a mobilidade eletroforética das partículas e converte esta para potencial zeta mediante a equação de Smoluchowski.

Finalmente curvas de potencial zeta são construídas em função do pH para a determinação do ponto isoelétrico (PIE) do  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  e avaliar a influência da concentração de coletor aniônico (dodecilsulfato de sódio - DSS) e dos íons  $\text{Cr}^{3+}$  .

## 4.2. Ensaio de Flotação de Precipitados

### 4.2.1. Materiais e Equipamentos

A linha experimental dos ensaios de flotação de precipitados realizados por ar disperso é apresentada na **Figura 14**.

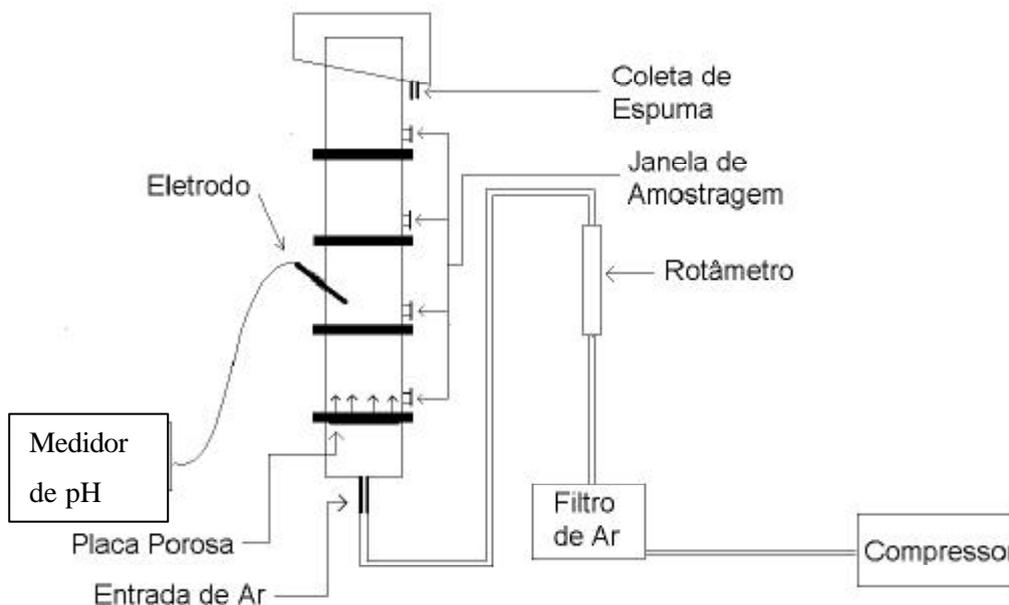


Figura 14 - Linha de Montagem da Coluna de Flotação

Os ensaios de flotação de precipitados foram realizados em uma coluna de flotação feita em acrílico com as seguintes dimensões: 0,95 m de altura e diâmetro interno igual a 5,7 cm, constituída de cinco partes desmontáveis. A coluna foi construída de modo a permitir que alíquotas pudessem ser retiradas de qualquer ponto e com uma entrada para o eletrodo de pH de forma a controlar o pH durante todo o ensaio.

Na parte superior da coluna foi adaptado um recipiente, também em acrílico, com o objetivo de suportar melhor a espuma gerada, com adaptação para drenagem da mesma.

Em seu segundo flange foi colocada uma torneira de vidro, para que se tornasse possível a drenagem da solução, sem que a coluna precisasse ser aberta.

De acordo com suas dimensões, a coluna de flotação possui um volume interno suficiente para a realização de teste com soluções de um litro, ainda contando com a formação de uma grande coluna de espuma.

O ar foi utilizado como fase gasosa e gerado através de um compressor. Para a geração de bolhas foi utilizada uma placa de vidro sinterizado porosa (porosidade 4/10-15  $\mu\text{m}$ ) e a vazão de ar foi controlada por um rotâmetro. A calibração do rotâmetro consistiu no tempo que a bolha levou para deslocar um volume de 60 ml num cilindro graduado (fluxímetro). A curva de calibração encontra-se no anexo.

Os reagentes utilizados para a preparação das soluções para os ensaios de flotação de precipitados foram:

- **Fonte do íon coligante  $\text{Cr}^{3+}$ :** Cloreto de Cromo Hexahidratado ( $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), puríssimo, Vetec;
- **Coletor:** Dodecilsulfato de Sódio (DSS -  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$ ), Merck; como coletor aniônico;
- **Espumante:** Etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), 95% P.A., Reagen;
- **Reguladores do pH:** Ácido Clorídrico (HCl, 0,1 M) e hidróxido de sódio P.A. (NaOH, 0,1M);
- **Acidificação de amostras e soluções:** Ácido Nítrico, 65% P.A., Vetec.

Todas as soluções foram preparadas com água destilada e deionizada.

Depois de cada experimento foi realizada a drenagem da solução teste e lavagem da coluna e da placa porosa com água da torneira para retirar o excesso da solução teste, enxaguadas com uma solução de HCl (10%) de forma a decompor qualquer complexo metal-dodecilsulfato aderido à parede e à placa e enxaguados com água destilada e deionizada.

#### 4.2.2.

### Metodologia Experimental dos Testes de Flotação de Precipitados

#### 4.2.2.1.

#### Preparo das Soluções Sintéticas

Foram preparadas soluções estoque de  $\text{Cr}^{3+}$  (0,05M) e do coletor (DSS-0,01M). Para cada ensaio, a solução teste foi preparada combinando as soluções estoque de coletor, do sal do metal, e quantidade necessária de espumante de acordo com as condições desejadas de cada experimento, e água destilada para fazer um litro de solução. Todas as soluções teste continham  $0,5 \times 10^{-4}$  M de íons  $\text{Cr}^{3+}$ . O pH da solução foi ajustado para 8, e a solução foi condicionada por meio de um agitador magnético (marca-Fisatom) por um período de 15 minutos. Após o condicionamento, o pH, quando necessário, foi novamente ajustado.

#### 4.2.2.2.

#### Testes de Flotação de Precipitados

A solução foi, então, introduzida na coluna de flotação promovendo imediatamente a passagem de ar pela solução na vazão desejada, tornando-se turva a solução devido à ascensão das bolhas. Ocorreu, então, a formação de uma camada de espuma no topo da solução, criando uma interface bem distinta entre a solução e a espuma.

Inicialmente o tempo de flotação foi de 90 minutos e as alíquotas foram retiradas nos tempos de 0, 5, 15, 20, 30, 60 e 90 minutos, através da janela de amostragem. O armazenamento das amostras foi feito em frascos de plástico, em pH abaixo de 4, realizando-se a acidificação do meio com ácido nítrico concentrado.

A remoção do metal em determinado tempo de flotação foi calculada baseando-se na concentração inicial do íon metálico, isto é:

$$R(\%) = \left( 1 - \frac{C_f}{C_0} \right) \times 100 \quad (28)$$

Onde:

$C_f$ : Concentração final do íon metálico

$C_0$ : Concentração inicial do íon metálico

$R(\%)$ : Remoção de cromo

### **4.2.3. Caracterização das Amostras**

As amostras foram analisadas por Espectrometria por Plasma Acoplado (ICP) para verificar a concentração residual do cromo e, por conseguinte, a percentagem de remoção deste metal.

Neste trabalho, o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) foi utilizado para investigar a morfologia do precipitado obtido no topo da espuma e a Espectroscopia de Energia Dispersiva de raios-X (EDS) foi empregada para analisar qualitativamente sua composição.

A preparação das amostras consistiu em retirar com um bastão de vidro o precipitado formado no topo da espuma, colocá-lo em uma placa de vidro e deixá-lo secando dentro de um dessecador, a vácuo. Estes substratos foram então submetidos a deposição de ouro e, em seguida, analisados no MEV/EDS.