

TÍTULO

OTIMIZAÇÃO DA SÍNTESE DE ESTRUVITA E SEUS ANÁLOGOS COM FINS DE RECUPERAÇÃO DE FÓSFORO, MAGNÉSIO, NITROGÊNIO E POTÁSSIO DE ÁGUAS RESIDUAIS

RESUMO

Águas residuais domésticas e industriais, brutas ou minimamente tratadas são ricas em macro nutrientes que podem causar eutrofização se forem lançadas sem tratamento no meio ambiente. Atualmente, os esgotos domésticos têm sido estudados como fontes de matéria prima para recuperação de nutrientes, a exemplo da precipitação de estruvita. A estruvita é um fosfato de amônio-magnésio hexahidratado ($\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) formado em proporções equimolares em meios aquosos e alcalinos, dependendo das condições físico-químicas de formação (p. ex.: concentração dos íons, pH e temperatura) pode ocorrer a precipitação tanto de estruvita quanto das chamadas estruvitas análogas, com diversas possibilidades de substituições isomórficas. Este trabalho teve como objetivo a síntese, a caracterização e a otimização da cristalização de estruvitas e seus análogos para recuperação de nutrientes de águas residuais provenientes de soluções contendo fósforo (K_2HPO_4), nitrogênio (NH_4Cl) e magnésio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), e também realizar a quantificação mineralógica das fases da estruvita, o detalhamento dos aspectos cristalquímicos, incluindo a apresentação de fórmula química da melhor condição de síntese obtida usando o método de refinamento Rietveld e Padrão Interno do programa Fullprof com a interface gráfica FULL. Inicialmente, foram realizados testes para estabelecer a condição ótima de precipitação de estruvita baseadas na confirmação de cristalização desse mineral por Difração de Raios X (DRX). Após a determinação da melhor condição de síntese, foi realizado um estudo de otimização com base em um planejamento fatorial completo 2^3 duplicado com quatro pontos centrais usando metodologia de superfície resposta e função desejabilidade global. As variáveis estudadas foram pH (10, 11 e 12), concentração de fósforo (100, 200 e 300 mg L^{-1}) e razão molar Mg:P:N (1:1:1; 1:1:1,5; 1:1:2), sendo as variáveis resposta a área do pico do DSC (J g^{-1}), a perda de massa do termogravimetria - TG (%) e a intensidade de uma banda de fosfato (PO_4^{3-}) do infravermelho - IV (cm^{-1}). A condição mais propícia para a precipitação de estruvita foi denominada condição 01 e duplicada (A, B, C e D) com pH 10, concentração

de fósforo igual a 300 mg L^{-1} , temperatura ambiente (aproximadamente 25°C) e razão molar Mg:N:P igual a 1:1:2. Para esta condição foi realizado o refinamento Rietveld que mostrou que as estruvitas geradas são análogas com substituição de amônio (NH_4^+) pelo íon potássio (K^+). Foram quantificadas 79,66% de estruvita e 20,34% de estruvita análoga (K-estruvita). Esta condição foi quantificada mineralogicamente utilizando uma combinação dos métodos Rietveld e Padrão Interno do programa Fullprof com a interface gráfica FULL em 74,3% de estruvita análoga, 16,6 % de estruvita e 9,1% de amorfo. Os resultados foram corroborados pelas técnicas analíticas XRF, SEM / EDS, DSC / TG, FTIR e BET, que se mostraram eficientes na confirmação das múltiplas fases identificadas em estruvitas análogas mostradas pelo refinamento Rietveld.

Palavras-Chave: Estruvita. Estruvita Análoga. PDRX. Método de Rietveld. DOE fatorial completo.