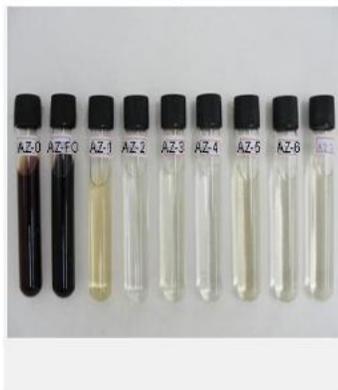


## Degradação de Resíduo de Azometina-H por Reagente Fenton Solar

Barros, E.S.<sup>1</sup>, Jonson, C.M.<sup>2</sup>, Figueiredo, R.M.C.<sup>1</sup>, Souza, I.A.<sup>1</sup>, Souza, R. C.<sup>3</sup>, Silva, P.T.S.<sup>1</sup> (1) Embrapa Semiárido, BR 428, km 152- Zona Rural - Caixa Postal 23-Petrolina, PE, Brasil (2) Embrapa Meio Ambiente, Rod SP 340 Km 127,5, Jaguariuna -SP, Brasil (3) Univasf, Rodovia BR 407, 12 Lote 543 - Projeto de Irrigação



The azomethine-H colorimetric reagent is widely used in the quantification of the boron. Due to its toxicity to aquatic organisms, it is essential to properly dispose of their waste. A viable alternative is the advanced oxidation process (AOP). Thus, the aim of this study was to evaluate the use of solar Fenton process in the degradation of waste azomethine-H. The variables studied were: concentration of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (823 e 1640 mmol) and exposure to sunlight (20 and 40h). The degradation was evaluated by chemical oxygen demand (COD) removal, spectrophotometric scanning and toxicity test with microcrustaceans. The optimal conditions for the decolorization and COD removal (87,4%) were determined as 1640 mmol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and 40h. However there was no reduction of the toxicity of the waste.

### Introdução

A azometina-H é o método mais utilizado na análise de Boro em águas naturais, solos e plantas [1]. Esse método baseia-se na formação de um complexo colorido amarelo, produtos da reação do ácido bórico com a azometina-H e quanto maior a concentração de boro na matriz maior intensidade da coloração no máximo de absorvância de 420 nm.

Apesar de ser método muito empregado, existe uma grande preocupação com o resíduo gerado pelas análises devido ao alto teor de matéria orgânica e de sua coloração intensa.

A Embrapa Semiárido vem praticando um programa de gerenciamento de seus resíduos, desenvolvendo procedimentos de baixo custo para tratar resíduos aquosos contaminados com compostos orgânicos potencialmente tóxicos.

Para os resíduos da análise de Boro foi proposto o uso dos Processos Oxidativos Avançados (POA). O POA baseia-se na formação de radicais hidroxilas (OH), altamente oxidantes e capazes de reagir com praticamente todas as classes de compostos orgânicos [2], [3] e [4]. Os POA vêm sendo empregados como uma alternativa de tratamento para os resíduos, principalmente aqueles com alta carga orgânica, como, por exemplo, os resíduos provenientes das análises espectrofotométricas [5]. A grande vantagem é que se trata de um processo destrutivo, no qual o contaminante é degradado através de reações químicas, ou seja, o contaminante não é simplesmente transferido de fase, como na separação por carvão ativado, filtração, tratamentos físico-químicos, mas sim degradado através de uma série de reações químicas, resumidas na equação apresentada abaixo [6].



O POA merece destaque por causa da sua eficiência na degradação de inúmeros compostos

orgânicos, custo operacional baixo e fácil execução. Entre os principais processos oxidativos utilizados, pode-se destacar a fotólise direta (UV) e a interação do sistema UV/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (radiação UV com adição de peróxido de hidrogênio) [6] e [7].

Sendo assim, o objetivo desse trabalho foi avaliar o uso do processo Fenton Solar na degradação dos resíduos gerados pela análise de Boro em plantas e solo pelo método da Azometina-H.

### Materiais e Métodos

Os experimentos foram conduzidos em béquer de 250 ml, adicionando 70 ml do resíduo de azometina-H proveniente da análise de Boro. Os ensaios foram realizados na forma de planejamento fatorial 2<sup>2</sup> mais três pontos centrais, perfazendo sete ensaios, e as variáveis estudadas foram: concentração de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (823 e 1640 mmol) e tempo de exposição a luz solar (20 e 40h). Em todos os ensaios foram adicionados 0,28g de Fe<sup>2+</sup> e o pH foi ajustado para 2,0. Além desses ensaios, foi realizado também um experimento com a fotólise. Após completar o tempo, a reação foi interrompida com adição de um cristal de tiosulfato de sódio e os resíduos foram filtrados e armazenados para posterior varredura no espectro (200 à 1000 nm) e análise da DQO para cada ensaio.

Além dessas análises, foi realizado bioensaio de toxicidade aguda com *Artemia salina* (48h de vida/pós eclosão) com os ensaios que apresentaram maior eficiência de remoção de DQO, após correção da salinidade e pH 6,5, de acordo com o método proposto por Vanhaecke [8].

### Resultados e Discussão

Seguindo o planejamento fatorial, foram realizadas vários ensaios a fim de determinar a condição que produziu maior eficiência de remoção de DQO. Na Tabela 1, encontra-se os resultados obtidos do

planejamento fatorial 2<sup>2</sup>. No ensaio 4, foi observado maior remoção de DQO (1640 mmol H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 40h) com 87,4%. A amostra bruta a concentração da DQO foi de 159000 mg/l.

**Tabela 1. Porcentagem de remoção de DQO do resíduos de azometina-H submetidos ao tratamento Fenton Solar**

Ensaio	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (mmol)	t(h)	% remoção de DQO
Bruto	-	-	-
Fotólise	-	-	0
1	823	20	0
2	1640	20	78,6
3	823	40	30,8
4	1640	40	87,4
5	1231,5	30	50,0
6	1231,5	30	62,5

Dentre as variáveis estudadas, observa-se que a concentração de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> foi significativa em relação a remoção da DQO (Tabela 2). O aumento da concentração de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> favoreceu a maior remoção da DQO. Já o tempo não teve efeito significativo, embora observa-se na tabela 1, que a remoção da DQO em todos os ensaios, foi mais eficiente para o tempo de 40h.

**Tabela 2. Estimativa dos efeitos e desvio sobre a remoção da DQO**

Variáveis	Efeito	Desvio padrão
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	<b>67,6</b>	<b>8,5</b>
t	19,8	8,5
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> XT	-1,1	8,5

**Obs. o texto negrito significa que a variável foi significativa**

Observou-se uma grande mudança da cor em todos os ensaios empregando o reagente Fenton Solar, principalmente no ensaio AZ-4, podendo ser comprovado também na Figura 1. Em todos os ensaios não foi observado a formação de resíduos sólidos.

### Conclusões

O reagente Fenton Solar mostrou-se eficiente na degradação dos resíduos de azometina, como observado nas análises de DQO e espectro de varredura, além da remoção de cor. Quanto a toxicidade não ocorreu redução pelo bioensaio com *Artemia salina*, embora não existe dado disponível de toxicidade para esta substância.

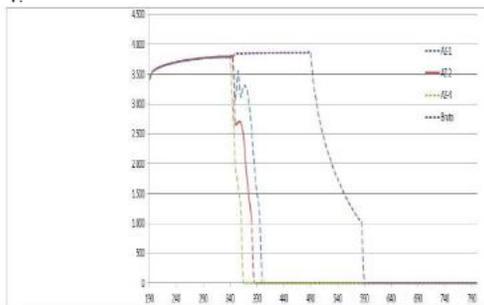
### Agradecimentos

Embrapa Semiárido e FACEPE.

### Referências

- [1] H. Matsuo, Y. Miyazaki, H. Takemura, S. Matsuoka, H. Sakashita, K. Yoshimura, Polyhedron, 23 (2004), 955.
- [2] S. Chiron, A. Fernandez-Alba, A. Rodrigues, E. Garcia-Calvo, Water Research, 34 (2000) 366.
- [3] C. Benatti, C. Tavares, T. Guedes, Journal of Environmental Management, 80 (2006), 66.
- [4] L. Hu, H. Feng, Y. Long, Y. Zheng, C. Fang, D. Shen, Waste Management, 31(2011), 124.
- [5] P. Silva, E. Barros, R. Figueiredo, A. Figueiredo Neto, D. Coelho, Comunicado Técnico: Embrapa Semiárido, 149 2012,4.
- [6] C. Teixeira, W. Jardim, Processos oxidativos avançados: conceitos teóricos, Campinas: UNICAMP, 2004, 3.
- [7] R. Micaroni, Gestão de resíduos em laboratórios do Instituto de Química da UNICAMP. 2002. 120 f. Tese (Doutorado em Ciências) – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas.
- [8] P. Vanhaecke, Ecotoxicology and environmental safety, 5 (1981) ,382.

Foi realizado também, comparação entre os espectros obtidos pela varredura da amostra bruta e os ensaios 1 (AZ-1), 2 (AZ-2) e 4 (AZ-4), Figura 1.



**Figura 1- Varredura do espectro realizada entre os comprimentos de onda de 200 e 800 nm em amostra de resíduo de azometina: Bruto, AZ-1, AZ-2 e AZ-4.**

Observa-se um estreitamento da banda de absorção nos ensaios submetidos ao processo Fenton Solar quando comparada a amostra bruta, indicando que houve a degradação dos compostos, remoção de cor, comprovando a eficiência do processo.

Em relação a toxicidade aguda, observou-se que não houve redução pelo bioensaio empregando *Artemia salina*. Para a amostra bruta foi encontrado um CE<sub>50</sub> de 10,71 e para o ensaio 4 (AZ-4) de 11,96. Esse mesmo comportamento foi observado no trabalho de Perez et al [9], em que não houve diferença da toxicidade do 2 clorofenol e seus subprodutos.

[9] M. Perez-Moya, *Catalysis Today*, 124 (2007),163.