



II-537 - PROPOSTA DE METODOLOGIA PARA DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS SUSPENSOS TOTAIS (SST), PARA SISTEMAS DE TRATAMENTO BIOLÓGICO DE ÁGUAS RESIDUÁRIAS, UTILIZANDO MICROONDAS

Cristiane P. Zdradek⁽¹⁾

Engenheira Química pela Fundação Universidade do Rio Grande (FURG). Mestre em Engenharia de Alimentos pela Fundação Universidade do Rio Grande (FURG). Doutora em Engenharia Química pela Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

Jaqueline T. da Silva⁽²⁾

Graduanda pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo no Curso de Tecnologia

Hugo M. Soares⁽³⁾

Doutorado em Engenharia Ambiental pela University of Massachusetts, Estados Unidos. Pós-Doutorado pelo Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Alemanha. Professor Associado da Universidade Federal de Santa Catarina.

Willibaldo S. Netto⁽⁴⁾

Doutorado em Engenharia Química pela Universidade de São Paulo. Pós-Doutorado pelo Station de Génie Microbiologique Inra Dijon, França. Livre Docência pela Universidade de São Paulo.

Endereço⁽¹⁾: Rua Milton Manoel, 320 – Jardim Camburi - Vitória – ES - CEP: 29090-110 - Brasil - Tel: (27) 8813-5527 - e-mail: criszdradek@ifes.edu.br

RESUMO

A metodologia para a determinação de Sólidos Suspenso Totais (SST) considerada como referência na análise de sólidos de água e esgoto - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater – utiliza o método gravimétrico, no qual a concentração celular é quantificada através de seu peso seco. Entretanto, essa técnica demanda elevado tempo para a determinação de SST, quando utilizada, por exemplo, para o acompanhamento do crescimento microbiano em tanques de tratamento. Dessa maneira, o presente trabalho propõe a utilização do forno de microondas como uma alternativa ao emprego da estufa. A metodologia baseia-se em secar as amostras por 15 minutos à 180 Watts de potência. Os ensaios foram realizados em papel filtro comum em membrana Millipore 0,45 µm, utilizando 20 mL de amostras, cujas concentrações giraram em torno de 3,0, 1,5 e 0,75 gSST.L⁻¹. Para todos os conjuntos foi utilizado papel qualitativo e membrana Millipore 0,45µm, para secagem tanto em estufa quanto microondas. Os resultados mostraram que não houve diferenças expressivas para um mesmo conjunto de amostras submetidas à secagem em microondas e estufa. Também não foram encontradas diferenças entre a utilização do papel qualitativo e membrana Millipore. Portanto, a coerência entre os resultados apresentados e os baixos valores do desvio padrão mostrou que é possível utilizar o microondas em substituição a estufa.

PALAVRAS-CHAVE: Sólidos Suspensos Totais, Estufa, Microondas.

INTRODUÇÃO

Os crescentes casos de recursos hídricos poluídos por águas servidas têm justificado o aumento de estudos mais aprofundados em tecnologias de tratamento de efluentes industriais e domésticos (PIVELI, 2005). Dentre essas tecnologias, todas aquelas que envolvem tratamento biológico que necessite de acompanhamento de biomassa, necessitam realizar ensaios de determinação de sólidos suspensos totais (SST).

De acordo com Von Sperling (2005), os SST que estão presentes principalmente no lodo de esgoto, correspondem à "... fração de sólidos orgânicos e inorgânicos que são retidos em filtro de papel com aberturas de dimensões padronizadas (0,45 a 40µm)" (p. 87). Além disso, outros autores acrescentam que esses sólidos podem ser divididos em orgânicos (ou voláteis) e inorgânicos (ou fixos), solúveis e insolúveis e, finalmente, sedimentáveis e não sedimentáveis (BENTO, 2005; BRAGA *et al*, 2002; SCHMIDELL, 2007).

Uma das formas de se aumentar a eficácia do tratamento de águas residuárias é pelo aumento de biomassa no sistema. Para tanto, é necessário um monitoramento desta biomassa nos tanques de tratamento, a fim de



expressar os resultados em termos de velocidades de crescimento celular e de consumo dos substratos, o que permite quantificar o estado fisiológico das células envolvidas no processo (VON SERPLING, 2005). Este monitoramento pode ser feito através da determinação dos SST, que fornece uma estimativa da quantidade de células presentes na biomassa medida.

Todavia, a metodologia clássica de determinação de SST faz uso do método gravimétrico, em que a concentração celular é quantificada após secagem em estufa, ou seja, por meio de seu peso seco (APHA, 1995), exigindo um longo tempo de operação (podendo chegar a 24 horas de análise para a obtenção dos primeiros resultados). Isso dificulta o acompanhamento do crescimento microbiano nos tanques de tratamento, bem como as eventuais ações necessárias para a verificação de correções no processo em andamento.

No presente trabalho sugere-se uma metodologia que permita a obtenção de resultados em apenas alguns minutos, na qual será utilizado o forno de microondas em substituição à estufa. Como dito anteriormente esta metodologia mostra-se da mais alta aplicabilidade para este e outros setores da biotecnologia como, por exemplo, em sistemas de tratamento de efluentes, em que a determinação de sólidos e, em particular, a de sólidos voláteis é freqüentemente tida como a concentração de células presentes no sistema, garantindo um monitoramento mais explícito quanto à eficácia do processo de tratamento do esgoto e águas residuárias em geral (SCHMIDELL, 2007).

Diante do apresentado o objetivo geral do projeto consistiu em avaliar a substituição da estufa pelo forno de microondas na metodologia de determinação de sólidos suspensos totais (SST) para o acompanhamento da biomassa de qualquer sistema de tratamento de águas residuárias. Para tanto se fez um comparativo entre o uso de papel filtro comum e de membrana Millipore 0,45 μm no processo de secagem utilizando estufa e microondas, utilizando diferentes concentrações celulares nas determinações em microondas utilizando papel filtro comum e membrana Millipore.

MATERIAIS E MÉTODOS

AMOSTRAS

As amostras foram coletadas na estação de tratamento de esgotos local CESAN – Companhia Espírito Santense de Saneamento, situada no município de Vitória – ES. Para a realização dos ensaios fizeram-se diluições, a partir da amostra coletada, no laboratório de Química Aplicada do CEFETES – Centro Federal de Educação Tecnológica do Espírito Santo, de forma a ter-se concentrações de sólidos suspensos totais em torno de 3,0 g/L, 1,5 g/L e 0,75 g/L. As amostras foram armazenadas sob refrigeração a 4 °C.

MATERIAIS

Para o desenvolvimento do trabalho os seguintes materiais e equipamentos foram utilizados: Sistema para filtração a vácuo; Membrana Millipore de 0,45 μm ; papel filtro comum qualitativo; estufa e forno Microondas;

METODOLOGIA PARA CALIBRAÇÃO DO MICROONDAS

De acordo com Rajj (2001,p.238), o forno microondas deve ser calibrado para ter o conhecimento da potência do equipamento, uma vez que caso seja diferente das especificadas na metodologia a recomendação dos tempos de aquecimento não poderá ser aplicada. Dessa forma, o procedimento usado na calibração segue o seguinte procedimento:

- Colocar 1000g de água em um béquer;
- Medir a temperatura, que dever estar entre 19 e 25°C;
- Colocar o béquer no centro do microondas;
- Ligar o aparelho por dois minutos a uma potência máxima (100%);
- Remover o béquer, agitar a água e medir novamente a temperatura.
- Fazer o cálculo da potência com seguinte fórmula:



$$\text{Pot} = \frac{\text{Cp} \cdot \text{m} \cdot \Delta\text{T}}{\text{t}}$$

equação (1)

Sendo:

Pot: potência (W)

Cp: capacidade térmica ou calor específico da água (4,184J g⁻¹ °C)

m: massa (g)

ΔT: temperatura final menos a temperatura inicial da água (°C)

t: tempo em segundos

DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE SECAGEM DAS AMOSTRAS NA ESTUFA

A metodologia APHA (1995) diz que as amostras devem permanecer em estufa a 103-105°C por 24 horas ou até peso constante. Dessa forma, secou-se o papel filtro comum em estufa até obter seu peso constante. O procedimento é descrito a seguir:

- Pesaram-se cinco amostras de papel filtro comum, devidamente identificada, em balança analítica;
 - Secaram-se as amostras em estufa por 1h a 105°C;
 - Acondicionaram-se as amostras por 15min em dessecador;
 - Pesaram-se novamente as amostras;
 - Novamente as amostras foram levadas à estufa por 1h e em seguida pesadas;
 - Repetiu-se esse procedimento até encontrar o peso constante e determinar o tempo de secagem na estufa.
- Esses ensaios foram realizados com papel filtro comum, no entanto, optou-se em utilizar o mesmo tempo de secagem em estufa para membranas Millipore.

MÉTODO DE SECAGEM DAS AMOSTRAS EM ESTUFA APÓS DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE SECAGEM

- Homogeneizou-se a amostra
- Retirou-se alíquota de 20 mL com pipeta volumétrica;
- Realizou-se filtração a vácuo em dez amostras de papel filtro comum e dez de membranas Millipore devidamente identificadas;
- Secou-se em estufa pelo tempo determinado no item anterior;
- Acondicionaram-se as amostras por 15 minutos em dessecador;
- Pesou-se novamente após a secagem;
- Calculou-se a concentração de SST.

MÉTODO DE SECAGEM DAS AMOSTRAS EM MICROONDAS

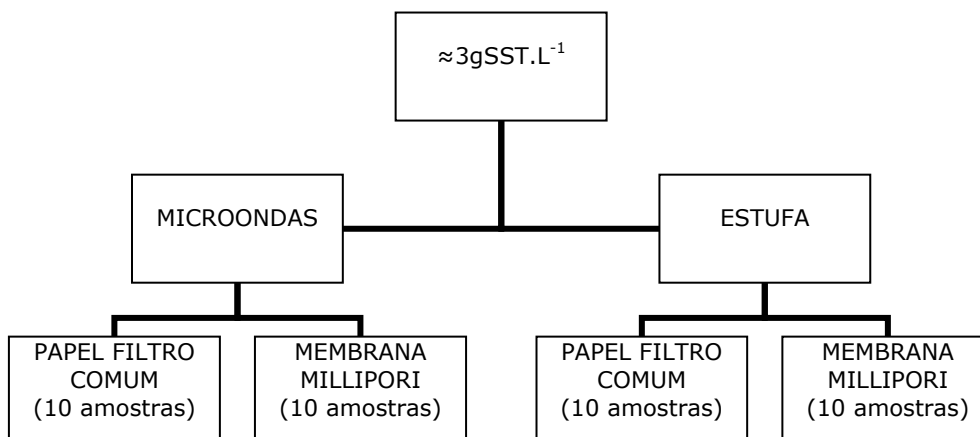
- Homogeneizou-se a amostra;
- Retiraram-se alíquotas de 20 mL com pipeta volumétrica;
- Realizaram-se filtrações a vácuo em dez amostras de papel filtro comum e dez de membranas Millipore devidamente identificadas;
- Secaram-se as amostras em microondas ajustado na potência de 180 watts (aproximadamente 30% da potência), por 15 minutos;
- Acondicionaram-se as amostras por 15 minutos em dessecador;
- Pesou-se novamente após a secagem;
- Calculou-se a concentração de SST.

Assim sendo, os experimentos foram divididos em três grupos principais que correspondem às três concentrações desejadas (em torno de 3gSST/L, 1,5 gSST/L e 0,75 gSST/L), que se subdividiram em dois grupos que são o local de secagem (estufa e microondas) e cada um destes em outros dois grupos que correspondem ao meio filtrante (papel filtro comum e membranas Millipore).

A Figura 1 mostra a organização dos ensaios realizados nas concentrações de 3,0 gSST/L, a fim de avaliar o comportamento das amostras com as distintas concentrações de lodo de esgoto, efetuando-se o cálculo do valor médio e do desvio padrão para cada situação. Cabe salientar que o mesmo esquema foi feito para as concentrações de 1,5 gSST/L e 0,75 gSST/L.



Figura 1: Ensaios em microondas e estufa para as amostras com concentração em torno de 3gSST/L.



RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO DO MICROONDAS

A Calibração do forno microondas foi efetuada conforme descrito anteriormente e o cálculo aplicando a equação 1. Seguindo-se a metodologia em triplicata, obtiveram-se os resultados apresentados na Tabela 1:

Tabela 1 – Resultados da Calibração do Microondas:

Cálculo da Potência	Média da Potência
$Pot_1 = 627,613 \text{ W}$ $Pot_2 = 557,883 \text{ W}$ $Pot_3 = 557,872 \text{ W}$	$Pot_{final} = \frac{627,613 + 557,883 + 557,872}{3} = 581,123 \text{ W}$

A Tabela 2 apresenta a equivalência da potência do forno de microondas utilizada em porcentagem.

Tabela 2. Equivalência da potência do forno microondas utilizado em porcentagem.

Equivalência da potência em porcentagem	
100% - 581,123 W	50% - 290,561 W
90% - 523,010 W	40% - 232,449 W
80% - 464,898 W	30% - 174,337 W
70% - 406,786 W	20% - 11,225 W
60% - 348,673 W	10% - 58,112 W

Realizada a calibração do forno microondas foi escolhida a potência de 174,337 (30%) watts, pois é a que está mais próxima de 180 watts, como determina a metodologia usada por Olson & Nielsen (1997).

RESULTADOS DA DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE SECAGEM EM ESTUFA

Um lote com 10 amostras utilizando papel filtro comum e membranas Millipore foram levadas à estufa para obtenção do peso constante, conforme descrito anteriormente. Através destes dados foi possível chegar a um tempo de 3 horas em estufa para a secagem das amostras. A partir destes dados utilizou-se o tempo de 3 horas quando as demais amostras foram secas em estufa e assim comparadas com os dados obtidos em microondas.



RESULTADOS DA COMPARAÇÃO DO PESO SECO DAS AMOSTRAS OBTIDAS POR SECAGEM EM MICROONDAS E POR ESTUFA

Os resultados apresentados a seguir são relativos à comparação do peso seco das amostras obtidas por secagem em microondas e estufa, para as amostras coletadas num mesmo momento na estação de tratamento de esgoto local, conforme citado anteriormente. Cabe salientar que o levantamento dos dados é realizado em triplicata, tanto para as amostras secas em estufa ou microondas, com papel filtro comum ou Membrana Millipore.

A Tabela 3 apresenta um conjunto de dados referentes às amostras, secas em microondas e estufa, cuja concentração de sólidos suspensos totais (SST) variou em torno de 3,0 g/L.

Tabela 3 – Comparação entre as amostras, referentes a coleta 1, secas em microondas e estufa para concentração em torno de 3,0 g/L.

Amostras	Estufa		Microondas	
	PFC	MM	PFC	MM
1	3,00	2,89	2,96	2,89
2	2,92	2,90	2,76	2,86
3	3,09	2,73	2,83	2,86
4	2,89	2,89	2,84	2,86
5	2,96	2,97	2,83	2,93
6	3,00	2,95	2,92	2,84
7	2,83	2,84	3,00	2,90
8	2,85	2,94	2,97	2,76
9	2,94	2,86	2,91	2,86
10	2,89	2,85	2,79	2,80
Média	2,93	2,88	2,88	2,86
Desvio Padrão	0,08	0,07	0,08	0,05

PFC: papel filtro comum; MM: membrana Millipore

A Tabela 4 apresenta um conjunto de dados referentes às amostras, secas em microondas e estufa, cuja concentração de sólidos suspensos totais (SST) variou em torno de 1,5 g/L.

Tabela 4 – Comparação entre as amostras, referentes a coleta 1, secas em microondas e estufa para concentração em torno de 1,5 g/L.

Amostras	Estufa		Microondas	
	PFC	MM	PFC	MM
1	1,47	1,40	1,51	1,5
2	1,45	1,43	1,43	1,43
3	1,57	1,42	1,51	1,42
4	1,51	1,40	1,52	1,40
5	1,56	1,53	1,50	1,50
6	1,47	1,54	1,47	1,51
7	1,46	1,51	1,45	1,52
8	1,40	1,51	1,43	1,51
9	1,54	1,44	1,57	1,45
10	1,56	1,45	1,48	1,43
Média	1,50	1,46	1,49	1,47
Desvio Padrão	0,06	0,05	0,04	0,05

PFC: papel filtro comum; MM: membrana Millipore

A Tabela 5 apresenta um conjunto de dados referentes às amostras, secas em microondas e estufa, cuja concentração de sólidos suspensos totais (SST) variou em torno de 0,75 g/L.



Tabela 5 – Comparação entre as amostras, referentes a coleta 1, secas em microondas e estufa para concentração em torno de 0,75 g/L.

Amostras	Estufa		Microondas	
	PFC	MM	PFC	MM
1	0,75	0,78	0,68	0,72
2	0,71	0,7	0,75	0,73
3	0,69	0,75	0,75	0,75
4	0,73	0,71	0,77	0,75
5	0,75	0,75	0,69	0,67
6	0,7	0,75	0,72	0,68
7	0,67	0,68	0,75	0,74
8	0,63	0,75	0,71	0,74
9	0,77	0,67	0,70	0,71
10	0,65	0,72	0,68	0,72
Média	0,71	0,73	0,72	0,72
Desvio Padrão	0,05	0,04	0,03	0,03

PFC: papel filtro comum; MM: membrana Millipore

A partir dos dados apresentados nas Tabela 3, 4 e 5 é possível perceber que não há diferença entre as amostras secas em microondas e estufa e que também o uso de papel filtro comum ou membranas Millipore não parece estar afetando os resultados.

Para uma maior abrangência da utilização desta metodologia e a fim de avaliar a influência da tomada de amostra em diferentes momentos, repetiram-se as secagens mostradas acima para grupos de diferentes amostras obtidas ao longo do período de realização do presente trabalho.

Na Tabela 6, 7 e 8 são apresentados os resultados da comparação entre as amostras secas em microondas e estufa para uma segunda coleta de amostra. Estas amostras foram tratadas da mesma forma que as anteriores e as concentrações giraram em torno das concentrações de 3,0, 1,5 e 0,75 g/L.

Tabela 6 – Comparação entre as amostras, referentes à coleta 2, secas em microondas e estufa para concentração em torno de 3,0 g/L.

Amostras	Estufa		Microondas	
	PFC	MM	PFC	MM
1	2,80	3,10	2,89	2,98
2	3,30	3,10	2,78	2,89
3	2,60	3,00	2,95	3,10
4	2,50	2,60	3,00	3,00
5	2,90	2,50	2,87	2,95
6	3,00	2,90	2,75	2,89
7	3,00	2,70	2,86	2,78
8	2,70	2,75	2,78	2,95
9	2,60	2,86	3,25	2,89
10	2,90	2,98	3,15	2,94
Média	2,83	2,85	2,93	2,94
Desvio Padrão	0,24	0,21	0,16	0,08

PFC: papel filtro comum; MM: membrana Millipore



Tabela 7 – Comparação entre as amostras, referentes à coleta 2, secas em microondas e estufa para concentração em torno de 3,0 g/L.

Amostras	Estufa		Microondas	
	PFC	MM	PFC	MM
1	1,51	1,40	1,51	1,57
2	1,43	1,43	1,43	1,47
3	1,51	1,42	1,51	1,52
4	1,50	1,40	1,52	1,40
5	1,43	1,47	1,50	1,50
6	1,42	1,45	1,47	1,51
7	1,46	1,57	1,45	1,43
8	1,46	1,56	1,43	1,42
9	1,52	1,47	1,57	1,51
10	1,53	1,45	1,48	1,45
Média	1,48	1,46	1,49	1,48
Desvio Padrão	0,04	0,06	0,04	0,05

PFC: papel filtro comum; MM: membrana Millipore

Tabela 8 – Comparação entre as amostras, referentes à coleta 2, secas em microondas e estufa para concentração em torno de 3,0 g/L.

Amostras	Estufa		Microondas	
	PFC	MM	PFC	MM
1	0,72	0,67	0,78	0,70
2	0,73	0,72	0,71	0,63
3	0,72	0,74	0,70	0,75
4	0,75	0,71	0,68	0,71
5	0,75	0,68	0,75	0,75
6	0,77	0,73	0,75	0,68
7	0,69	0,75	0,75	0,71
8	0,68	0,70	0,67	0,69
9	0,74	0,67	0,75	0,77
10	0,72	0,75	0,65	0,65
Média	0,73	0,71	0,72	0,70
Desvio Padrão	0,03	0,03	0,04	0,04

PFC: papel filtro comum; MM: membrana Millipore

Através dos resultados obtidos é possível perceber que não ocorreram diferenças significativas entre as amostras secas em estufa ou em microondas, e também as secas em papel filtro comum e Membrana Millipore, mesmo para amostras coletadas em períodos diferentes. Outro dado que pode ser observado é que a diluição das amostras não parece ter influenciado o resultado. Não foi encontrado aumento significativo na resposta com o aumento da diluição.

CONCLUSÕES

Com base no trabalho realizado, concluiu-se que:

Os dados apresentados mostram a possibilidade de se substituir uma metodologia que despende um tempo maior por uma mais rápida e também poder-se optar pela utilização do papel filtro comum ao invés das membranas que são caras.

A diluição das amostras não mostrou influência sobre o resultado, apresentando baixo desvio padrão, desta forma a metodologia pode ser utilizada para amostras com baixa concentração celular.

A coleta da amostra em diferentes períodos não mostrou influência sobre o resultado, mostrando que a metodologia aplica-se a amostras de diferentes tipos e retiradas em diferentes períodos de tempo.



O trabalho terá continuidade através da coleta de amostras de ETA e para análise do conjunto de resultados será feito um teste estatístico de análise de variância das médias, com a finalidade de verificar se ocorre diferença significativa entre elas, em caso positivo parte-se para o Teste de Tukey que fará a comparação entre as médias.

Para encerramento do trabalho serão realizadas mais coletas de amostras na Estação de Tratamento, a fim de continuar avaliando o efeito dos diferentes tipos de amostra utilizadas na determinação dos Sólidos Suspensos Totais e assim validar a metodologia para utilização em situações diversas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANDREOLI, C. V. (Coord.). *Alternativas de uso de Resíduos do Saneamento*. Rio de Janeiro. Associação Brasileira de Engenharia Sanitária - ABES, 2006. 18 p.
2. APHA, Awwa, Wef. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. 19th. Washington: American Public Health Association. 1995. 2-53 p.
3. BENTO, A. P. *Caracterização da microfauna em estação de tratamento de esgotos do tipo lodos ativados: um instrumento de avaliação e controle do processo*. 2005. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1413-41522005000400009&script=sci_arttext>. Acesso em: 10 de dezembro de 2007.
4. BRAGA, B.; HESPAÑHOL, I.; CONEJO, J. G. L.; BARROS, M. T. L.; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S. *Introdução à Engenharia Ambiental*. São Paulo, Pearson, Prentice Hall, 2002. 117p.
5. PIVELI, R. P. *Qualidade das Águas e poluição: Aspectos Físico-químicos*. 2006. p.120
6. RAIJ, B. van.; RAIJ, B. van.; ANDRADE, J.C.; CANTARELLA, H.; QUAGGIO, J.A. et al. *Análise Química para Avaliação da Fertilidade de Solos Tropicais*. Capinas – SP: Instituto Agrônômico, 2001. 238 e 239p.
7. SCHMIDELL, W.; SOARES, H. M.; ECHEBERRERE, C.; MENES, R. C.; BERTOLA, N. C.; CONTRERAS, E. M. *Tratamento Biológico de Águas Residuárias*. 1. ed. Florianópolis: Editora Tribo da Ilha, 2007. v. 1. 21, 55 p.
8. BRAGA, B.; HESPAÑHOL, I.; CONEJO, J. G. L.; BARROS, M. T. L.; SPENCER, M.; PORTO, M.; NUCCI, N.; JULIANO, N.; EIGER, S.; HAAL, P. P. *Introdução à Engenharia Ambiental*. São Paulo, Pearson, Prentice Hall, 2002. 117 p.
9. VON SPERLING, Marcos *Princípios do tratamento biológico de águas residuárias: Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos*. 3.ed. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental – DESA, 2005. 87, 249 p. v1.