

pH de sedimentos

Material

1. pHmetro, Erlenmeyers e béqueres
2. Solução KCl 1 M e acetato de cálcio 1M, pH 7
3. Amostras de sedimentos

Princípio

Determinar o pH de soluções de sedimento em água, CaAcO_2 1M ou KCl 1 M.

Procedimento

pH em água (1:2,5) - acidez ativa. Em Erlenmeyer de 125 mL, adicione 10 g (massa exata) de sedimento peneirado e 25 mL de água destilada (1:2,5), agite vigorosamente, deixe a solução repousar por 30 min em um béquer e determine o pH. Este valor não é utilizado normalmente na classificação de sedimentos, pois tem dependência sazonal.

pH em CaAcO_2 1M (1:2,5) - acidez potencial (trocável + não trocável). Em Erlenmeyer de 125 mL, adicione 10 g (massa exata) de sedimento peneirado e 25 mL de CaAcO_2 1M, agite vigorosamente, deixe a solução repousar por 30 min em um béquer e determine o pH.

pH em KCl 1M (1:2,5) - acidez trocável. Em Erlenmeyer de 125 mL, adicione 10 g (massa exata) de sedimento peneirado e 25 mL de KCl 1M, agite vigorosamente, deixe a solução repousar por 30 min em um béquer e determine o pH.

Tabela 1. Resultado dos experimentos de determinação de acidez ativa com as amostras de sedimento rio e mar.

pH em Água	
Rio	Mar
pH em solução de CaAcO_2 1M	
Rio	Mar
☐ alta ☐ média ☐ baixa	☐ alta ☐ média ☐ baixa
pH em solução de KCl 1M	
Rio	Mar

Pergunta(s) Pré-laboratório

1. Qual a diferença de se medir o pH em água, solução de CaAcO_2 1M ou KCl 1M? A que se deve a diferença? Explique sucintamente.
2. Qual a diferença entre acidez ativa, potencial e trocável? O que está sendo medido em cada caso?

Tabela 2. Taxonomia de solo/sedimento conforme seu pH.*

Denominação	pH	Denominação	pH
ultra ácido	< 3,5	neutro	6,6-7,3
extremamente ácido	3,5-4,4	levemente alcalino	7,4-7,8
muito fortemente ácido	4,5-5,0	moderadamente alcalino	7,9-8,4
fortemente ácido	5,1-5,5	fortemente alcalino	8,5-9,0
moderadamente ácido	5,6-6,0	muito fortemente alcalino	> 9,0
levemente ácido	6,1-6,5		

* Soil Survey Division Staff. "Soil survey manual.1993. Chapter 3, selected chemical properties.". Soil Conservation Service. U.S. Department of Agriculture Handbook 18. Retrieved 2011-03-12.

Condutividade

Material

1. Condutímetro
2. Água deionizada
3. Amostras de sedimento

Princípio

Determinação da condutividade de soluções 1:2,5 de sedimento em água deionizada (m:v).

Procedimento

Em um frasco com tampa de 200 mL, adicione 10 g (massa exata) de sedimento peneirado e 25 mL de água deionizada, agite vigorosamente, deixe a solução repousar por 30 min, deixe decantar, filtre e determine a condutividade. Para a determinação da condutividade das diferentes amostras, ligue o aparelho, lave o eletrodo com água destilada e calibre o aparelho com as soluções-padrão, lavando o eletrodo entre cada uma das leituras.

Nota: no caso do sedimento marinho, use a amostra previamente lavada

Tabela 3. Resultado dos experimentos de determinação de condutividade com as amostras de sedimento.

Condutividade (em $\mu\text{S}/\text{cm}$)	
Rio	Mar

Pergunta(s) Pré-laboratório

1. Por que o sedimento da praia teve de ser lavado antes da medida?
2. O que indica um sedimento com alta condutividade?

Teor de Carbono Orgânico em Sedimento

Material

1. Aparelho de termogravimetria
2. Barquinhas para acondicionar amostras
3. Amostras de sedimento

Princípio

A matéria orgânica presente nas amostras de sedimentos é oxidada à CO_2 e determinada sua fração.

Procedimento

Dez miligramas da amostra de sedimento são utilizados para a análise termogravimétrica, com aumento de temperatura de $15^\circ\text{C}/\text{min}$, de $25-600^\circ\text{C}$, em ambiente de ar atmosférico. A matéria orgânica é determinada pela diminuição de massa no intervalo de $110-420^\circ\text{C}$ da curva termogravimétrica. A metodologia utilizada é a descrita na literatura por Miyazawa e colaboradores (Braz. Arch. Biol. Technol. 2000, 43, 475-478).

Tabela 19. Resultado dos experimentos de determinação do teor de carbono orgânico total nas amostras de sedimento.

Perda de massa (em %)	
Rio	Mar
TCO (em g/kg de sedimento)	
Rio	Mar
☐ alta ☐ média ☐ baixa	☐ alta ☐ média ☐ baixa

Pergunta(s) Pré-laboratório

1. O que acontece até 110°C ? E de 110°C até 420°C ?

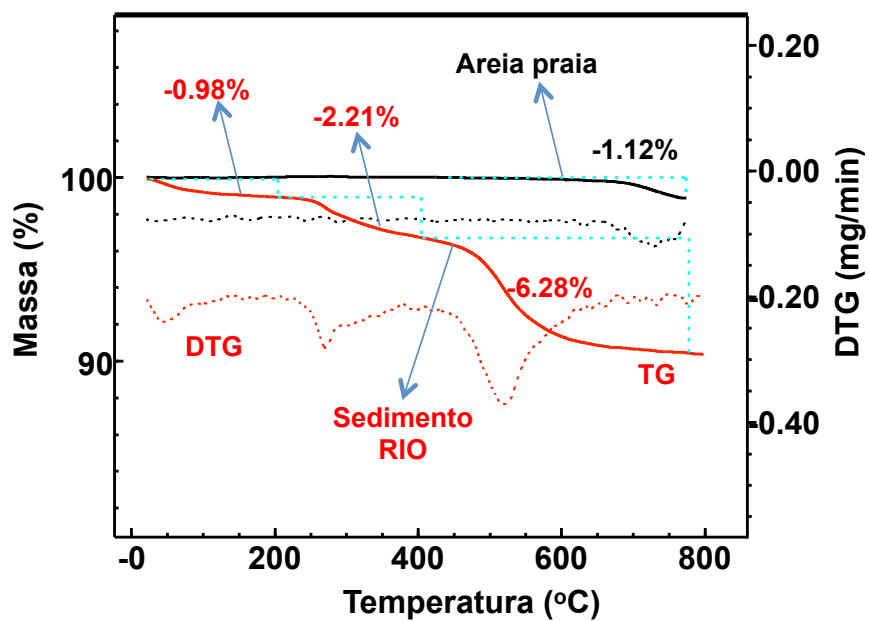


Figura 2. Curvas de termogravimetria e termogravimetria diferencial (DTG, 10°C/min) obtidas em 2014 com as amostras de sedimento.

Granulometria

Material

1. Conjunto de peneiras para solo 25 μm a 2 mm
2. Balança analítica
3. Amostras de sedimento

Princípio

Determinar a dispersão de tamanho das partículas nas amostras de sedimento.

Procedimento

Pese as peneiras vazias. Monte o sistema de peneiras por ordem de poro (2mm a 25 μm) e peneire 100 g (massa exata) das amostras, agitando manualmente ou com agitador mecânico por 5 min na velocidade máxima. Determine a massa que ficou retida em cada peneira, preencha a tabela ao lado e calcule a proporção em relação à quantidade total.

Pergunta(s) Pré-laboratório

1. Quais as principais características de sedimentos compostos majoritariamente de areia, silte e argila?

Tabela 17. Resultado de granulometria com as amostras de sedimento.

Peneira (mm)	Granulometria dos Sedimentos	
	Rio	Mar
2		
1		
0,85		
0,5		
0,355		
0,25		
0,125		
0,106		
0,075		
0,053		
0,045		
0,025		
tipo de solo	Fração retida (%)	
	Rio	Mar
bloco de rocha		
matação		
pedra		
pedregulho		
areia		
silte		
argila		

Capacidade de troca catiônica (CTC)

Material

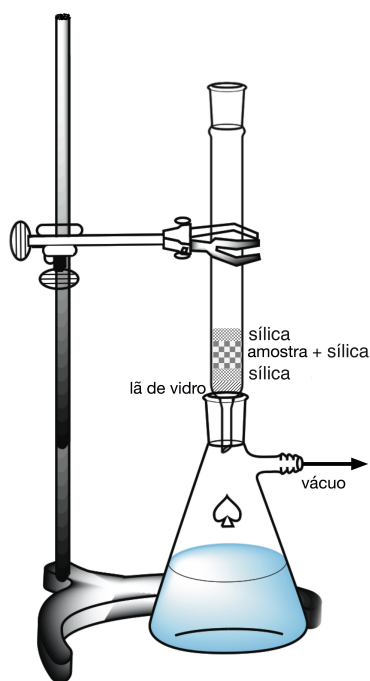
1. Bureta, kitassatos e colunas, papel filtro, sílica, coluna de percolação, bomba de vácuo, chapa elétrica
2. Álcool isopropílico, soluções de acetato de amônio 1M (pH 7), NH_4Cl 1M (pH 7), NaCl 1M, NaOH e HCl 100 mM, sílica, papel tornassol
3. Amostras de sedimento

Princípio

Titulação ácido-base reversa de soluções contendo amônio, percoladas pelos sedimentos.

Procedimento

Monte a coluna de percolação contendo, nesta ordem, lâ de vidro, 500 mg de sílica, 500 mg de sílica misturada com 1,0 g da amostra de sedimento (massa exata) e 500 mg de sílica novamente.



Em seguida, percole 50 mL de solução de acetato de amônio 1M (pH 7). Se necessário, utilize uma bomba de vácuo para auxiliar na passagem da solução. Adicione a solução com pipeta Pasteur, mantendo a amostra sempre submersa, de modo a evitar que a mesma seque! Após esta etapa, passe pela coluna 25 mL de solução de cloreto de amônio 1M (pH 7) e 25 mL de álcool isopropílico. Troque o kitassato para coleta do eluente e passe 50 mL de solução de cloreto de sódio 1M. Transfira uma alíquota de 2 mL da solução resultante desta última etapa para um balão volumétrico de 50 mL contendo cerca de 40 mL de água destilada. Adicione 5 gotas do reagente de amônia 1. Agite e adicione 8 gotas do reagente de Nessler. Complete o volume final de 50 mL ajustando o menisco com água destilada. Agite a solução e, após 5 minutos, meça a

absorvância em 460 nm no espectrofotômetro UV-Vis. Utilize uma curva de calibração preparada com cloreto de amônio nas concentrações de 0,5; 1, 2, 4 e 8 mg/L adicionando 5 gotas do reagente de amônia 1 e 8 gotas do reagente de Nessler.

Nota: Pode-se acoplar mais do que uma coluna por bomba de vácuo, utilizando um tubo em T. **Adicione a solução com pipeta Pasteur! Não deixe a amostra secar. Adicione mais eluente!**

Tabela 18. Resultado dos experimentos de determinação de capacidade de troca catiônica com as amostras de sedimento.

Volume Titulado (em mL)	
Rio	Mar
CTC (em cmol/kg de sedimento = meq/100g)	
Rio	Mar

Pergunta(s) Pré-laboratório

1. Explique o que acontece em cada etapa do procedimento: a) percolação de solução de acetato de cálcio, b) de solução de cloreto de cálcio, c) água e álcool, d) acetato de sódio e e) titulação.

Tabela 11. Classificação do tipo solo conforme sua CTC.

Tipo de Solo	CTC (cmol/kg)
arenoso	2-4
barro (areia, silte e argila igual proporção)	7-16
argiloso	4-60
orgânico	50-300

Isotermas de adsorção de preto de remazol e Cu(II)

Material

1. Espectrofotômetro UV-Vis e de Absorção atômica
2. Tubos, béqueres, filtro de 0,45 μm , agitador termomix Eppendorf®
3. Soluções de Cu(II) 100 mg/L e preto de remazol 50 mg/L (curva) e 200 mg/L (experimento)
4. Amostras de sedimento

Princípio

Soluções de Cu(II) ou preto de remazol são agitadas na presença das amostras de sedimento e a quantidade retida é determinada por absorção atômica ou espectrofotometria, respectivamente.

Procedimento

Isoterma de adsorção de Cu(II). A partir da diluição da solução de Cu(II) 100 mg/L, prepare, em balões volumétricos de 50 mL, soluções de 40, 20, 10, 5 e 1 mg/L para obter a curva de calibração. Lembre-se de medir o branco (água destilada). Em um tubo de 5mL, contendo 1 g (massa exata) da amostra de sedimento de **rio**, adicione 4mL de solução de cobre (uma amostra para cada concentração: 25, 50, 75, 100 e 150mg/L). Mantenha a mistura sob agitação vigorosa (1400 rpm) em termomixer Eppendorf® por 1h. O mesmo procedimento é realizado para a amostra de sedimento de **mar**, porém com concentrações de 6,25, 12,5, 25 e 50 mg/L. Centrifugue as soluções e filtre com filtro 0,45 μm . **Use o aparelho de absorção atômica** para determinação da concentração no equilíbrio.

Isoterma de adsorção de preto de remazol. A partir da solução estoque de corante, prepare, em balões volumétricos de 50 mL, soluções-padrão de 30, 24, 18, 12, 6 e 3 mg/L. Meça as absorbâncias das soluções-padrão, em 598 nm, a fim de se construir uma curva de calibração. Em um tubo de 5mL, contendo 1 g (massa exata) da amostra de sedimento de **rio**, adicione 4mL de solução de preto de remazol (uma amostra para cada concentração 12, 24, 30, 40, 50, 75 e 100 mg/L), deixando a suspensão sob agitação vigorosa (1400 rpm) em termomixer Eppendorf® por 1h. O mesmo procedimento é realizado para a amostra de sedimento de **mar**, porém com concentrações de 3, 6, 18, 24 e 30 mg/L. Centrifugue as soluções, filtre com filtro 0,45 μm . e prossiga com **a leitura das amostras no espectrofotômetro**. Lembre-se de comparar as absorbâncias antes e depois do processo de adsorção no sedimento.

Tabela 21. Dados do experimento de adsorção de Cu(II) em amostras de sedimento.

Adsorção Cu(II) Sedimento Rio					
[Cu(II)] aplicada (mg/L)	sedimento (kg)	Abs	[Cu(II)] recuperada (mg/L)	[Cu(II)] adsorvida (mg/L)	[Cu(II)] adsorvida (mg/kg sedimento)
25					
50					
75					
100					
6,25					
12,5					
25					
50					

Tabela 22. Dados do experimento de adsorção de preto de remazol em amostras de sedimento.

Adsorção de preto de remazol (PR) Sedimento Rio					
[PR] aplicada (mg/L)	sedimento (kg)	Abs	[PR] recuperada (mg/L)	[PR] adsorvida (mg/L)	[PR] adsorvida (mg/kg sedimento)
12					
24					
30					
50					
75					
Adsorção de preto de remazol (PR) Sedimento Mar					
3					
6					
18					
24					
30					

Pergunta(s) Pré-laboratório

1. Qual a estrutura do preto de remazol?
2. Você espera que qual dos analitos tenham maior interação com o solo? O Cu(II) ou o preto de remazol? Por quê?

Tarefas Pós-laboratório

Construa curvas de Cu(II) adsorvido (C_{ads} , mmol/kg de sedimento) vs. concentração de Cu(II) não adsorvido ($C_{i,w}$, mmol/L) para todos os sedimentos e determine a constante de adsorção de Langmuir (K_L , L/kg) e a adsorção máxima (Ads_{max} , mmol/kg).

Construa curvas de preto de remazol adsorvido (C_{ads} , mmol/kg de sedimento) vs. concentração de preto de remazol não adsorvido ($C_{i,w}$, mmol/L) para todos os sedimentos e determine a constante de adsorção de Langmuir (K_L , L/kg) e a adsorção máxima (Ads_{max} , mmol/kg).

Interprete os valores de K_L e Ads_{max} obtidos. Fazem sentido com o que seria esperado de acordo com a teoria?

$$C_{ads} = \frac{Ads_{max} K_L C_{i,w}}{1 + K_L C_{i,w}}$$