

UNIVERSIDADE PRESBITERIANA MACKENZIE

CENTRO DE CIÊNCIAS E HUMANIDADES

RELATÓRIO FINAL

**PROGRAMA DE TRATAMENTO DE RESÍDUOS QUÍMICOS – ORGÂNICOS E
INORGÂNICOS – DOS LABORATÓRIOS QUÍMICOS DA UNIVERSIDADE
PRESBITERIANA MACKENZIE**

Integrantes: Profa Dra. Márcia Guekezian (líder)
 Profa. Dar. Maura Vincenza Rossi (colaboradora)
 Profa. Dra. Paulete Romoff (colaboradora)
 Camila Duarte Costa (acadêmica)
 Débora Siqueira da Silva (acadêmica)
 Fernanda Palma Russiano (acadêmica)
 Thais de Carvalho Correia (acadêmica)

São Paulo

2012

OBJETIVOS: Desenvolver um Programa contínuo de Gerenciamento e Tratamento de Resíduos Químicos dos Laboratórios da UPM. O Programa deve ter início nos Laboratórios de Química da UPM e após todo desenvolvimento será ampliado para os demais Laboratórios desta Instituição que geram resíduos, como exemplo, os Laboratórios de Biologia e do colégio Mackenzie (Higienópolis e Alphaville). Além da divulgação em Instituições da Rede Pública de Ensino, a fim de treinar pessoal qualificado para efetuar o tratamento e gerenciamento de resíduos.

1. INTRODUÇÃO

A geração de resíduos em Instituições de Ensino e Pesquisa no Brasil sempre foi um assunto pouco discutido, além de ser inexistente a prática de tratamento e reaproveitamento desse resíduo, devido à falta de um órgão fiscalizador.

Atualmente, em razão da procura por uma melhoria do meio ambiente as Universidades tem um papel importante, pois não podem ficar alheias a essa problemática, pois isso vai contra o papel que desempenham, ou seja, o de avaliar e até julgar o impacto causado por outras unidades geradoras de resíduos fora de seus limites físicos.

Além disso, os alunos participam e adquirem uma visão em tratamento de resíduos e preservação do meio ambiente, importante em qualquer campo de atuação.

Frente aos questionamentos da sociedade e a preocupação com o meio ambiente, torna-se de grande importância à implantação de um Programa de Gerenciamento de Resíduos. Para isso, existem quatro condições básicas para sustentar um programa dessa natureza:

(a) Apoio institucional irrestrito ao Programa. É de grande importância o apoio da instituição para a implantação de um Programa, pois o sucesso em uma primeira etapa, via de regra, dá apoio aos demais, assim como o insucesso tem um caráter negativo;

(b) Priorizar o lado humano do Programa frente ao tecnológico. O sucesso do programa depende intensamente da mudança de atitudes de todos os participantes, diretos ou indiretos, da unidade (alunos, funcionários e docentes);

(c) Apresentar as metas estipuladas durante as várias etapas do Programa. A divulgação interna e externa do Programa de Gerenciamento, para conscientização e difusão das idéias e atitudes que o sustentarão é de fundamental importância;

(d) Reavaliar constantemente os resultados obtidos e as metas estipuladas. Proceder à avaliação contínua considerando os êxitos (ou insucessos) obtidos, a fim de, se necessário, redirecioná-los para a continuidade do programa.

Considerando o grande interesse em projetos desta natureza e a preocupação da UPM com a preservação das boas condições ambientais propõe-se a implantação efetiva de um Grupo de Gerenciamento e Tratamento de Resíduos Químicos de Laboratório que englobará o controle no descarte de resíduos de todas as aulas nos Laboratórios de Química na Universidade. Futuramente, tal controle poderá estender-se também a outros laboratórios.

A seguir serão descritas algumas das etapas necessárias para implantar o Programa de Gerenciamento de Resíduos:

1.1. Levantamento dos resíduos (sólidos e líquidos) gerados nas aulas de laboratório

Nessa etapa será realizado um levantamento, junto aos Professores e Funcionários, da quantidade dos resíduos gerados (Resíduos Líquidos Inorgânicos e Orgânicos e Resíduos Sólidos Inorgânicos e Orgânicos) e a classe a que pertencem.

1.2. Levantamento das fichas de informações de segurança dos produtos químicos (FISPQ) utilizados no laboratório

Todos os reagentes comerciais apresentam suas respectivas fichas técnicas, porém em muitos casos esta não é fornecida pelo distribuidor.

Sendo assim serão elaboradas fichas técnicas contendo: nome do reagente, toxicidade, periculosidade, equipamentos de segurança e procedimentos de primeiros socorros em caso de ingestão ou inalação. Estas fichas serão elaboradas com a colaboração dos alunos do curso de Química.

1.3. Prevenir e minimizar os resíduos gerados

Inicialmente será realizado um estudo intensivo, com a participação dos Professores das disciplinas que utilizam o laboratório de Química da UPM, para prevenir, minimizar e se possível efetuar a recuperação e reutilização dos resíduos que são gerados no Laboratório.

(a) Prevenir: Alguns experimentos geram resíduos tóxicos (íons Hg, Cr e Cd, por exemplo), os quais deverão ser substituídos por outros análogos do ponto de vista didático, mas que geram espécies menos agressivas aos alunos, professores e funcionários e também ao meio ambiente.

(b) Minimizar: Se não for possível substituir um resíduo considerado tóxico pretende-se avaliar a possibilidade de minimização do mesmo. Com relação aos demais reagentes pretende-se minimizar a quantidade gerada, para isto utilizam-se vidrarias de menor volume e reagentes em menor quantidade.

Para implantação da minimização nas demais disciplinas, será necessária uma reavaliação dos experimentos desenvolvidos, por parte dos Professores.

1.4. Segregação, tratamento e disposição final do resíduo

(a) Segregação: A ilustração 1 apresenta uma proposta de segregação dos resíduos e os respectivos tratamentos considerados adequados. As correntes de resíduos se dividem em dois grupos: orgânicos e inorgânicos, sólidos e líquidos.

(b) Tratamento: Muitos resíduos gerados nas aulas experimentais de Química podem ser reciclados para a reutilização. Outros podem ser reutilizados mesmo sem um prévio tratamento, estes são chamados de insumo. Tem-se como exemplo, a síntese de indicadores de pH que podem ser realizados nas aulas de Química Orgânica e que poderiam ser utilizados nas aulas de Química Geral e Química Analítica.

(c) Disposição final: Os resíduos que não podem ser reciclados devem, após tratamento adequado, serem descartados através de incineração ou disposição em aterros de classe I. Normalmente, quem determina o número e a natureza das correntes de resíduos dentro na unidade geradora é o destinatário final deste resíduo. Assim, antes de se decidir pela segregação interna dos resíduos, é importante estudar qual será o seu destino final, podendo ser a incineração.

É muito importante que seja visto propostas de convênio com Empresas que possibilitem a incineração dos resíduos.

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Reagentes e soluções

Para o tratamento físico-químico dos metais no segregado foram utilizados NaOH, FeCl₃, de grau técnico da Synth, e o coagulante Levogen R da Bayer.

Para a redução de Cr(VI) a Cr(III) foi utilizado metabissulfito de sódio de procedência Synth.

Para os testes de separação dos íons Co(II) e Ni(II) no segregado foi utilizada uma resina aniônica fortemente básica Amberlite[®] IRA 420 e soluções de ácido clorídrico 4 e 9 mol/L.

2.2 Equipamentos e Acessórios

Para tratamento os segregados foram acondicionados em frascos de polietileno de alta densidade.

Todo o processo de homogeneização ao longo do tratamento físico-químico foi realizado utilizando-se um agitador mecânico da Quimis Q 235.1.

A análise quantitativa foi realizada utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica com chama Varian AA1275.

Utilizou-se uma mesa agitadora orbital da Marconi MA141 para os testes de separação dos íons Ni(II) e Co(II) nos segregados.

A separação de alguns solventes foi realizada utilizando um rotoevaporador da Fisaton 82.

O valor de pH foi medido utilizando papel indicador universal da Merck.

2.3 Procedimento para a análise qualitativa dos metais presentes nos segregados

Para realizar a análise qualitativa dos metais transferiu-se aproximadamente 100 gotas do segregado para uma cápsula de porcelana e evaporou-se até quase a secura. Adicionou-se aproximadamente 40 gotas de água destilada e a solução foi transferida para um tubo de ensaio.

Na solução (S) adicionou-se ácido clorídrico 3 mol/L. A formação de um precipitado branco pode indicar a presença dos cátions Ag(I), Pb(II) e Hg (I). O precipitado foi separado por centrifugação e chamado de resíduo (R-1) e a solução foi identificada por S-1.

No R-1 adicionou-se água destilada e realizou-se o aquecimento em banho de água fervente por 5 minutos. Separou-se a solução (S-2) e na mesma adicionou-se ácido acético e cromato de potássio. A formação de um precipitado amarelo indica a presença dos íon Pb(II). Ao resíduo (R-2) adicionou-se hidróxido de amônio 6 mol/L e a formação de um precipitado (R-3) cinza indica a presença de íons Hg(I). No S-3 adicionou-se ácido nítrico 3 mol/L e a formação de um precipitado branco indica a presença de íons Ag(I).

Ao S-1 adicionou-se hidróxido de amônio concentrado, levou-se para uma cápsula de porcelana e evaporou-se até quase a secura. Foram adicionados ácido clorídrico 0,2 mol/L e tioacetamida. Após aquecimento da solução a formação de precipitado pode indicar a presença dos cátions Pb(II), Hg(II), Bi(III), Cu(II) e Cd(II) (R-4). A solução S-4 pode conter os cátions Fe(III), Mn(II), Al(III), Cr(III), Zn(II), Ni(II) e Co(II).

Ao R-4 adicionou-se ácido nítrico e realizou-se o aquecimento. O resíduo restante (R-5) pode conter HgS e a solução (S-5) pode conter os cátions Pb(II), Bi(III),

Cd(II) e Cu(II). Sobre o R-5 adicionou-se água-régia e realizou-se aquecimento em banho de água fervente até a dissolução do precipitado. Na solução resultante adicionou-se solução de cloreto de estanho (II). A formação de um precipitado branco de Hg_2Cl_2 ou cinza de Hg e Hg_2Cl_2 indica a presença dos íons Hg^{2+} na amostra.

Ao S-5 adicionou-se, gota a gota, hidróxido de amônio concentrado sob agitação, até a solução tornar-se alcalina e então mais algumas gotas em excesso. Obteve-se um resíduo (R-6) que pode conter Bi(III) e Pb(II) e uma solução S-6 que pode conter Cu(II) e Cd(II).

Ao R-6 adicionou-se hidróxido de potássio 3 mol/L, e realizou-se o aquecimento em banho de água fervente. O resíduo (R-7) formado pode conter BiOOH e a solução S-7 pode conter $[\text{Pb}(\text{OH})_4]^{2-}$. Ao R-7 adicionou-se uma solução de estanito de potássio e a formação de um resíduo preto indica a presença dos íons bismuto. A solução (S-7) adicionou-se ácido acético 3 mol/L e cromato de potássio a formação de um precipitado amarelo indica a presença de íons chumbo.

O S-6 resultante após a adição do NH_4OH concentrado pode conter os íons complexos solúveis $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ e $[\text{Cd}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$. Dividiu-se a solução em duas partes:

Tratamento da primeira parte: a solução S-6 apresentando uma coloração azul indica a presença de íons de Cu^{2+} .

Na ausência de íons Cu^{2+} (a solução apresenta-se incolor), os íons Cd^{2+} foram identificados adicionando-se solução de tioacetamida 1 mol/L e aquecendo-se em banho de água fervente. A formação de um precipitado amarelo indica a presença de íons cádmio.

Tratamento da segunda parte: na presença de íons Cu^{2+} , adicionou-se solução de ácido clorídrico 3 mol/L gota a gota até o meio ficar ácido, o que se observa pelo descoramento da solução, solução de glicerina 1:1, (V/V) e hidróxido de sódio 6 mol/L gota a gota até a solução tornar-se novamente azul, e a seguir algumas gotas em excesso. Na presença de Cd^{2+} , deverá haver formação de um precipitado branco de hidróxido de cádmio.

A solução S-4 resultante após a adição de ácido clorídrico e tioacetamida pode conter os cátions Fe(III), Mn(II), Co(II), Ni(II), Cr(III), Al(III) e Zn(II).

O S-4 foi aquecido a ebulição e adicionou-se hidróxido de amônio 6 mol/L até valor de pH = 8,0. Adicionou-se solução de sulfeto de amônio até precipitação quantitativa e realizou-se aquecimento a aproximadamente 60 °C durante 15 minutos.

A solução sobrenadante S-8 pode conter os cátions Ca(II), Ba(II), Sr(II), Mg, Na, K e NH_4^+ . A formação de um precipitado R-8 indica a presença dos cátions Fe(III), Mn(II), Co(II), Ni(II), Cr(III), Al(III) e Zn(II).

Ao R-8 foi adicionado ácido clorídrico 3 mol/L. O R-9 pode conter os íons Ni(II) e Co(II) e o S-9 os íons Fe(III), Mn(II), Al(III), Zn(II) e Cr(III).

Ao R-9 que pode conter os íons Ni^{2+} e Co^{2+} adicionou-se ácido nítrico 4 mol/L, água destilada e separou-se em duas partes:

Na primeira parte fez-se a identificação do íon de cobalto da seguinte forma: adicionou-se fluoreto de sódio em excesso e solução alcóolica de tiocianato de amônio 0,5 mol/L pelas paredes do tubo de ensaio. O aparecimento de uma cor azul esverdeada na junção dos dois líquidos confirma a presença do íon cobalto.

Na outra parte verificou-se a presença do íon níquel. Adicionou-se hidróxido de amônio 3 mol/L, fluoreto de sódio em excesso e dimetilglioxima. A formação de um precipitado avermelhado indica a presença de íons Ni(II).

A solução S-9 obtida após a adição do ácido clorídrico 3 mol/L pode conter os íons Fe^{3+} , Mn^{2+} , Al^{3+} , Zn^{2+} e Cr^{3+} . A solução clorídrica foi tratada com hidróxido de sódio 4 mol/L, até o meio tornar-se alcalino, peróxido de hidrogênio 3% (10 volumes) e aquecida durante 15 minutos.

A formação de um precipitado R-10 indica a presença de $\text{MnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Dissolveu-se todo o resíduo com ácido nítrico 6 mol/L e diluiu-se a solução S-11 resultante com água destilada. Separou-se essa solução em duas partes:

Na primeira parte, adicionou-se aproximadamente, 0,2 g de bismutato de sódio. O aparecimento de uma cor púrpura avermelhada (violeta) no líquido sobrenadante, indica a presença de íons Mn^{2+} .

Na segunda parte verificou-se a presença de íons Fe^{3+} , adicionando-se 2 gotas de tiocianato de amônio 3 mol/L. O surgimento de uma coloração vermelho-sangue indica a presença de íons ferro (III).

Se a solução S-10 resultante após a adição de hidróxido de sódio e peróxido de hidrogênio apresentar uma cor amarela os íons cromato estão presente. Esta coloração serve para identificar a presença de íons Cr^{3+} .

Para a identificação de íons Al^{3+} , adicionou-se ao S-10 ácido clorídrico 3 mol/L até acidificar e algumas gotas de hidróxido de amônio 6 mol/L até obter odor amoniacal.

Realizou-se aquecimento por aproximadamente 10 minutos. Um precipitado branco floculoso indica a presença de íons Al^{3+} . A solução S-12 pode conter o $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$.

Ao S-12 adicionou-se tioacetamida 1 mol/L e realizou-se aquecimento em banho de água fervente por 5 minutos. A formação de um precipitado branco confirma a presença de íons Zn^{2+} .

Ao S-8 que pode conter os íons Ca^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} e Mg^{2+} adicionou-se cloreto de amônio 1 mol/L. Foi realizado aquecimento em banho de água fervente e adicionou-se carbonato de amônio 2 mol/L. A solução S-13 pode conter os íons Mg(II), Na, K e amônio e o resíduo R-11 pode conter os cátions Ba(II), Ca(II) e Sr(II).

O resíduo R-11 foi dissolvido pela adição de ácido acético 3 mol/L. Em seguida, esta solução foi tamponada pela adição de solução de acetato de sódio 1 mol/L (volume mais ou menos igual ao do ácido acético adicionado previamente). Adicionou-se solução de cromato de potássio 1 mol/L e a formação de um precipitado indica a presença dos íons Ba(II). A solução S-14 pode conter os íons Sr(II) e Ca(II).

Ao S-14 adicionou-se hidróxido de amônio 3 mol/L e realizou-se aquecimento até a ebulição durante 5 minutos. Adicionou-se sulfato de amônio 1 mol/L e a formação de um precipitado indica a presença dos íons Sr(II). O S-15 pode conter os íons Ca(II).

Ao S-15 adicionou-se oxalato de amônio 0,25 mol/L e realizou-se aquecimento em banho de água fervente por 5 minutos. Um precipitado branco ou uma solução turva indicam a presença de íons Ca^{2+} .

Os íons Mg^{2+} , Na^+ , K^+ e NH_4^+ não foram identificados qualitativamente.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Levantamento das fichas de informações de segurança dos produtos químicos (FISPQ) utilizados no laboratório.

No laboratório de Química da UPM são armazenados muitos produtos químicos porém a maioria destes não apresentava a FISPQ.

Resolveu-se formular uma que apresentasse os principais tópicos de segurança e um modelo da mesma está apresentado na Ilustração 1.

Com a colaboração dos alunos matriculados na disciplina de Química Ambiental e dos participantes do projeto foi possível catalogar aproximadamente 58% das fichas de segurança. Essas foram colocadas em pastas e catalogadas de acordo com a cor indicada para armazenamento dos reagentes, tais como:

- (a) Azul: armazenar em local seguro (caracterizado como veneno);
- (b) Vermelho: armazenar em local próprio para líquidos inflamáveis;
- (c) Laranja: armazenar em local para produtos químicos em geral;
- (d) Amarelo: armazenar em local totalmente separado dos materiais inflamáveis e combustíveis;
- (e) Branco: armazenar em local resistente a corrosão;
- (f) Vermelho, amarelo e branco com tarja: armazenar individualmente. Indica que o reagente é incompatível com outros do mesmo código de cor.

Com base nas fichas de segurança e cor de estocagem foi realizada a reorganização no almoxarifado de reagentes químicos sólidos e líquidos. Esses receberam uma nova numeração e foram dispostos de acordo com a cor indicada, ou seja, amarelo com amarelo, vermelho com tarja próximo do laranja e assim por diante.

As ilustrações 2 e 3 apresentam fotografias do almotarifado de reagentes sólidos e líquidos, respectivamente.

Identificação do Produto

Nome do reagente:

Massa Molecular:

Fórmula Química:

P.F.:

P.E.:

Oxidante (OX)

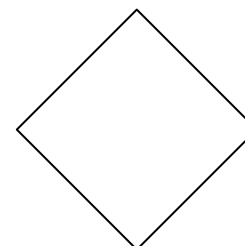
Ácido (ACID.)

Álcali (ALK.)

Corrosivo (COR)

Não use água (W)

Radioativo (colocar símbolo)



1. Identificação de Periculosidade

- Risco de vida

4 – Mortal	()
3 – Extremamente Perigoso	()
2 – Perigoso	()
1 – Pequeno Risco	()
0 – Não Oferece Risco	()

- Risco de Fogo

4 – Abaixo de 22°C	()
3 – Abaixo de 38°C	()
2 – Abaixo de 94°C	()
1 – Acima de 94°C	()
0 – Não é Inflamável	()

- Reação

4 – Pode Detonar	()
3 – Choque e Calor Podem Detonar	()
2 – Reação Química Violenta	()
1 – Instável com Caloria	()
0 – Estável	()

2. Equipamento de Segurança

3. Efeito Potencial para Saúde

4. Primeiros Socorros

5. Armazenagem e Transporte

6. Indicar a Fonte Utilizada Para consulta

Ilustração 1

Exemplo de ficha de segurança



Ilustração 2

Fotografia do almoxarifado de reagentes sólidos organizados em ordem numérica de acordo com a coloração indicada para estocagem.



Ilustração 3

Fotografia do almoxarifado de reagentes líquidos (externo) organizados de acordo com a coloração indicada para estocagem.

3.2 Levantamento dos reagentes e soluções utilizadas nas aulas práticas no laboratório de Química da UPM

No laboratório de química são ministradas 15 disciplinas diferentes envolvendo os cursos de Química, Biologia e Engenharia. O Quadro 1 apresenta as disciplinas e os respectivos cursos.

UNIDADE	CURSO	DISCIPLINAS
CCH e CCBS	QUÍMICA E BIOLOGIA	QUÍMICA GERAL
CCH e CCBS	QUÍMICA E BIOLOGIA	BIOQUÍMICA
CCH e CCBS	QUÍMICA	QUÍMICA INORGÂNICA
CCH e EE	QUÍMICA E ENGENHARIA DE MATERIAIS	QUÍMICA ANALÍTICA QUALITATIVA
CCH e EE	QUÍMICA E ENGENHARIA DE MATERIAIS	QUÍMICA ANALÍTICA QUANTITATIVA
CCH	QUÍMICA	MINERALOGIA
CCH e EE	QUÍMICA E ENGENHARIA DE MATERIAIS	QUÍMICA ORGÂNICA
CCH e EE	QUÍMICA E ENGENHARIA DE MATERIAIS	ANÁLISE INSTRUMENTAL
CCH	QUÍMICA	ANÁLISE ORGÂNICA
CCH e EE	QUÍMICA E ENGENHARIA DE MATERIAIS	FÍSICO-QUÍMICA
CCH	QUÍMICA	INSTRUMENTAÇÃO P/ ENSINO DE QUÍMICA
CCH	FÍSICA	FUNDAMENTOS DE QUÍMICA ORGÂNICA E INORGÂNICA
EE	ENGENHARIA DE PRODUÇÃO	QUÍMICA GERAL E TECNOLÓGICA I
EE	ENGENHARIA ELÉTRICA, MECÂNICA E DE MATERIAIS	QUÍMICA EXPERIMENTAL
EE	ENGENHARIA DE MATERIAIS	TRATAMENTOS SUPERFICIAIS

Quadro 1

Disciplinas experimentais desenvolvidas no laboratório de Química da UPM

Para realizar o levantamento dos reagentes e soluções utilizados nas aulas práticas o grupo formulou uma ficha informativa, Ilustração 4, que foi preenchida pelo Professor responsável pela disciplina.

Professor (a)
Disciplina
Resíduos gerados (marcar com asterisco o potencialmente perigoso)
Aula 1
Aula 2...
Pretende ou alterou alguma prática visando minimização ou eliminação
Sugestões de tratamento ou descarte
Reutilização
Sistema atual funciona ?
Sugestões

Ilustração 4
Ficha informativa das aulas experimentais.

Foram respondidas 81% das fichas observando-se o grande interesse dos Professores que prontamente colaboraram, inclusive com sugestões, para descarte dos resíduos. Outros apresentaram algumas modificações que estão realizando nas aulas práticas para minimizar ou até mesmo eliminar a geração de resíduos considerados potencialmente tóxicos.

3.3 Organização das fichas informativas das aulas práticas

As informações dos professores foram complementadas através de consulta a apostilas e material de aula gerando uma tabela. Um exemplo da mesma está apresentado na Tabela 1.

Pode-se observar, Tabela 1, que além do título da aula e das substâncias utilizadas, são apresentadas outras informações bastante pertinentes como o tipo de frasco, incompatibilidade e característica da substância.

O tipo de frasco indica qual deverá ser colocado na aula prática considerando-se o produto de maior importância que será descartado no mesmo. Na aula de Mohr, por exemplo, são utilizadas outras substâncias químicas, porém são geradas ao longo da experiência produtos contendo AgCl e Ag₂CrO₄ (Ag).

Na Tabela 1 tem-se ainda a incompatibilidade e característica. A incompatibilidade, como próprio nome indica, refere-se a substâncias químicas que podem reagir se forem colocadas em contato, ou seja, no mesmo frasco de descarte e a característica refere-se a classe que a substância pertence.

Tabela 1
Ficha da aula prática de Química Analítica Quantitativa I

Matéria: Química Analítica Quantitativa I				
		Prof. Dra. Ivanise Gaubeur		
Aula	Substância	Tipo de Frasco	Incompatibilidade	Característica
Gravimetria de Sulfato de Bário	HCl	Rejeitos	Não Aplicável	Ácido
	BaCl ₂		Não Aplicável	Sal
	Na ₂ SO ₄	Insumo BaSO ₄	Não Aplicável	Sal
Gravimetria do Fe(II)	Fe	Rejeitos	Não Aplicável	Sal
	NH ₄ OH			Base
	HNO ₃ concentrado	Insumo Fe ₂ O ₃	Hg (5), Cl(3), Br(5), I (3), Hipoclorito de cálcio (3), HF (1), HNO ₃ (1), e H ₂ O ₂ Hg (5), Cl (3), Br (5), HF	Ácido
Mohr	K ₂ CrO ₄	Resíduo Ag (Mohr)		Sal
	AgNO ₃		H ₂ SO ₄	Sal
Fajans	AgNO ₃	Resíduo Ag (Fajans)	H ₂ SO ₄	Sal
Volhard	AgNO ₃	Resíduo Ag (Volhard)	H ₂ SO ₄	Sal
	KSCN			Sal
	FeCl ₃	Resíduo Fe, Mn		Sal

3.4 Segregação dos Resíduos, Insumos e Rejeitos

Os frascos para a segregação foram rotulados indicando o produto de maior importância e caracterizados como **Insumo**, **Resíduo** ou **Rejeito**.

O Insumo foi caracterizado como um segregado que pode ser reutilizado sem prévio tratamento.

O Resíduo foi caracterizado como um segregado que pode ser reutilizado, após prévio tratamento, em outros experimentos.

O Rejeito foi caracterizado como um segregado que não apresenta utilidade, e que portando, pode ser descartado, incinerado ou disposto em aterros após tratamento adequado.

Para facilitar o descarte dos segregados, durante as aulas de laboratório, foram sugeridas cores diferentes para grupos de disciplinas, possibilitando ao técnico do laboratório a colocação e recolhimento do frasco. A Ilustração 5 apresenta as cores atribuídas para esses grupos. As mesmas deverão ser indicadas na ficha da aula e no frasco de descarte juntamente com o nome do produto de maior importância que será depositado pelos alunos ao longo da aula prática.

3.5 Levantamento do segregado¹ passivo gerado no laboratório de química da UPM

Existem dois tipos de segregados: o ativo (gerado continuamente nas atividades rotineiras na unidade geradora) e o passivo, que compreende todo aquele segregado estocado, comumente não caracterizado (frasco sem rótulo).

¹ Para não ocorrer confusão entre o resíduo descartado e o rotulado no frasco de descarte adotou-se a palavra segregado ao invés de resíduo.

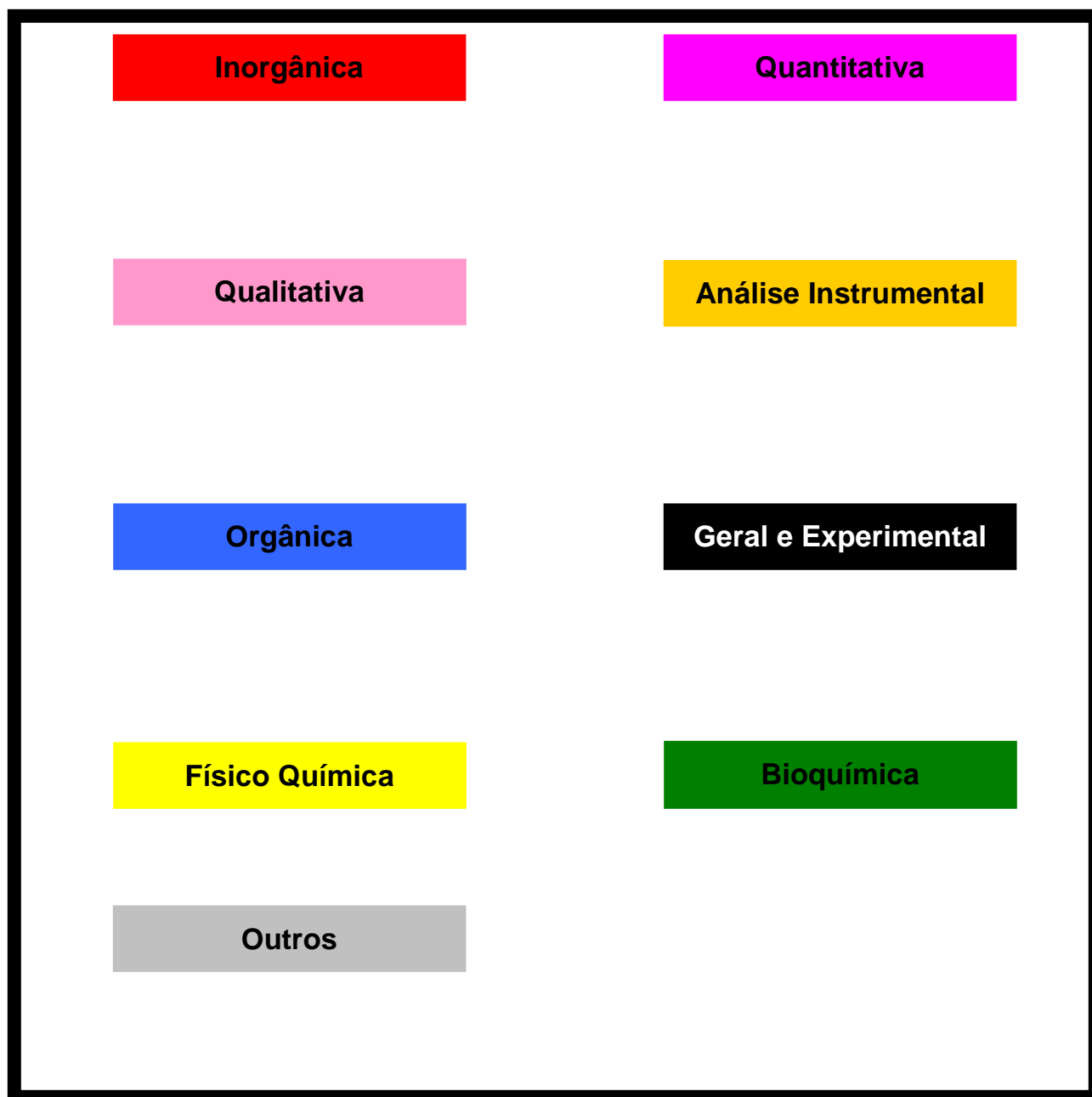


Ilustração 5

Esquema de cores que representa os grupos das disciplinas práticas

A Tabela 2 apresenta os segregados passivos que foram encontrados no laboratório de Química da UPM. A maioria foi rotulado pelos Professores e Funcionários

que apesar de não contarem com um Programa de Tratamento e Gerenciamento de Resíduos estavam preocupados com o meio ambiente.

Tabela 2
Segregado passivo gerado em algumas aulas experimentais.

Rótulo do frasco	V (L)
Inorgânicos	
1. Ag (Mohr, Fajans, Volhard)	7
2. Grupos 1 (Ag(I), Pb(II), Hg(I)); 2 (Pb(II), Hg(II), Cd(II), Bi(III) e Cu(II)) e 4 (Ba(II), Ca(II). Sr(II))	3 0
3. Grupo 3 (Fe(III), Ni(II), Mn(II), Co(II), Zn(II), Al(III) e Cr(III))	2 0
4. Resíduo de tratamento de superfície (Ni(II) e NH_4^+)	1
5. Solução para eletropolimento (ácido fosfórico + sulfúrico + Cr(III))	1
6. Descarte de tiosulfato de sódio e crômio + dicromato de sódio	1
Orgânicos	
1. Descarte solubilidade (NaOH, HCl, H_2SO_4 , NaHCO_3)	0,1
2. Resíduos orgânicos	5
3. Análise orgânica – carbonílicos + ésteres (etanol, reagente de Brady, AgNO_3 , KOH, NaOH, NH_4OH , HCl, FeCl_3 , reativo de Schiff, dioxano e cloridrato de hidroxilamina em metanol)	1
4. Análise orgânica – prática 04 (etanol, reagente de Brady, AgNO_3 , KOH, NaOH, NH_4OH , HCl, FeCl_3 , reativo de Schiff, dioxano e cloridrato de hidroxilamina em metanol)	1,0
5. Análise orgânica – 5ª aula (acetona, anidrido crômico e ácido sulfúrico, reativo de Lucas, HCl, reativo de Benedct, cloridrato de fenilhidrazina e acetato de sódio)	0,5
6. Análise orgânica – prática 06 (cloreto de alumínio, clorofórmio, tetracloreto de carbono, Br_2 em meio de tetracloreto de carbono, acetona, permanganato de potássio, AgNO_3 , KI em meio de acetona)	0,2
7. Análise orgânica - 7ª prática (FeSO_4 , H_2SO_4 , KOH, acetona, NaOH, cloridrato de fenilhidrazina em propilenoglicol e FeCl_3)	0,4

Continuação da Tabela 2 - ...

8. Análise orgânica – prática 08 (NaHCO ₃ , NaOH, cloridrato de hidroxilamina, HCl, FeCl ₃ , ninidrina, ZnCl ₂ , anidrido ftálico, Br ₂ em meio de tetracloreto de carbono)	2
9. Descarte análise orgânica – prática 09 (HCl, acetona, nitroprussiato de sódio, H ₂ SO ₄ , NaNO ₂ , 2-naftol, NaOH, acetaldeído, NaHCO ₃ , etanol, ácido acético e anidrido acético)	0,9
10. Mistura orgânica - éter + acetanilida (ácido benzóico, p-cloroanilina, acetanilida, éter etílico, NaOH, HCl e Na ₂ SO ₄)	1,0
11. Iodofórmio	2,5
12. p-nitroacetanilida (ácidos sulfúrico, nítrico e acético e acetanilida)	18
13. α-nitroso β-naftol (álcool + H ₂ O)	3,5
14. I-mentona (crômio III e IV)	14
15. Resíduos (água + metanol + ácido pícrico)	2,5
16. Dibenzalacetona (benzaldeído, acetona e etanol) NaOH	0,4
17. m-dinitrobenzeno	2
18. Fenol + água	1,5
19. Fenol 80%	1,0
20. Álcool iso-metanol/etanol	0,9
TOTAL	118,5

A Ilustração 6 apresenta a proporção de segregado passivo inorgânico e orgânico que foi sendo descartado ao longo dos semestres. Pode-se observar que a porcentagem de segregado inorgânico é maior. Acredita-se que este fato esteja relacionado a um número maior de aulas práticas que utilizam reagentes e soluções inorgânicas.

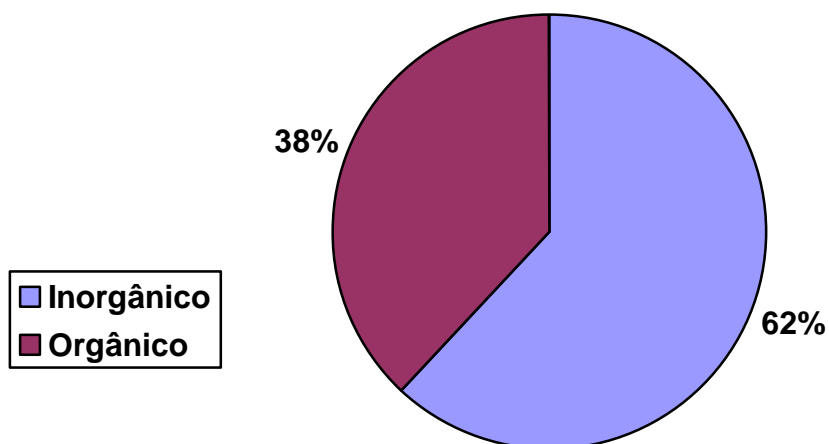


Ilustração 6

Porcentagem de segregados passivos orgânicos e inorgânicos.

O segregado orgânico 14 apesar de descartado em aula prática de química orgânica apresenta em sua composição Cr(III) e Cr(VI) e assim foi considerado, para o cálculo das porcentagens, como inorgânico.

3.6 Levantamento do segregado ativo gerado no laboratório de química da UPM

Utilizando a metodologia proposta para a segregação, item 3.4, foram gerados 84 frascos de vidro ambar de 1 L. A Tabela 3 apresenta a quantidade segregada ao longo do segundo semestre de 2011.

Tabela 3
Quantidade de segregados do segundo semestre de 2011

Frasco nº	Segregado	Volume (L)
01	Resíduo Ag (identificação)	2,2
02	Resíduo Ag (separação)	0,60
03	Rejeito Pb	4,2
04	Rejeito Hg	2,9
05	Resíduo Cu	1,6
06	Resíduo Bi	0,30
07	Resíduo Co e Ni	0,80
08	Resíduo Fe e Mn	2,60
09	Resíduo Cr, Zn e Al	0,40
10	Resíduo Ba	0,60
11	Resíduo Ca	0,30
12	Resíduo Sr	0,30
13	Insumo BaSO ₄	0
14	Insumo Fe ₂ O ₃	0
15	Resíduo Ag (Mohr)	1,8
16	Resíduo Ag (Fajans)	0,70
17	Resíduo Ag (Volhard)	1,0
18	Resíduo Mn	0,80
19	Resíduo Co	0,70
20	Resíduo Cr	1,0
21	Resíduo de Co e Cr	0,50
22	Resíduo Alaranjado de metila	2,0
23	Resíduo Azul de metileno	0,80
24	Resíduo Al	0
25	Insumo BaCl ₂	n.c.
26	Insumo da acetanilida	n.c.
27	Insumo Acetona	0,30
28	Rejeito I ₂ em meio CCl ₄	0,50
29	Resíduo Benzeno	0
30	Resíduo S	0

Continuação da Tabela 3 - ...

Frasco nº	Segregado	Volume (L)
31	Resíduo $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{Ca}(\text{OH})_2$	n.c.
32	Resíduo de sílica gel	n.c.
33	Insumo KNO_3	0
34	Resíduo Fe e Cu	0
35	Insumo alúmen Al e K	n.c.
36	Resíduo Cu e Zn	0,050
37	Resíduo Ag e Cu	0,010
38	Rejeito I_2 em meio CHCl_3	0,50
39	Insumo HCl	0
40	Insumo KHSO_4	150 g
41	Insumo HBr	1,0
42	Insumo FeSO_4	n.c.
43	Insumo ZnSO_4	n.c.
44	Resíduo Fe e Zn	0
45	Alúmen Cr e K	0,60
46	Resíduo Sn	n.c.
47	Insumo I_2	1,40
48	Insumo K_2CrO_4	n.c.
49	Insumo do $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	n.c.
50	Insumo $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	n.c.
51	Insumo FeSO_4	n.c.
52	Insumo CuSO_4	n.c.
54	Acetato e Acetona Celulose	0
55	Insumo CuSO_4	0,20
56	Resíduo etanol	0,70
57	Resíduo ácido acético e clorofórmio	1,0
58	Insumo Cu	0,50
59	Insumo Zn	n.c.
60	Resíduo Metanol	0,10
61	Insumo CCl_4	0
62	Resíduo álcool etílico	n.c.
63	Insumo acetanilida	n.c.

Continuação da Tabela 3 - ...

Frasco nº	Segregado	Volume (L)
64	Insumo p-nitroacetanilida	n.c.
65	Insumo ácido acetil salicílico	n.c.
66	Insumo da p-nitro-N,N-dimetilamina	n.c.
67	Rejeito do etanol (dissolver a dibenzalacetona)	n.c.
68	Insumo dibenzalacetona	n.c.
69	Insumo do α -nitroso β -naftol	n.c.
70	Insumo fenol	0,50
71	Resíduo álcool + éter	0,50
72	Resíduo metanol + propanol	0
73	Resíduo Fe	0
74	Resíduo Cu e MoO_4^{2-}	0
75	Rejeito do precipitado e fase (Pb aquosa)	0
76	Rejeito clorofórmio (partes a e b)	0
77	Rejeito éter (parte a)	0
78	Rejeito benzeno (parte a)	0
79	Resíduo Cu (partes b, c e e)	0
80	Rejeito I_e em meio de CCl_4	0
81	Rejeito CCl_4 + CHCl_3	0
82	Rejeitos	0
83	Rejeito éter etílico	0
84	Resíduo Cr	5,0
s.n.	Álcool isopropílico	0,20
s.n.	Mg	0,80
s.n.	Anal. Org. / Solubilidade ácido base (3ª aula)	1,0
s.n.	Anal. Org. / Prática 01	0,80
s.n.	Anal. Org. / Extração ácido/base	0,70
TOTAL		42,5

n.c. frascos não colocados; s.n. frascos sem número.

No final do semestre foram coletados 88 frascos sendo que destes em 43% foi descartado segregado, em 23% não foi descartado segregado, 25% não foi encontrado e 6% não foi rotulado conforme a metodologia proposta.

A Ilustração 7 apresenta a proporção de segregado passivo inorgânico e orgânico que foi sendo descartado ao longo do segundo semestre de 2011. Pode-se observar que a porcentagem de segregado inorgânico é maior, assim como na ilustração 6.

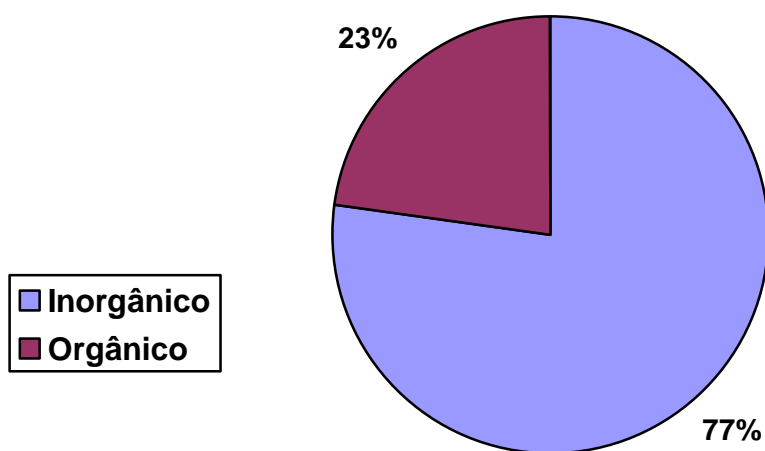


Ilustração 7
Porcentagem de segregados ativos orgânicos e inorgânicos.

3.7 Tratamento do resíduo (segregado) passivo.

No início do projeto foi realizado um levantamento sobre o segregado passivo gerado em aulas experimentais, apresentados na Tabela 2. Os tratamentos realizados neste segregado serão apresentados a seguir.

3.7.1 Tratamento do segregado inorgânico passivo

Os segregados inorgânicos dos grupos 1, 2, 3 e 4, Tabela 2, foram tratados seguindo a metodologia apresentada na ilustração 8.

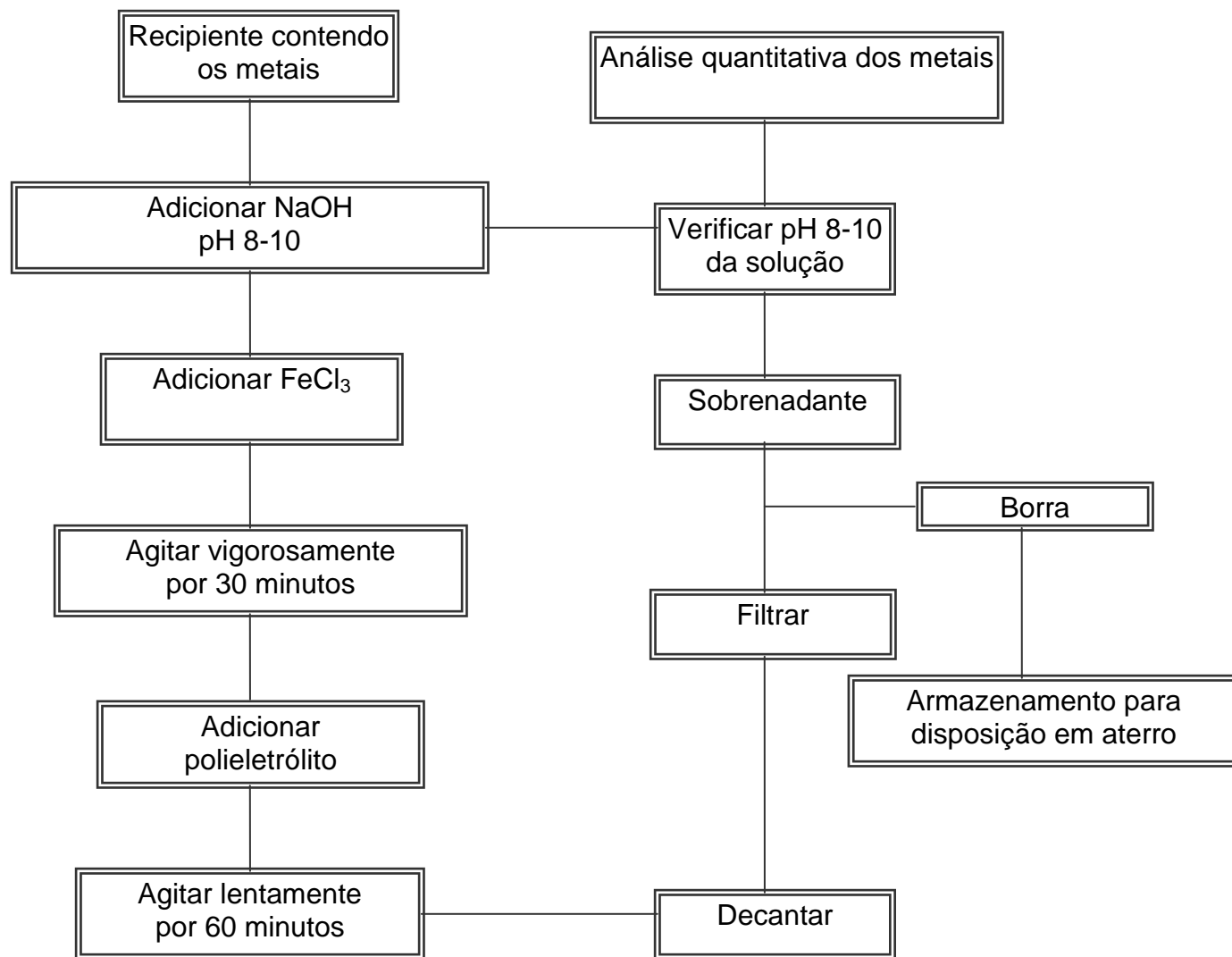


Ilustração 8

Fluxograma indicativo do tratamento dos resíduos passivos contendo metais.

O tratamento físico-químico consistiu na adição de hidróxido de sódio sólido com homogeneização constante até valor de pH 8-10 (medido com auxílio de papel indicador universal) nesta etapa inicia-se a formação dos precipitados. Após ajuste no valor de pH foi adicionado, com agitação vigorosa, cloreto de ferro (III) sólido e com agitação lenta o coagulante.

Após a decantação dos precipitados efetuou-se a filtração em papel de filtro. A borra foi colocada em bandejas de plástico, para secagem ao ar e posteriormente transferida para compartimentos de plástico, devidamente rotulados.

No filtrado mediu-se novamente o valor de pH quando necessário ajustou-se entre 8-10. Antes de descartar o filtrado (efluente) em água corrente efetuou-se a análise quantitativa dos metais utilizando-se um espectrofotômetro de absorção atômica com chama.

A Tabela 4 apresenta a concentração dos metais dos grupos 1, 2 e 3 antes e após o tratamento físico-químico. Observa-se que a concentração da maioria apresenta-se abaixo do valor especificado para o descarte do efluente em água corrente segundo a legislação do Estado de São Paulo artigo 19A (LEI n.º. 997/76) do Decreto 8.468 (CETESB).

Observa-se na Tabela 4 que a concentração dos metais Hg(I) (grupo 1), Hg(II), Cu(II), Cd(II) (grupo 2) após tratamento físico-químico, não atingiram os valores especificados pela legislação. Porém, nota-se que houve uma redução significativa na concentração dos metais mencionados acima, ou seja, uma eficiência de remoção Hg(I) (grupo 1) de 95,5%; grupo 2: Hg(II) de 55,0%; Cu(II) de 97,3% e de Cd(II) de 92,4%.

Tabela 4
Concentração em mg.L⁻¹ dos metais antes e após o tratamento físico-químico e o especificado pela legislação dos cátions dos grupos .

Metal	Antes Tratamento	Após Tratamento	Especificado
Grupo 1 pH = 1,0 e 9,0 antes e após o tratamento, respectivamente.			
Ag	0,90	0,09	1,50
Pb	275	0,78	1,50
Hg	2.727	122	1,50
Grupo 2 pH = 1,0 e 8,0 antes e após o tratamento, respectivamente.			
Hg	2.267	1.249	1,50
Pb	30	0,91	1,50
Bi	25,4	1,11	NC
Cu	2.598	70	1,50
Cd	206	15,6	1,50
Grupo 3 pH = 1,5 e 9,0 antes e após o tratamento, respectivamente.			
Ni	238	0,61	2,00
Co	258	9,10	NC
Fe _{total}	830	0,44	15,00
Mn _{total}	356	0,11	1,00
Al	16,5	0,30	NC
Cr _{total}	279	0,21	5,00
Zn	1.500	0,070	5,00

NC - São parâmetros não controlados pelos artigos 18 e 19A da CETESB (lei 997/76) e artigo 21 da Conama (20/86).

3.7.2 Tratamento do segregado orgânico passivo

Na Tabela 5 são apresentados os tratamentos realizados nos segregados orgânicos passivos de 1 a 20.

Tabela 5
Tratamentos dos segregados orgânicos passivos

Identificação	Tratamento realizado
1 - 5, 7, 9, 11 – 13, 15 – 17 e 20	Ajustou-se o valor de pH entre 8-10 e descartou-se o efluente em corrente de água.
6, 8, 10, 18, e 19	Foi separada a fase imiscível em meio aquoso. Na fase aquosa ajustou-se o valor de pH entre 8-10 e descartou-se o resíduo em corrente de água. A fase orgânica foi descartada em três correntes: clorados (clorofórmio e tetracloreto de carbono), não clorados (éter e fenol), separadamente .
14	Tratamento físico-químico (ilustração 9)

Os segregados contendo clorados e éter, foram armazenados, para posteriormente serem incinerados, bem como, aqueles contendo fenol que foram armazenados para efetuar-se a recuperação que será descrita posteriormente.

Como mencionado anteriormente o segregado orgânico 14 foi tratado como inorgânico contendo metais. Seguiu-se o mesmo procedimento descrito na Ilustração 9, porém o filtrado apresentou coloração amarela devido a presença de Cr(VI). O mesmo foi transferido para um frasco de polietileno de alta densidade e o precipitado foi

armazenado. O tratamento físico-químico realizado no filtrado está apresentado na Ilustração 9.

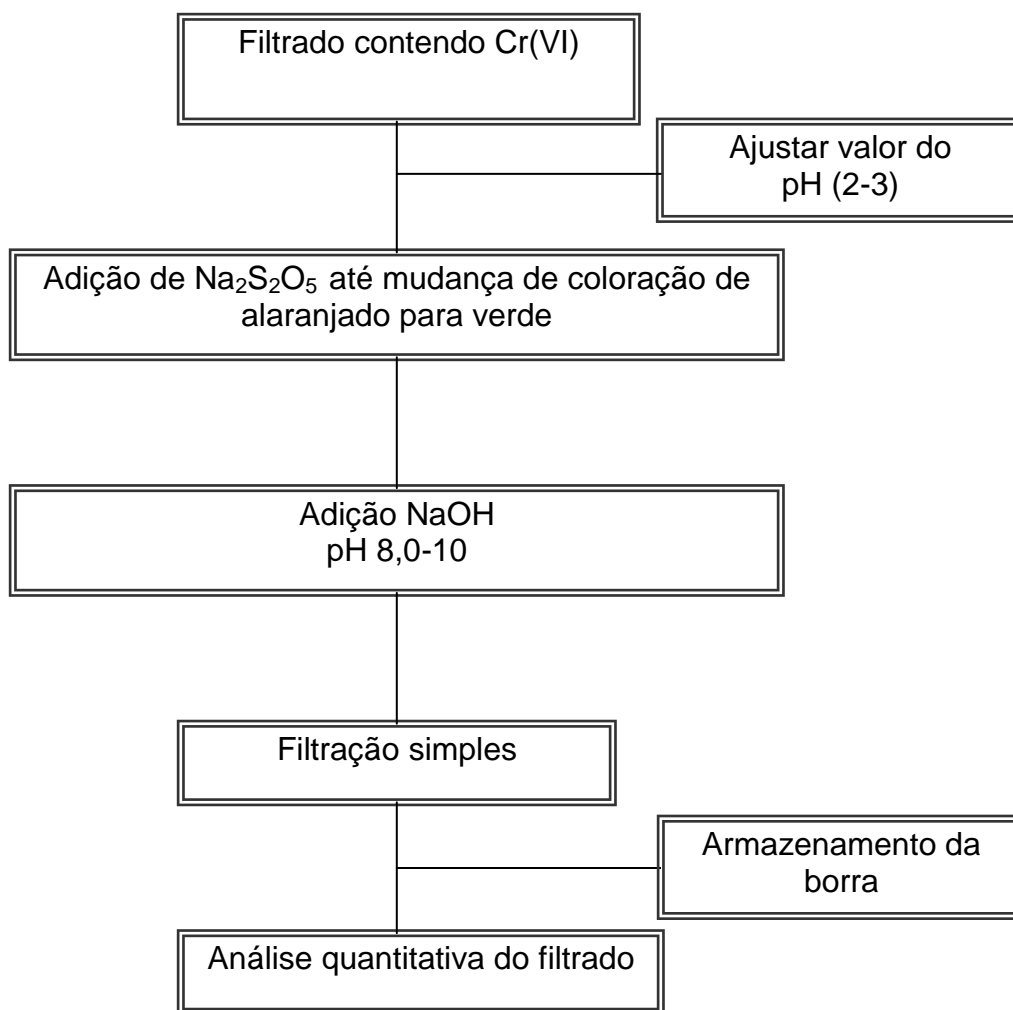


Ilustração 9
Tratamento físico-químico do Cr(VI)

O filtrado foi acidificado com ácido sulfúrico e o Cr(VI) foi reduzido a Cr(III) adicionando-se metabissulfito de sódio. Durante esta reação ocorre a liberação de SO₂.

Após a reação de óxido-redução ajustou-se o valor de pH entre 8,0-10, realizou-se a filtração e a borra foi seca ao ar e armazenada em frasco de plástico. No filtrado

realizou-se a análise quantitativa com a finalidade de avaliar a concentração de Cr(total) e descarte em corrente de água.

3.7 Tratamento do segregado ativo (segundo semestre de 2011)

A Tabela 3 apresentou a quantidade de segregado gerado ao longo do segundo semestre de 2011.

A seguir serão descritas as etapas realizadas para efetuar-se os tratamentos desses segregados.

3.7.1 Análise qualitativa e quantitativa dos metais nos segregados contendo metais

Todo o processo de segregação foi realizado com o objetivo de viabilizar a separação, reciclo e reutilização dos metais presentes no mesmo.

Com esta finalidade, após a coleta dos frascos, alguns segregados foram analisados qualitativamente seguindo o procedimento descrito no capítulo 2, item 2.3. As análises qualitativa e quantitativa (utilizando a técnica de absorção atômica com chama) foram realizadas nos frascos de números: 05-09, 18, 19, 21, 36 e 45. Esses resultados estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6

Análise Qualitativa e Quantitativa de alguns segregados inorgânicos gerados de agosto a dezembro de 2011

Frasco	Análise
Cu (5) pH = 2,0	Qualitativa: Cu, Ni, Cr e Zn Quantitativa: 1.479, 0,43, 0,24 e 189 mg.L ⁻¹
Cu (5') pH < 1,0	Qualitativa: Cu Quantitativa: 1.520 mg.L ⁻¹
Bi (6) pH < 1,0	Qualitativa: Bi, Pb Quantitativa: 18 e 168 mg.L ⁻¹
Co e Ni (7) pH = 8,0	Qualitativa: Co e Ni Quantitativa: 30 e 0,45 mg.L ⁻¹
Co e Ni (7') pH = 1,5	Qualitativa: Ni e Fe Quantitativa: 552 e 77 mg.L ⁻¹
Co e Ni (7'') pH = 6,0	Qualitativa: Ni, Co e Zn Quantitativa: 66,9, 614 e 0,28 mg.L ⁻¹
Co e Ni (7''') pH < 1,0	Qualitativa: Co, Ni, Fe, Cd Quantitativa: 1.271, 565; 1.023 e 0,84 mg.L ⁻¹
Fe e Mn (8) pH = 2,5	Qualitativa: Mn, Al, Zn e Fe Quantitativa: 2.696, 7,3, 2,94 e 667 mg.L ⁻¹

continuação da Tabela 6 - ...

Fe e Mn (8')	Qualitativa: Mn, Zn e Fe
pH = 4,0	Quantitativa: 2.592, 0,86 e 7,7 mg.L ⁻¹
Fe e Mn (8'')	Qualitativa: Mn, Al, Cr, Zn e Fe
pH = 4,0	Quantitativa: 1.956, 7,76, 6,99 29,8 e 1.918 mg.L ⁻¹
Fe e Mn (8''')	Qualitativa: Fe, Mn, Ni e Co
pH = 8,0	Quantitativa: n.d., 76, 17 e 93 mg.L ⁻¹
Cr, Zn e Al (9)	Qualitativa: Mn, Cr, Zn e Fe
pH = 2,5	Quantitativa: 2.903, 13, 3,9 e 667 mg.L ⁻¹
Cr, Zn e Al (9')	Qualitativa: Co, Cr
pH = 2,0	Quantitativa: 18,1 e 276 mg.L ⁻¹
Cr, Zn e Al (9'')	Qualitativa: Fe
pH = 9,5	Quantitativa: 0,19 (Cr), 0,08 (Zn), n.d. (Al) e 0,12(Fe) mg.L ⁻¹
Mn (18)	Qualitativa: Mn e Fe
pH = 3,0	Quantitativa: 340 e 0,29 mg.L ⁻¹
Co (19)	Qualitativa: Co, Ni e Fe
pH = 4,5	Quantitativa: 2.616, 8,91 e 7,12 mg.L ⁻¹
Co e Cr (21)	Qualitativa: Co, Cr, Zn e Fe
pH = 3,0	Quantitativa: 1.902, 706, 0,14 e 7,7 mg.L ⁻¹

continuação da Tabela 6 - ...

Cu e Zn (36)	Qualitativa: Cd, Fe e Zn
pH = 3,0	Quantitativa: 0,39, 33,9 e 8.503 mg.L ⁻¹
Cr (45)	Qualitativa: Cr
pH = 1,0	Quantitativa: 17.098 mg.L ⁻¹

Na Tabela 6 pode-se observar que em 74% dos 19 frascos analisados ocorreu a presença de outros metais além dos indicados no rótulo. Nos de número 7^o e 36 tem-se a presença de íons Cd, diferentemente de outros metais, em concentração abaixo da permitida para descarte em água corrente segundo a Legislação do Estado de São Paulo artigo 19A (LEI n^o. 997/76) do Decreto 8.468 (CETESB).

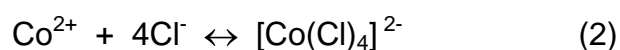
3.7.2 Avaliação da separação de Ni e Co nos segregados

Com a finalidade de promover a separação dos íons Ni(II) e Co(II) presentes nos segregados foram realizados alguns testes utilizando-se uma resina aniônica fortemente básica e o procedimento realizado está descrito a seguir.

Para a preparação da coluna de troca iônica misturou-se em um béquer uma certa quantidade de resina de troca aniônica fortemente básica, na forma de cloreto, com uma solução de ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹. A mistura foi transferida, com auxílio de um funil para uma bureta de 25 mL (contendo lã de vidro na sua extremidade inferior) até obter-se uma coluna de resina de 10 a 12 cm de altura.

Passou-se pela coluna duas porções de 5 mL de ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹, mantendo uma vazão de saída de 2 a 3 mL por minuto.

Preparou-se uma amostra sintética contendo os íons Ni(II) e Co(II) em meio de uma solução de ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹. Neste meio os íons Ni(II) formam um complexo catiônico e os íons Co(II) formam um complexo aniônico, conforme as reações químicas 1 e 2.



Transferiu-se, com uma pipeta, 2,00 mL desta solução para o topo da coluna. Eluiu-se o complexo amarelo esverdeado de NiCl⁺ com ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹.

Após a eluição de todo o Ni procedeu-se à eluição do Co com ácido clorídrico 4 mol.L⁻¹, usando-se a mesma vazão de eluente. À medida que o ácido clorídrico 4 mol.L⁻¹ foi eluído, o complexo azul CoCl₄²⁻, foi destruído e apareceu em seu lugar um complexo de cor rosa, Co(H₂O)₄²⁺, no qual os íons Cl⁻ foram substituídos por moléculas de água. Desta forma conseguiu-se efetuar a separação destes cátions em amostra sintética.

Terminada a eluição da amostra, passou-se uma solução de ácido clorídrico 0,5 mol.L⁻¹ através da coluna para remover outros íons que tenham se ligado ao polímero da resina, retirou-se a resina da coluna e a mesma foi armazenada em uma solução de ácido clorídrico 0,05 mol.L⁻¹.

Para realizar os testes no segregado utilizou-se o número 7, Tabela 6. Transferiu-se o mesmo (aproximadamente 120 mL) para um béquer e efetuou-se a

evaporação até aproximadamente 25 mL. A solução restante foi transferida para um balão volumétrico de 100 mL e completou-se o volume com ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹.

Na amostra do segregado todos os testes foram efetuados em batelada. Para isso transferiu-se aproximadamente 20 g de resina para dois erlenmeyers (identificados como 1º e 2º).

O condicionamento da resina foi realizado durante 20 min., com agitação constante, utilizando ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹.

Retirou-se o ácido e transferiu-se o segregado para o primeiro erlenmeyer. Manteve-se a agitação constante durante 20 min. e observou-se a mudança de coloração da resina de amarela para azul, característica da solução do complexo de Co. O teste qualitativo nesta etapa indicou a presença de íons Co(II) na solução.

Transferiu-se toda a solução para o segundo erlenmeyer e efetuou-se novamente agitação constante durante 20 min. A resina tornou-se azul, porém com menor intensidade, efetuou-se um teste qualitativo na solução e novamente esse indicou a presença de íons Co(II).

Adicionou-se aos dois erlenmeyers uma solução de ácido clorídrico 4 mol.L⁻¹ e efetuou-se a agitação constante durante 20 min. Observou-se o descoramento da resina (azul para amarelo) e a mudança de coloração da solução para rosa, característica do aquocomplexo de Co(II). Efetuou-se este procedimento cinco vezes.

Não foi possível separar os íons Ni(II) e Co(II) na amostra de segregado, pois após agitação da solução em meio de ácido clorídrico 9 mol.L⁻¹ foi identificada a presença dos íons Co(II) que deveriam estar retidos na resina diferentemente dos íons Ni(II).

3.7.3 Tratamento dos segregados ativos inorgânicos

Todos os tratamentos realizados nos segregados ativos inorgânicos, Tabela 3, estão apresentados na Tabela 7.

Nos segregados, quando necessário, após o tratamento físico-químico foi realizada a análise quantitativa utilizando a técnica de absorção atômica com chama para posteriormente descartar o efluente seguindo a legislação do Estado de São Paulo artigo 19A (LEI nº. 997/76) do Decreto 8.468 (CETESB).

Tabela 7
Tratamento dos segregados inorgânicos ativos

Identificação	Tratamento realizado
3-12, 15-21, 36 e 37	transferidos para frascos maiores (bombonas). Rotuladas da seguinte forma: Pb (A); Hg (B); Fe, Mn, Co, Ni, Mn, Cr, Al e Zn (C) e Ag, Cu, Bi, Hg, Ba, Ca, Sr, Mg (D). Esses segregados foram tratados como indicado na ilustração 9.
22 e 23	foram transferidos, separadamente, para erlenmeyers. Evaporou-se o solvente e obtiveram-se cristais de alaranjado de metila e azul de metileno.
40, 41 e 47	foram armazenados para reutilização.
5', 55 e 58	foram transferidos para um erlenmeyer onde evaporou-se o solvente, adicionou-se ácido clorídrico e evaporou-se novamente até obter cristais de cloreto de cobre.
45 e 84	tratados conforme ilustrações 9 e 10.

3.7.4 Tratamento dos segregados ativos orgânicos

Todos os tratamentos realizados nos segregados ativos orgânicos, Tabela 3, estão apresentados na Tabela 8.

Os segregados 57, 70 e 16-17 (Tabela 2) foram tratados e recuperados. Os procedimentos serão descritos posteriormente.

Tabela 8
Tratamento dos segregados orgânicos ativos

Identificação	Tratamento realizado
27	o insumo da acetona foi armazenado para reutilização.
57	Contendo ácido acético e clorofórmio foi tratado conforme procedimento que será descrito posteriormente.
70	o insumo do fenol foi tratado conforme procedimento que será descrito posteriormente.
28, 38 e análise orgânica/prática 01	foram transferidos para um funil de separação os clorados (CHCl_3 e CCl_4) foram armazenados para incineração.
Análise orgânica/extração ácido-base e solubilidade ácido base (3ª aula)	foram transferidos para um funil de separação e o não clorado (éter) foi armazenado para incineração.
71	foi transferido para o roto-evaporador onde os mesmos foram separados.
56, 60 e álcool isopropílico	foram misturados e armazenados para incineração.

3.7.5 Recuperação do clorofórmio do segregado ativo

Na Tabela 3, contendo o segregado do segundo semestre de 2011, foi apresentado o segregado 57 contendo ácido acético e clorofórmio.

O clorofórmio foi recuperado através de um procedimento simples. Adicionou-se ao segregados hidrogenocarbonato de sódio, este foi transferido para um funil de separação, a fase aquosa foi separada da fase orgânica e a última foi lavada por cinco vezes com água destilada (ou até obter-se valor de pH próximo a 7). A água de lavagem foi descartada e ao clorofórmio adicionou-se sulfato de magnésio, utilizado como secante. Com este procedimento foi possível recuperar 182 mL de clorofórmio.

3.7.6 Recuperação do fenol dos segregados passivo e ativo

Nas Tabelas 2 (16 e 17) e 3 (70) foram apresentados os segregados contendo fenol. Para a recuperação dos mesmos transferiu-se os segregados para um funil de separação onde adicionou-se água destilada, separou-se o fenol da água e o primeiro foi lavado várias vezes com hidrogenocarbonato de sódio.

Ao fenol adicionou-se sulfato de magnésio sólido, secante, e posteriormente levou-se para um roto-evaporador. O fenol recuperado foi rotulado para ser utilizado novamente nas aulas práticas de laboratório.

4. CONCLUSÕES

O grupo conseguiu durante os meses de Fevereiro de 2011 a Janeiro de 2012 atingir alguns objetivos do Programa de Gerenciamento e Tratamento de Resíduos propostos neste projeto. Sendo estes: levantamento sobre os reagentes e soluções segregados nas aulas práticas do laboratório de Química da UPM, reorganização do almoxarifado de reagentes, levantamento das fichas de informações de segurança dos produtos químicos, entre outros.

Todo o segregado foi tratado (passivo e ativo). Aqueles contendo metais, após tratamento, físico-químico foram filtrados. O precipitado obtido (borra) foi seco ao ar e armazenado e o filtrado após análise quantitativa foi descartado na corrente de água. Observou-se uma eficiência bastante significativa no tratamento dos segregados.

Os segregados orgânicos, quando possível, foram recuperados. Outros foram identificados para futuramente serem incinerados.

Até o presente relatório não foi possível obter convênios com empresas que possibilitassem a incineração dos segregados orgânicos (não recuperados). Principalmente devido a quantidade gerada até o momento. Observou-se que segregados potencialmente tóxicos apresentaram uma diminuição no descarte. O Cd teve uma redução de 99% quando comparou-se o segregado passivo e ativo.

Com o Programa de Gerenciamento e Tratamento de Resíduos implementado a continuidade dependerá exclusivamente da colaboração dos técnicos, professores, alunos e auxiliares do Laboratório de Química da UPM no descarte e tratamento dos segregados. Todo este trabalho contará com a supervisão da Coordenadora do Curso de Química e também Supervisora dos Laboratórios de Química da UPM – Profa. Dra. Márcia Guekezian.

5. ETAPAS FUTURAS

Com a finalidade de gerar um número menor de frascos para descarte pretende-se efetuar algumas alterações na linha de segregação. A Tabela 9 apresenta a nova rotulação dos frascos.

Tabela 9
Frascos para a segregação

Frasco nº	Espécie
01	Resíduo Ag (identificação)
02	Resíduo Ag (separação)
03	Rejeito Pb
04	Rejeito Hg
05	Resíduo Cu, Bi e Sn
06	Resíduo Co, Ni, Fe, Mn, Cr, Zn, Al
07	Resíduo Ba, Ca, Sr, K, Na e NH_4^+
08	Insumo BaSO_4
09	Insumo Fe_2O_3
10	Resíduo Ag (Mohr)
11	Resíduo Ag (Fajans)
12	Resíduo Ag (Volhard)
13	Resíduo Alaranjado de metila
14	Resíduo Azul de metileno
15	Insumo BaCl_2
16	Insumo da acetanilida
17	Insumo Acetona
18	Rejeito I_2 em meio CCl_4
19	Resíduo Benzeno
20	Resíduo $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{Ca}(\text{OH})_2$
21	Insumo KNO_3
22	Resíduo Fe e Cu
23	Resíduo Cu e Zn
24	Resíduo Ag e Cu
25	Insumo HCl

Continuação da Tabela 9 - ...

Frasco nº	Espécie
26	Insumo KHSO_4
27	Insumo HBr
28	Insumo FeSO_4
29	Insumo ZnSO_4
30	Insumo I_2
31	Insumo K_2CrO_4
32	Insumo $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$
33	Insumo CuSO_4
34	Acetona e Acetona Celulose
35	Resíduo etanol + metanol
36	Resíduo ácido acético e clorofórmio
37	Insumo CCl_4
38	Insumo acetanilida
39	Insumo p-nitroacetanilida
40	Insumo ácido acetil salicílico
41	Insumo do α -nitroso β -naftol
42	Práticas 1, 6 e 8 (análise orgânica)
43	Práticas 2, 3, 4, 5, 7 e 9 (análise orgânica)
44	Rejeito fenol
45	Resíduo álcool + éter
46	Resíduo Fe
47	Resíduo Cu e MoO_4^{2-}
48	Rejeito do precipitado e fase (Pb aquosa)
49	Rejeito benzeno (parte a)
50	Resíduo Cu (partes b, c e e)
51	Resíduo Cr
52	Insumo nitrobenzeno
53	Insumo propanal

- Eliminação da segregação de íons como Hq(I e II) e Pb(II).
- Continuar estudos para a reciclagem dos segregados e possível reutilização.
Para isso será submetido um novo projeto;
- Busca de convênios com empresas que possam incinerar o segregado orgânico ;
- Consulta a CETESB para melhor disposição de rejeitos em aterros de classe I;
- Solicitar aos Professores informações sobre a alteração de aulas experimentais;
- Avaliar juntamente com os Professores no início do 1º semestre de 2012 o Programa de Gerenciamento de Resíduos;
- Apresentar aos Professores, alunos e funcionários os resultados obtidos até o presente relatório.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. OLIVEIRA, W.P. **Segurança com Produtos Químicos**. 2^a ed. [S.l.:s.n.], 1979.
2. FUNDACENTRO. **Guia pa Rotulagem Preventiva de Produtos Químicos Perigosos**. 3^a ed. São Paulo: Sociedade Interamericana de Empreendimentos Culturais , 2010.
3. PITT, M.J. a PITT, E. **Handbook of Laboratory Waste Disposal**. New York:John Wiley & Sons , 2011.
4. MANCHEM, S.E. **Fundamental of Environmental Chemistry**. New York:Lewis Publishers, [2010].
5. JARDIM, W.F. Gerenciamento de Resíduos Químicos em Laboratório de Ensino e Pesquisa, **Química Nova** 21(5), 671-673, 1998.
6. INTIMA, D.P., GAUBEUR, I. e GUEKEZIAN, M. **Tratamento de Resíduos Metálicos Gerados nas Aulas de Química Analítica da Universidade Presbiteriana Mackenzie**. In: X Encontro Nacional de Química Analítica, Santa Maria-RS, 1999.
7. FÈLIX, F. S., INTIMA, D.P., GAUBEUR, I. e GUEKEZIAN, M. **Tratamento de Efluentes Químicos Gerados no Laboratório de Química da Universidade Presbiteriana Mackenzie**. In: I Encontro de Iniciação Científica, UPM-São Paulo, 2000.
8. FÈLIX, F.S., INTIMA, D.P., GAUBEUR, I. e GUEKEZIAN, M. **Tratamento de Efluente Contendo Prata, Chumbo e Mercúrio Proveniente de Aula Prática de Química Analítica Qualitativa**. In: II Encontro de Iniciação Científica, UPM-São Paulo, 2001.

9. FÉLIX, F.S. **Tratamento dos Resíduos no Laboratório de Química da Universidade Presbiteriana Mackenzie**. Monografia apresentada para conclusão do curso de Química sob orientação da Profa. Dra. Ivanise Gaubeur, São Paulo, 2001.
10. CUNHA, C. J. O Programa de Gerenciamento dos Resíduos Laboratoriais do Depto de Química da UFPR, **Química Nova** 24 (3), 424-427, 2001.
11. AMARAL, S. T., *et al.* Relato de uma Experiência: Recuperação e Cadastramento de Resíduos dos Laboratórios de Graduação do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. **Química Nova** 24 (3), 419-423, 2001.
12. AFONSO, J. C., *et al.* Gerenciamento de Resíduos Laboratoriais: Recuperação de Elementos e Preparo para Descarte Final. **Química Nova** 26 (4), 602-611, 2003.
13. ALBERGUINI, L. B., SILVA, L. C. e REZENDE, M. O. O. Laboratório de Resíduos Químicos do Campus USP-São Carlos- Resultados da Experiência Pioneira em Gestão e Gerenciamento de Resíduos Químicos em um Campus Universitário. **Química Nova** 26 (2), 291-295, 2003.
14. BACCAN, N. *et. al.* **Química Analítica Quantitativa Elementar**. 5^a ed. São Paulo:Edgard Blücher, 2008.

Profa. Dra. Márcia Guekezian
(líder do projeto)