

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE EDUCAÇÃO E SAÚDE  
UNIDADE ACADÊMICA DE EDUCAÇÃO  
CAMPUS DE CUITÉ

**GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS QUÍMICOS GERADOS NO  
LABORATÓRIO DE ENSINO DE QUÍMICA ANALÍTICA NO CES/UFCG**

CUITÉ - PB  
NOVEMBRO / 2011

**TÁCIA THAISA DE LIMA SILVA**

**GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS QUÍMICOS GERADOS NO  
LABORATÓRIO DE ENSINO DE QUÍMICA ANALÍTICA NO CES/UFCG**

Monografia apresentada ao Curso de Licenciatura Plena  
em Química da Universidade Federal de Campina  
Grande, Centro de Educação e Saúde, como forma de  
obtenção do Grau de Licenciado em Química

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Cláudia Patrícia Fernandes dos Santos

CUITÉ - PB  
NOVEMBRO / 2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA NA FONTE  
Responsabilidade Jesiel Ferreira Gomes – CRB 15 – 256

S586e Silva, Tácia Thaisa de Lima.

Gerenciamento de resíduos químicos gerados no laboratório de química analítica do CES/UFCG. / Tácia Thaisa de Lima Silva. – Cuité: CES, 2011.

92 fl.

Monografia (Curso de Licenciatura em Química) – Centro de Educação e Saúde / UFCG, 2011.

Orientadora: Dr<sup>a</sup>. Cláudia Patrícia F. dos Santos.

1. Resíduos químicos. 2. Resíduos químicos - gerenciamento. 3. Química -resíduos químicos. I. Título.

Biblioteca do CES - UFCG

CDU 662.216.2

**TÁCIA THAISA DE LIMA SILVA**

**GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS QUÍMICOS GERADOS NO  
LABORATÓRIO DE ENSINO DE QUÍMICA ANALÍTICA NO CES/UFCG**

Monografia apresentada ao Curso de Química, para obtenção do grau de Licenciado em  
Química

Aprovada em 30/11/2011

**BANCA EXAMINADORA**

\_\_\_\_\_  
Prof<sup>ª</sup> Dr. Cláudia Patrícia Fernandes dos Santos (Orientadora)

\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Marciano Henrique de Lucena Neto (Avaliador)

\_\_\_\_\_  
Prof<sup>ª</sup> Dr. Denise Domingos (Avaliadora)

*Dedico este trabalho à minha **mãe** guerreira, que me apoiou em todas as decisões que tomei na vida, e ao meu namorado **Érick Caíque**, por estar ao meu lado em todas as horas.*

**Agradecimentos:**

Agradeço primeiramente a Deus, minha fortaleza, por seu imenso amor, misericórdia e por se fazer presente em todos os momentos da minha vida.

Aos meus pais Severino Félix da Silva e Maria Eunice de Lima Silva, por todo o esforço que tiveram para que eu chegasse até aqui e principalmente pelo amor que minha mãe tem por mim.

À professora Cláudia, por sua orientação e pelo crescimento individual que ela me ofertou.

Às minhas irmãs Silvia e Soneide e também a todos os meus familiares que acreditaram sempre em mim.

Ao meu namorado Érick Caíque que me oferta o amor que necessito para ser feliz e por seu apoio e por sua compreensão para comigo.

Aos meus amigos, pela ajuda e pelo ombro amigo que me ofereceram durante todo este curso, especialmente, Luan, Manoel Marcelino, Everson, Sanny, Thayse, Ádila, Augusto e Ricardo com quem dividi esta jornada. Toda a minha gratidão!

A toda turma de Química 2007.2 pelo companheirismo e amizade que tivemos durante estes quatro anos.

A todos os meus professores, pela colaboração, ajuda e paciência. Se hoje me sinto apta para meu trabalho, foi porque eles me proporcionaram isto.

Ao professor Marciano por me apoiar em minhas decisões, pela amizade, pelo seu exemplo de humildade e por contribuir muito para a minha vida acadêmica.

Ao diretor do CES, Ramilton Marinho.

À técnica Mislene por sua ajuda para a realização deste trabalho.

Aos funcionários do CES, especialmente à secretária de Química Fernanda por seu auxílio na organização da minha vida acadêmica.

A todos que contribuíram de forma direta e indireta pela a concretização de mais um objetivo da minha vida.

*“A imaginação é mais simples que a ciência, porque a ciência é limitada, ao passo que a imaginação abrange o mundo inteiro”*

*Einstein.*

## RESUMO

O presente trabalho consiste em avaliar as atividades do laboratório de ensino de Química Analítica da Universidade Federal de Campina Grande *campus Cuité*, na busca por melhores condições em todas as atividades laboratoriais do âmbito acadêmico, fomentando assim um novo modo de desenvolvimento que está objetivado na busca do ensino sustentável. A principal finalidade deste trabalho é realizar o gerenciamento dos resíduos laboratoriais, a partir da segregação dos resíduos provenientes das aulas experimentais desenvolvidas no laboratório e da sua recuperação por meio de tratamentos respectivos a cada tipo de resíduos. Desse modo, o estudo foi realizado através de testes de precipitação. Assim foram tratados quatro tipos de resíduos diferentes, sendo eles: Cobre (II), Prata (I), Chumbo (II) e Dicromato. Para cada tipo de resíduo, houve uma forma de tratamento. Assim foi possível recuperar todos os resíduos através de métodos de precipitação.

**Palavras-chave:** gerenciamento; resíduos.

## **ABSTRACT**

The present work is to evaluate the activities of the teaching laboratory of Analytical Chemistry, Federal University of Campina Grande campus Cuité in the search for better conditions in all the academic activities of the laboratory, thus promoting a new way of development that targeted in the search teaching sustainable. The main purpose of this work is to make the management of laboratory waste from the segregation of waste from the experimental classes developed in the laboratory and its recovery through their treatments for each type of waste. Thus, the study was performed by precipitation tests. Were so used four different types of waste, as follows: Copper (II), Silver (I), Lead (II) and dichromate.

Keywords: management; waste.

**LISTA DE FIGURAS**

<b>Figura 1:</b> diagrama de Hommel. ....	51
<b>Figura 2:</b> Rótulo padrão .....	52
<b>Figura 3:</b> resíduo de prata sólida sendo filtrado. ....	64
<b>Figura 4:</b> resíduo de prata sólida. ....	64
<b>Figura 5:</b> Óxido de prata recuperado.....	65
<b>Figura 6:</b> resíduo de cobre.....	66
<b>Figura 7:</b> precipitado de $\text{Cu}(\text{OH})_2$ .....	66
<b>Figura 8:</b> precipitado sendo filtrado.....	66
<b>Figura 9:</b> óxido de cobre... ..	66
<b>Figura 10:</b> resíduo recuperado, $\text{CuSO}_4$ .....	67
<b>Figura 11:</b> resíduo de chumbo sólido sendo filtrado.....	68
<b>Figura 12:</b> resíduo de cloreto chumbo sólido.....	68
<b>Figura 13:</b> resíduo de cromato chumbo sólido.....	69
<b>Figura 14:</b> Resíduo sulfeto de chumbo filtrado.....	69
<b>Figura 15:</b> Sulfeto de chumbo recuperado.....	69
<b>Figura 16:</b> Cromo III.....	70
<b>Figura 17:</b> Solução de $\text{CrCl}_3$ .....	70

**LISTA DE FLUXOGRAMAS**

<b>Fluxograma 1:</b> Marcha analítica do Grupo I de Cátions.....	36
<b>Fluxograma 2:</b> Marcha analítica do Grupo II de Cátions.....	37
<b>Fluxograma 3:</b> Marcha analítica do Grupo III de Cátions.....	39
<b>Fluxograma 4:</b> Marcha analítica do Grupo IV de Cátions.....	41
<b>Fluxograma 5:</b> Marcha analítica do Grupo V de Cátions.....	43

**LISTA DE TABELAS**

**Tabela 1:** Teste simples de verificação para classificação dos resíduos.....23

**Tabela 2:** Cátions e Ânions Presentes nos Resíduos Recuperados .....55

## LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

% - Porcentagem

°C – Graus Celsius

(P+L) – Produção mais limpa

PGRQ – Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos

UG – Unidade Geradora

UGR – Unidade Geradora de Resíduos

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

UNICAMP - Universidade Estadual de Campinas

UFRGS - Universidade Federal do Rio Grande do Sul

UFPR - Universidade Federal do Paraná

UFSCar - Universidade Federal de São Carlos

UFU - Universidade Federal de Uberlândia

UGR/CEMA/UFSCar - Unidade de Gestão de Resíduos/ Coordenadoria Especial para o Meio Ambiente/ Universidade Federal de São Carlos

(NFPA) - National Fire Protection Association

EUA – Estados Unidos da América

CES/UFMG – Centro de Educação e Saúde/Universidade Federal de Campina Grande

EPI - Equipamento de Proteção Individual

EPC - Equipamentos de Proteção Coletiva

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	17
2. OBJETIVO GERAL.....	20
2.1. Objetivos específicos .....	20
3. REFERENCIAL TEÓRICO.....	21
3.1. Gerenciamento de Resíduos.....	21
3.2. Tipos de Resíduos .....	22
3.3. Inventário do Passivo.....	22
3.4. Inventário do Ativo .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.5. Caracterização Preliminar dos resíduos a serem Tratados.....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6. Hierarquia no Gerenciamento .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6.1. Minimização de Resíduos .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6.2. Microescala .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6.3 A Substituição de Reagentes e Mudanças nos Procedimentos.....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6.4. Segregação .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6.4.1. Regras Gerais de Segregação .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.6.4.2. Grupos de Resíduos.....	30
3.7. Classificação dos Resíduos que Podem ser Descartados Diretamente na Pia .....	32
3.8. Tratamento de Resíduos.....	33
3.8.1. Regra Geral para o Tratamento de Resíduos Químicos em Laboratório.....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
3.9. Fichas de Caracterização de Resíduos .....	34
3.10. Diagrama de Hommel.....	34
3.11. Rotulagem.....	35
3.11.1. Regras Gerais de Rotulagem .....	35
3.12. Classificação dos Recipientes de Resíduos .....	37
4. METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	38
4.1. Levantamento do Laboratório de Química Analítica no CES/UFMG .....	38

4.2. Análise dos Resíduos .....	38
4.2.1. Métodos Experimentais.....	39
4.2.1.1. Marcha do Grupo I.....	39
4.2.1.2. Marcha do Grupo II .....	40
4.3. Tratamento dos Cátions. ....	41
4.3.1. Tratamento da Prata .....	41
4.3.2. Tratamento do Cobre.....	41
4.3.3. Tratamento do Chumbo.....	42
4.4. Tratamento do Dicromato .....	43
4.4.1. Tratamento Cromo (III).....	43
4.4.1.1. Redução do Dicromato a Cromo III.....	43
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	44
5.1. Levantamento do laboratório de Química Analítica.....	44
5.1.1. Materiais Utilizados no Laboratório de Química Analítica .....	44
5.1.2. Reagentes Utilizados no Laboratório de Química Analítica .....	44
5.1.3. Equipamentos do Laboratório de Química Analítica.....	47
5.1.4. Equipamentos de Proteção Individual.....	47
5.1.5. Equipamentos de Proteção Coletiva.....	48
5.2. Análise dos Fenômenos que Acontecem nas Reações dos Cátions.....	48
5.2.1. Marcha do Grupo I.....	48
5.2.2. Marcha do Grupo II.....	50
5.3. Tratamento do Resíduo Sólido que Contém Prata.....	51
5.4. Tratamento do Cobre $\text{Cu}^{2+}$ .....	53
5.5. Tratamento do Sobrenadante de Chumbo(II) .....	55
5.6. Tratamento em Fase Líquida que Continha $\text{Pb}^{2+}$ .....	55
5.7. Tratamento do Dicromato .....	57
5.7.1.Redução do Dicromato a Cromo (III) .....	57

6. CONCLUSÕES .....	58
7. REFERÊNCIAS .....	59
8. ANEXOS .....	63

## 1. Introdução

A ciência Química exerce um papel cada vez mais importante no planeta Terra, porém, ainda é comum a sociedade considerá-la uma das maiores fontes causadora de poluição, principalmente nos últimos anos devido à alta demanda de emissão de gases poluentes, e por outras atividades humanas que tanto prejudicam a atmosfera. Contudo, também perpassa despercebidos diversos problemas relacionados à natureza, sobretudo ao meio ambiente, que ocorreram no transcorrer dos anos e foram ao menos minimizados com o auxílio das ciências, inclusive a Química, através da valorização e investimentos em pesquisas científicas, que se tornaram indispensáveis para um melhor desenvolvimento da sociedade como um todo.

Todavia, tem-se o reconhecimento de que diversos produtos químicos fabricados sinteticamente para benefício do homem agridem o ambiente onde vivemos. Esta consequência dá-se na maioria das vezes pelos subprodutos que se formam durante a utilização, degradação, ou o descarte indevido de certas substâncias que são lançadas na natureza direta ou indiretamente. Diferentes tipos de contaminantes inorgânicos e/ou orgânicos presentes, sobretudo, em atividades industriais e culturas agrícolas, geram efluentes gasosos, líquidos e ainda resíduos sólidos; contaminando solos, lençóis freáticos, oceanos e acima de tudo a atmosfera causando assim as mais variáveis formas de poluição no meio ambiente. Dessa forma, tais atividades contribuem não somente para o aumento do aquecimento global, mas também causam efeitos nos seres humanos, através do contato direto com diversos tipos de materiais tóxicos, como alguns compostos de mercúrio, chumbo, cádmio e arsênio, que apresentam toxicidade mesmo em baixas concentrações. Tais compostos também podem ser bioacumulados na cadeia alimentar e atingir concentrações nocivas para os seres humanos e outros organismos (BRAGA et al., 2005).

No entanto, tendo em vista o momento atual, que vem sendo marcado por uma postura global voltada para a preservação do meio ambiente, observa-se que a preocupação com o controle ambiental tem sido uma das questões mais abordadas recentemente em todas as esferas sociais. O controle da poluição tem sido um dos maiores desafios ambientais do mundo atual. O reconhecimento de que a ação do homem contribui para deterioração do meio ambiente natural e dos recursos naturais tem sido comum, fazendo com que os países, tanto desenvolvidos quanto em

desenvolvimento, busquem alternativas em relação à restauração do meio ambiente natural (NASCIMENTO et al., 2002). Em relação aos resíduos químicos de um modo geral, sabe-se que as indústrias são as maiores geradoras em termos de volume e periculosidade. Contudo, é evidente que a geração de resíduos não é exclusividade das indústrias, uma vez que os laboratórios de universidades, escolas e institutos de pesquisa também são geradores de resíduos de elevada diversidade e volume reduzido, mas que podem representar 1% do total dos resíduos perigosos gerados no Brasil. Com isso, tanto as indústrias quanto as Instituições de Ensino vem tentando diminuir estes impactos ambientais, com o intuito de promover um destino final correto aos materiais que antes eram diretamente descartados na natureza.

Dessa maneira nota-se que, fazer uso dessa temática, como forma de introduzir conceitos químicos incorporados à preservação do meio ambiente, torna-se uma experiência muito interessante. Assim dando ênfase às Instituições de Ensino Superior do Brasil, sabe-se que os seus laboratórios, especialmente aqueles relacionados à química, trazem em suas atividades básicas envolvendo experimentos vinculados a pesquisa, ensino e extensão podem gerar resíduos químicos com características e composições diferentes e complexas. Entretanto, como a quantidade de resíduos gerados por essas Instituições de Ensino são relativamente inferiores àquelas produzidas pelas indústrias produzidas pelas indústrias, os órgãos de proteção ambiental as tratam como atividades não impactantes, e por esta razão nem sempre são fiscalizadas.

Estes resíduos são diferentes daqueles produzidos em escala industrial, por apresentarem um volume consideravelmente pequeno, entretanto de composição muito diversa, dificultando seu tratamento químico ou uma disposição final adequada para todos os tipos de produtos que ali podem ser encontrados. De certo modo, este problema que aparentemente é tão simples de ser resolvido, se torna complicado devido à falta de planejamento dentro dos próprios laboratórios, pois geralmente os resíduos são descartados e/ou armazenados de maneira inadequada. É comum o descarte direto na pia, sem nenhum tratamento prévio ou o armazenamento dos resíduos em um único recipiente de depósito.

Deste modo, como ainda não existe uma legislação específica para gerenciamento e tratamento dos rejeitos químicos gerados nas Instituições de Ensino e Pesquisa, as Universidades se acomodam e se tornam também fontes poluidoras do meio ambiente, além de promover desperdício de material. Por este motivo, estratégias

ligadas à preservação ambiental vêm incentivando diversas instituições de ensino e pesquisa a desenvolverem maneiras de minimizar os detrimientos causados ao meio ambiente e os riscos a saúde. Isto tem sido alcançado nas universidades de todo o Brasil, por meio da implantação de programas de tratamento e gerenciamento de resíduos, gerando um hábito saudável através da racionalização de determinados procedimentos experimentais e motivando a comunidade acadêmica a se conscientizar como cidadãos e profissionais.

## **2. Objetivo Geral**

Recuperar os resíduos Químicos provenientes das aulas práticas realizadas no laboratório de Química Analítica do CES/UFCG.

### **2.1. Objetivos Específicos**

- Desenvolver ações que promovam a diminuição do consumo de substâncias perigosas;
- Fazer a segregação dos resíduos;
- Tratar uma amostra de resíduo geral;
- Tratar amostras de resíduos individuais.

### 3. Referencial Teórico

#### 3.1. Gerenciamento de Resíduos

O gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa no Brasil começou a ser amplamente discutido nos anos de 1990, sendo de essencial importância para as grandes instituições geradoras, incluindo as universidades (PEREIRA et al., 2003). Esta prática consiste em controlar o potencial de impactos ambientais dos resíduos gerados de uma determinada atividade (ROCCA et. al, 1993), e é considerada como uma prática de produção mais limpa (P+L) na medida em que o gerenciamento de resíduos estabelece formas de conter ou minimizar uma geração demasiada de resíduos, ou até mesmo de buscar alternativas para suas destinações (PENATTI et. al, 2008).

A implementação e manutenção exitosa de um programa de gerenciamento de resíduos químicos (PGRQ) demanda a adoção de três conceitos importantes, os quais nortearão as atividades a serem desenvolvidas na execução do programa. O primeiro conceito importante é o de que gerenciar resíduos não é sinônimo de “geração zero de resíduo”. Ou seja, o gerenciamento de resíduos busca não só minimizar a quantidade gerada, mas também impõe um valor máximo na concentração de substâncias notadamente tóxicas no efluente final da unidade geradora (UG), tendo como guia a Resolução CONAMA N°357, 17 de março de 2005. O conceito desta resolução afirma que só se pode gerenciar aquilo que se conhece, e assim sendo, um inventário de todo o resíduo produzido na rotina da unidade geradora é indispensável. O terceiro conceito importante é o da responsabilidade objetiva na geração do resíduo, ou seja, o gerador do resíduo é o responsável pelo mesmo, cabendo a ele sua destinação final (WILSON JARDIM, 1998). Desse modo, para que dentro do laboratório o PGRQ cresça é necessário persistir na conscientização dos usuários do laboratório e pesquisar por tratamentos eficazes, mas que sejam de baixo custo.

Assim para criar um programa de gerenciamento de resíduos é necessário:

- *Priorizar o lado humano do Programa frente ao tecnológico;*
- *Fazer o levantamento das substâncias e dos equipamentos existentes no laboratório;*
- *Caracterizar o tipo de resíduo;*

- *Saber quais substâncias são descartadas na pia e quais são armazenadas;*
- *Propor um tratamento seguro para os resíduos;*
- *Fazer uma avaliação preliminar do resíduo passivo e do ativo;*
- *Observar a viabilização da disposição final de alguns resíduos de laboratório.*

### **3.2. Tipos de Resíduos**

Classificamos os resíduos de duas formas:

**Ativo:** gerado continuamente, é fruto das atividades rotineiras dentro da unidade geradora, (ensino e pesquisa). Deve ser tratado como o principal alvo do programa de gerenciamento.

**Passivo:** compreende ao resíduo estocado, não caracterizado, aguardando destinos finais. Este inclui desde restos reacionais, a resíduos sólidos, até frascos de reagentes que estejam ainda lacrados, mas sem rótulo;

### **3.3. Inventário do Passivo:**

O inventário do passivo tem como objetivo identificar qualitativa e quantitativamente a maior quantidade possível dos resíduos químicos já estocados na unidade, independente do seu estado físico, a fim de propor o tratamento adequado e sua destinação final (WILSON JARDIM, 1998). Sua caracterização nas UG visa o reaproveitamento e inclui o reuso e o reciclo de tudo que for possível, e o habilita até a sua destinação final.

A identificação e caracterização deste passivo é uma atividade que demanda muita paciência, cuidado e verificação criteriosa. Dentro do passivo é comum encontrar frascos com rótulos danificados ou até mesmo encontrar frascos sem o rótulo, mas que contêm reagentes caros e que ainda pode ser utilizado para o ensino das práticas laboratoriais que as disciplinas exigem, e cujo reuso só depende apenas de simples testes analíticos. É muito comum também encontrar nos laboratórios de ensino a existência de um estoque (aqui denominado de *passivo*) indesejável de resíduos químicos sólidos, líquidos e gasosos não caracterizados. Esta situação é altamente

problemática para qualquer programa de gerenciamento, pois o tratamento e a destinação final deste estoque quase não têm solução.

### **3.4. Inventário do Ativo**

O material ativo é aquele resíduo gerado rotineiramente nas atividades de ensino e de pesquisa no laboratório, ou seja, o principal alvo de um programa de gerenciamento. Sendo assim, pesquisas mostram que o mais produtivo é se dividir a implementação do programa em duas partes: começar enfocando, primeiramente, os resíduos gerados nas atividades de ensino (aulas de laboratório), pois estes podem ser facilmente caracterizados, inventariados e gerenciados. Tendo adquirido certa prática na gestão deste tipo de resíduos, a segunda etapa de implementação se expande para os laboratórios de pesquisa, onde a natureza e a quantidade de resíduos variam muito (WILSON JARDIM 1997).

### **3.5. Caracterização Preliminar dos Resíduos a Serem Tratados**

Um programa de gerenciamento de resíduos não requer somente a força de vontade de seus idealizadores. É necessário também compromisso de todos os seus participantes, bem como dos responsáveis pela produção de tais resíduos e principalmente do apoio institucional. Quem produz os resíduos deve assumir compromissos para minimizar, recuperar e/ou tratar os rejeitos e um estudo sobre o provável resíduo gerado já deve ser previsto antes mesmo de sua geração.

Dessa maneira, baseado no artigo do prof. Wilson Jardim da Unicamp, propõe-se alguns testes simples para verificação dos resíduos em estoque, de acordo com a **tabela 1**.

A partir desta primeira tentativa de segregação, o resíduo estocado pode passar por uma segunda e eventualmente por outra tantas atividades similares de segregação. Este refinamento pode ser feito baseando-se, por exemplo, em algumas propriedades físico-químicas ou natureza química do resíduo.

**TABELA 1:** Testes simples de verificação para classificação dos resíduos. (Fonte: Jardim 1998).

<b>Teste a ser realizado</b>	<b>Procedimento a ser seguido</b>
Reatividade com água	<i>Adicione uma gota de água e observe se há a formação de chama, geração de gás, ou qualquer outra reação violenta.</i>
Resíduos	<i>Introduza um palito de cerâmica no resíduo, deixe escorrer o excesso e coloque-o na chama.</i>
pH	<i>Usar papel indicador ou peagâmetro para verificar o pH do resíduo.</i>
Resíduo oxidante	<i>A oxidação de um sal de Mn (II), de cor rosa claro, para uma coloração escura indica resíduo oxidante.</i>
Resíduo redutor	<i>Observa-se a possível descoloração de um papel de filtro umidecido em 2,6-dicloro-indofenol ou azul de metileno.</i>
Presença de halogênios	<i>Coloque um fio de cobre limpo e previamente aquecido ao rubro no resíduo. Leve à chama e observe a coloração: o verde indica a presença de Halogênios.</i>
Solubilidade em água	<i>Após o ensaio de reatividade, a solubilidade pode ser avaliada facilmente.</i>
Presença de cianetos	<i>Adicione 1 gota de cloroamina-T e uma gota de ácido barbitúrico/piridina em 3 gotas de resíduo. A cor vermelha indica teste positivo.</i>
Presença de sulfetos	<i>Na amostra acidulada com HCl, o papel embebido em acetato de chumbo fica enegrecido quando na presença de sulfetos.</i>

### 3.6. Hierarquia no Gerenciamento

Colocar uma ordem de prioridade em ações que objetivam minimizar ou eliminar alguns dos resíduos produzidos numa UG é uma tarefa difícil em qualquer PGRQ. Independentemente de qual seja a atividade geradora de resíduos no laboratório (ensino ou pesquisa), o PGRQ deve seguir uma regra de responsabilidade objetiva, ou seja, uma série de atitudes em sequência de prioridades. O importante neste caso é seguir uma hierarquia de atividades, que deve ser praticada da seguinte forma:

1. **Prevenir** a geração de resíduos perigosos ou não modificando ou substituindo o experimento por outro menos impactante, sempre que possível;
2. **Minimizar** a proporção de resíduos perigosos que são inevitavelmente gerados, através da utilização de pequenos volumes; o trabalho em microescala, além de gerar pouco resíduo, pode ainda diminuir os custos com reagentes a curto e longo prazo, embora algum investimento com vidraria venha a ser necessário;
3. **Segregar** e concentrar correntes de resíduos de modo a tornar viável e economicamente possível a atividade gerenciadora. A segregação dos resíduos facilita muito o trabalho, seja o destino final é a incineração, o reuso ou a reciclagem;
4. **Reaproveitar** certos resíduos reciclando, recuperando e reutilizando materiais e produtos;
5. **Promover** o tratamento de resíduos utilizando processos químicos, físicos, biológicos ou térmicos de forma mais adequada e estocando pelo menor tempo possível;
6. **Dispor** o resíduo de maneira segura.

Na sequência destas práticas, deve-se estimular mais o reaproveitamento do resíduo inevitavelmente gerado, o que se pode dar por meio da reciclagem, recuperação ou reutilização do material. Os resíduos recuperados podem ser sucessivamente

reutilizados no mesmo processo em que foram gerados, como também podem se transformar em matéria-prima para outros processos (AMARAL et al., 2001).

Reciclar é fazer o ciclo voltar por completo, ou seja, é quando o material retorna como matéria-prima ao seu processo produtivo. Dentre os resíduos naturalmente candidatos ao processo de reciclagem, os mais comuns são:

*a-) solventes;*

*b-) combustíveis em geral;*

*c-) óleos;*

*d-) resíduos ricos em metais, principalmente metais preciosos;*

*e-) ácidos e bases;*

*f-) catalisadores.*

Nas Instituições Acadêmicas de Ensino, a destilação é o processo mais utilizado na reciclagem de resíduos, sobretudo quando se trata dos solventes orgânicos. Esta atividade pode ser feita em menor escala rotineiramente, principalmente dentro dos laboratórios individuais de pesquisa, ou numa escala bem maior, centralizada em algum setor da unidade.

Recuperar é retirar do resíduo um componente energético de interesse, seja por questões financeiras ou ambientais e reutilizar é fazer com que um resíduo gerado no laboratório possa ser utilizado para outro fim dentro ou fora da unidade geradora.

Vale ressaltar que há muitas iniciativas de grande mérito em gerenciamento de resíduos químico, cujos esforços têm obtido sucesso. Abaixo estão relacionadas algumas universidades que implantaram programas de gerenciamento, conforme suas necessidades e realidades:

- Na Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), o programa de gerenciamento de resíduos químicos foi implantado no Instituto de Química pela Comissão de Segurança;
- O Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) vem desde 1994 desenvolvendo atividade de coleta seletiva e tratamento de resíduos químicos dos laboratórios de pesquisa e ensino. Em 1998 criou-se o programa denominado Química Limpa, cuja meta é tornar úteis os resíduos gerados nos laboratórios;

- No Departamento de Química da Universidade Federal do Paraná (UFPR), o programa é baseado na inertização dos materiais gerados, em laboratórios, em fornos de coprocessamento, prática essa autorizada pela legislação do Estado do Paraná;
- Na Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), em São Paulo, o programa de gerenciamento de resíduos é centrado na Unidade de Gestão de Resíduos, com o tratamento e a disposição de resíduos, sólidos e líquidos;
- A Universidade Federal de Uberlândia (UFU) também iniciou o programa de tratamento de resíduos, graças ao empenho dos departamentos de Química e Medicina.

Esses exemplos demonstram que uma nova mentalidade na questão dos produtos gerados no laboratório vem surgindo, evidenciando a idéia de se preservar o meio ambiente (ALBERGUINI et al., 2005).

### **3.6.1. Minimização de Resíduos**

A minimização de resíduos consiste em uma série de atitudes que tem como objetivo uma sensível redução na quantidade de resíduos gerados e na sua potencialidade de impacto no meio ambiente.

No caso dos laboratórios que rotineiramente geram resíduos químicos, a minimização abrange especialmente duas atividades, as quais se implementadas e adotadas corretamente, poderão reduzir em mais de 50% o ativo da unidade. Estas duas atitudes são:

*a-) mudança de macro (escala convencional) para microescala;*

*b-) a substituição de reagentes e mudanças nos procedimentos.*

Estas atitudes geralmente não demandam um custo capital elevado, são facilmente assimiladas pelas pessoas que trabalham no laboratório. Dessa forma, no

cenário atual, a tendência à microescala e à substituição dos reagentes, tem sido freqüentemente praticada em laboratórios de ensino de química.

### 3.6.2. Microescala

Entende-se por microescala em laboratório o uso de menores quantidades de reagentes e equipamentos, juntando grupos para a realização de experimentos, ou mesmo executá-los de forma demonstrativa, desde que não prejudiquem o desenvolvimento pedagógico e didático das atividades experimentais (MARTINS, 1986).

Segundo Jardim, “a opção pela microescala é baseada pelas vantagens que ela oferece no trabalho em laboratório”, podendo-se citar quatro exemplos: a **segurança**, onde o manuseio de pequenas quantidades de reagentes agressivos e solventes voláteis diminuem o risco de acidentes; a **economia**, que está meramente ligada à diminuição do uso das substâncias; a redução do **tempo** de realização das práticas e o **aspecto ambiental**, questão mais importante da mudança para a microescala, pois além de formar profissionais mais conscientes de suas responsabilidades para com o meio ambiente, diminui quantitativamente os resíduos gerados, chegando a reduzir de 100 até 1000 vezes a quantidade de resíduos produzidos no laboratório.

### 3.6.3. A Substituição de Reagentes e Mudanças nos Procedimentos

Dentro dessa nova ordem econômica e da globalização, tem se intensificado muito a busca por padrões internacionais, reforçando cada vez mais a necessidade de uma linguagem única para determinados termos, principalmente ao que diz respeito à qualidade analítica. Dessa forma, várias decisões tomadas em laboratórios são feitas seguindo procedimentos aceitos internacionalmente. Por esta razão, estes procedimentos devem ser seguidos à risca de modo que possa garantir a rastreabilidade dos dados analíticos que são obtidos. Esta realidade cria muitas vezes algumas dificuldades quando se pretende modificar, adequar e adaptar métodos oficiais no caso dos mesmos utilizarem reagentes tóxicos ou perigosos, ou então gerarem grandes quantidades de resíduos. Fruto da conscientização ambiental, grande parte destes procedimentos sofrem atualizações constantes, a fim de se adequar à nova realidade, tanto quanto ao uso de reagentes e solventes menos impactantes, bem como à minimização de resíduos. Além

disso, a convalidação de dados analíticos gerados através de procedimentos padrão modificados, de acordo com as metas de um programa de gestão ambiental, é perfeitamente possível de ser feita, de maneira razoavelmente simples (WILSON JARDIM, 1998).

#### **3.6.4. Segregação**

De acordo com as normas elaboradas pela unidade de gestão de resíduos UGR/CEMA/UFSCar (NR 01/UGR 2005) as quais listam abaixo as regras gerais de segregação e os grupos de resíduos, mesmo dentro de um programa de gerenciamento bem elaborado, ainda existe a produção de resíduos (ativo). É importante a segregação correta para facilitar e dinamizar os trabalhos de minimização, recuperação e destinação. Assim, os resíduos devem ser separados em categorias.

Informações sobre toxicidade, reatividade e compatibilidade de inúmeras substâncias químicas podem ser encontradas em diversos artigos científicos da área.

Os resíduos sólidos são estocados após imobilização na espera de uma definição quanto à disposição final. Caso o laboratório possua um grande número de frascos pequenos contendo o mesmo resíduo, deverá ser realizado o acondicionamento desses em um mesmo recipiente de volume maior.

##### **3.6.4.1. Regras Gerais de Segregação:**

- A segregação dos resíduos químicos deve ser uma atividade diária dos laboratórios, sendo, preferencialmente, realizada imediatamente após o término de um experimento ou procedimento de rotina;
- Separar os resíduos não perigosos daqueles considerados perigosos ou que devam ser encaminhados para recuperação ou destinação adequada;
- Para resíduos perigosos, verificar também a possibilidade de reutilização, reciclagem ou doação. Se a única opção for o descarte verificar a possibilidade de submetê-lo a algum tratamento químico para minimização ou eliminação completa de sua periculosidade.

- Evitar combinações químicas. Se misturar for inevitável, ser prudente e consultar bibliografias que falam sobre incompatibilidade química, este **Quadro de Incompatibilidade Química** pode ser encontrada no término deste trabalho (ANEXO 3). Resíduos incompatíveis podem gerar gases tóxicos, calor excessivo, explosões ou reações violentas. Lembrar que quanto mais complexa for a mistura, mais difícil será seu tratamento e maior será o custo final de descarte.

#### 3.6.4.2. Grupos de Resíduos:

A segregação dos resíduos deverá ser realizada levando em consideração os seguintes grupos:

1. Solventes não halogenados: Todos os solventes que possam ser utilizados ou recuperados e também misturas desses solventes tais como: álcoois e cetonas (etanol, metanol, acetona, butanol, etc.), acetonitrila (pura ou mistura com água ou com outros solventes não halogenados), hidrocarbonetos (pentano, hexano, tolueno e derivados, etc.), ésteres e éteres (acetato de etila, éter etílico, etc.);
2. Halogenados: Todos os solventes e misturas contendo solventes halogenados (clorofórmio, diclorometano, tetracloreto de carbono, tricloroetano, bromofórmio, tetraiodocarbono, etc.). Se durante o processo de segregação ocorrer qualquer contaminação dos solventes não halogenados com algum solvente halogenado, essa mistura deverá, então, ser considerada halogenada;
3. Fenol;
4. Soluções aquosas sem metais pesados;
5. Soluções aquosas contaminadas com solventes orgânicos;
6. Soluções aquosas com metais pesados;
7. Soluções aquosas contendo mercúrio: Pois na incineração os seus gases podem reagir com outras substâncias formando produtos indesejáveis.

8. Soluções aquosas contendo metais preciosos (por exemplo, a prata): devem ser segregados separadamente, para posterior reciclagem;
9. Sólidos: com metais pesados (tálio e cádmio): O seu armazenamento exige sistemas particularmente eficientes de tratamento de gases, pois sairão em porcentagem significativa na forma gasosa. A operação de incineração pode sofrer uma reação de combinação com outras substâncias. Por isso, deve-se evitar a sua entrada no equipamento de incineração, junto com outros metais;
10. Sólidos: com os demais metais pesados;
11. Peróxidos orgânicos;
12. Outros sais;
13. Aminas;
14. Ácidos e bases;
15. Oxidantes;
16. Redutores;
17. Outros: Materiais diversos tais como tintas, resinas, óleos de bomba de vácuo, entre outros, também devem ser segregados e identificados para tratamento e/ou disposição final. Todos os óleos utilizados em equipamentos elétricos que estejam contaminados com **policloreto de bifenila** devem ser separados dos demais. Esse óleo não pode ser queimado, pois o seu processo de destruição gera gases muito tóxicos que não podem ser jogados na atmosfera (dioxinas);
18. Materiais contaminados durante e após a realização de experimentos (luvas, vidrarias quebradas, papéis de filtro e outros) também devem ser segregados para que a contaminação não se estenda no lixo comum.

### 3.7. Classificação dos Resíduos que Podem ser Descartados Diretamente na Pia:

Os resíduos que não forem classificados como perigosos, podem ser descartados como resíduos comuns e depois de neutralizados lançá-los na pia. Contudo, no caso de resíduos químicos, o melhor a ser feito é analisar outras possibilidades como a reciclagem ou a recuperação antes de jogá-los na rede de esgoto. Em caso de dúvidas a melhor opção é nunca descartar em lixo ou rede de esgoto. O correto é sempre procurar usar o bom senso.

- **Orgânicos:**

Açúcares, amido, aminoácidos e sais de ocorrência natural, ácido cítrico e seus sais (Na, K, Mg, Ca, NH<sub>4</sub>), ácido lático e seus sais (Na, K, Mg, Ca, NH<sub>4</sub>).

- **Inorgânicos:**

- Sulfatos, carbonatos: Na, K, Mg, Ca, Sr, NH<sub>4</sub>;
- Óxidos: B, Mg, Ca, Sr, Al, Si, Ti, Mn, Fe, Co, Cu, Zn;
- Cloretos: Na, K, Mg;
- Boratos: Na, K, Mg, Ca;

- **Não Devem ser Descartados:**

- Hidrocarboneto halogenado;
- Composto inflamável em água;
- Explosivos como azidas e peróxidos;
- Polímeros que se solubilizam em água formando gel;
- Materiais que possuem reatividade com a água;
- Produtos químicos malcheirosos;
- Nitrocompostos;
- Formol;
- Materiais contaminados com produtos químicos perigosos:

- Absorventes cromatográficos: sílica, alumina, etc.
- Materiais de vidro
- Papel de filtro
- Luvas e outros materiais descartáveis.

### **3.8. Tratamento de Resíduos:**

Como etapa final de um processo de gerenciamento de resíduos, o desenvolvimento de tratamentos *in loco* é a mais correta disposição final para tal atividade, que abrange uma série de procedimentos de acordo com o tipo de resíduo produzido.

Baseando-se no conceito de JARDIM (1998), “é necessário aperfeiçoar os processos de análises da unidade geradora, a fim de reduzir os gastos.” Dessa maneira, deve-se dar enfoque a implantação de novos procedimentos que sejam mais adequados aos aspectos ambientais na geração de resíduos, como a instauração de um sistema de reuso ou reciclagem de alguns resíduos líquidos.

Todavia o mais apropriado é que os resíduos não perigosos ou perigosos deverão preferencialmente ser tratados/destruídos no próprio laboratório que os gerou. Fazer o tratamento químico indicado e descartar logo após o término do experimento, certificando-se da não toxicidade do descarte.

#### **3.8.1. Regra Geral para o Tratamento de Resíduos Químicos em Laboratório:**

Segundo as Normas de Procedimentos para Segregação, Identificação, Acondicionamento e Coleta de Resíduos Químicos, eles devem ser tratados seguindo as seguintes regras:

1. Os resíduos que são passíveis de neutralização no próprio laboratório, para posterior descarte na pia e não deverão ser acumulados. Todavia o tratamento em pequenas quantidades é sempre mais fácil e menos perigoso. O tratamento

destes poderá ser feito no próprio laboratório que os gerou, sob a responsabilidade de um docente;

2. Realizar o tratamento químico para eliminação da periculosidade ou encaminhar para descarte (incineração, aterro industrial, etc);
3. Procurar seguir as possibilidades de aplicação da política dos 4R's (reduzir, reaproveitar, reciclar, recuperar), às misturas ou contaminações passíveis de separação ou descontaminação;

### **3.9. Fichas de Caracterização de Resíduos:**

As Fichas de Caracterização devem acompanhar os recipientes de resíduos químicos, contendo um maior número de informações sobre o conteúdo de cada frasco ou bombona, como, por exemplo, o tipo de resíduo e o valor de pH da amostra, além de informações acerca do laboratório onde o resíduo foi gerado, a pessoa física responsável pela amostra, a data de solicitação e coleta, entre outros. Estas Fichas serão fornecidas pela UGR, juntamente com os rótulos de identificação dos recipientes, (observa-se um exemplo no ANEXO 4).

### **3.10. Diagrama de Hommel:**

Normalmente, nos rótulos existentes nos frascos de armazenagem de resíduos é adotada a simbologia de risco da *National Fire Protection Association* (NFPA), dos EUA, também conhecida como Diagrama de Hommel, representado conforme a **figura 1**. Nesta simbologia, cada um dos losangos mostra um tipo de risco, aos quais são atribuídos graus de risco que variam entre 0 e 4. O referido diagrama possui sinais de fácil reconhecimento e entendimento.



**Figura 1:** diagrama de Hommel.

### 3.11. Rotulagem:

O Diagrama de Hommel deve estar inserido no rótulo que estará presente no objeto de armazenamento dos resíduos. O último deve estar totalmente preenchido. Deve-se completar a etiqueta com a composição do resíduo gerado, sendo importante descrever todas as substâncias presentes, mesmo aquelas com concentrações muito baixas (traços de elementos) e inclusive água. Informações como o nome do responsável, procedência do material e data são de grande importância para a caracterização do material. Desta forma, uma etiqueta deve conter os seguintes campos:

<b>UNIDADE DE GESTÃO DE RESÍDUOS – CES/UFCG</b>					
	Laboratório: _____ Responsável: _____ Controle da ficha: _____ Controle da UGR: __/__/__ Composição do resíduo: _____				
Nome do gerador: _____			Data: __/__/__		
Quantidade estimada _____			Data da coleta: __/__/__		
Solvente Orgânico Halogenado	Solvente Orgânico Não Halogenado	Compostos Orgânicos	Compostos Inorgânicos	Solução Contendo Metais	Outros Compostos

**Figura 2:** Rótulo padrão.

#### 3.11.1. Regras Gerais de Rotulagem:

De acordo com as Normas de Procedimentos para Segregação, Identificação, Acondicionamento e Coleta de Resíduos Químicos, elaboradas pela unidade de gestão

de resíduos UGR/CEMA/UFSCar (NR 01/UGR 2005), algumas regras devem ser seguidas para realizar corretamente uma rotulagem ou identificação de produtos ou resíduos, que estão descritas abaixo:

- A etiqueta deve ser colocada no frasco antes de se inserir o resíduo químico para evitar erros;
- Fórmulas e abreviações não serão permitidas;
- O Diagrama de Hommel deverá ter o preenchimento de, pelo menos 3 itens: risco à saúde, inflamabilidade e reatividade.
- A classificação do resíduo deverá priorizar o produto mais perigoso do frasco, mesmo que este esteja em menor quantidade;
- Não omitir nenhuma informação, pois as pessoas do laboratório podem correr risco de graves acidentes;
- Cada frasco ou bombona de resíduo, destinado à UGR, deverá ser acompanhado da respectiva **Ficha de Caracterização de Resíduos**, a qual deverá ser preenchida no ato do acondicionamento do resíduo;
- Os frascos para resíduos jamais deverão ser rotulados apenas com informações vagas, tais como: “Resíduos” ou “lixo”. Mesmo para aqueles que não serão destinados ao depósito da UGR, deverá ser adotada a rotulagem explicitada anteriormente;
- Ao utilizar frascos de reagentes para os resíduos, tomar o cuidado de retirar completamente o rótulo antigo, para evitar confusões na identificação precisa do seu conteúdo;
- Frascos destinados a resíduos orgânicos e inorgânicos deverão ser armazenados em locais diferentes, para evitar acidentes no momento do descarte.

### 3.12. Classificação dos Recipientes de Resíduos:

- **Classe A:** orgânicos e soluções de substâncias orgânicas que não contenham halogênios;
- **Classe B:** Solventes orgânicos e substâncias orgânicas que contenham halogênios;
- **Classe C:** Resíduos sólidos de produtos químicos orgânicos que são acondicionados em sacos plásticos ou barricas originais do fabricante;
- **Classe D:** Soluções salinas, nestes recipientes deve-se manter o pH entre 6 e 8;
- **Classe E:** Resíduos inorgânicos tóxicos, como por exemplo, sais de metais pesados e suas soluções. Descartar em frascos resistentes ao rompimento, com identificação clara e visível;
- **Classe F:** Compostos combustíveis tóxicos, descartar em frascos resistentes ao rompimento com alta vedação e identificação clara e visível;
- **Classe G:** Mercúrio e resíduos de sais inorgânicos;
- **Classe H:** resíduos de sais metálicos regeneráveis, cada metal deve ser recolhido separadamente;
- **Classe I:** Sólidos inorgânicos;
- **Classe J:** Coletor de vidros quebrados (vidros especiais), vidro incolor de borossilicato;
- **Classe K:** Coletor de vidro comum, âmbar.

## 4. Metodologia experimental:

### 4.1. Levantamento do laboratório de química analítica CES/UFCCG

O primeiro passo foi fazer um levantamento do laboratório, com o intuito de obter informações pertinentes ao mesmo. Foram analisados todos os reagentes presentes no laboratório, suas condições de armazenagem, prazo de validade, os materiais como vidrarias, EPI (Equipamento de Proteção Individual), EPC (Equipamentos de Proteção Coletiva) e suas condições de uso, além de todos os equipamentos de auxílio à pesquisa e ensino. Outro aspecto importante foi a implantação no laboratório da segregação de resíduos provenientes das aulas experimentais, dessa forma, os metais foram separados em recipientes com as informações necessárias para sua identificação.

### 4.2. Análise dos resíduos:

Foram realizadas análises dos resíduos gerados por meio de aulas práticas ministradas à primeira turma da componente curricular Química Analítica I no CES. Todo material gerado foi armazenado em um único frasco de plástico, que estava identificado como “Resíduos Gerais”. Procedeu-se também análises de amostras individuais de resíduos de cobre, chumbo e prata, gerados por meio de aulas experimentais ministradas a turmas da referida disciplina no período letivo de 2011.2. Dessa maneira, para que as análises qualitativas sistemáticas pudessem ser feitas, foram previamente identificados, de acordo com os ensaios experimentais proferidos nas práticas, os cátions e ânions provavelmente presentes nas amostras de resíduos. Estes estão representados na tabela 2.

**TABELA 2:** Cátions e Ânions Presentes nos Resíduos Analisados.

Cátions	Ânions
$\text{Ag}^+$ , $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{NH}_4^+$ , $\text{K}^+$ .	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ , $\text{CO}_3^{2-}$ , $\text{OCN}^-$ , $\text{Cl}^-$ , $\text{I}^-$ , $\text{NO}_3^-$ , $\text{OH}^-$ .

Posteriormente, foram realizados ensaios para detectar os cátions presentes no resíduo. Pelo emprego sistemático desses assim chamados reagentes de grupo (que são

específicos para cada grupo), foi possível tirar conclusões sobre a presença ou ausência de grupos de cátions.

Os reagentes mais comuns usados para a classificação dos cátions foram o ácido clorídrico, o ácido sulfídrico (sulfeto de hidrogênio), o sulfeto de amônio e o carbonato de amônio. A classificação destes reagentes baseia-se no modo como os cátions reagem com eles pela formação ou não de precipitados. Ao todo foram analisados três grupos:

- O grupo I: mercúrio (I), chumbo (II), e prata (I). Entretanto, como o cátion mercúrio (I) não foi utilizado nos experimentos inerentes ao resíduo gerado, os testes foram realizados para confirmar a presença apenas das duas últimas espécies químicas;
- No grupo II os mais comuns são o cobre, bismuto e cádmio, os demais são: mercúrio (II), arsênio (III), arsênio (V), antimônio (III), antimônio (V), estanho (II), estanho (III) e estanho (IV).
- No grupo III encontram-se: cobalto (II), níquel (II), ferro (II), ferro (III), cromo (III), alumínio, zinco e manganês (II).

## **4.2.1 Métodos Experimentais**

### **4.2.1.1 Marcha do Grupo I**

O método experimental adotado para identificar os metais do grupo I presente na amostra de resíduos gerais, consistiu nas seguintes etapas:

1. Foi adicionado a um tubo de ensaio 6 mL do resíduo a ser estudado e homogeneizou-se a solução;
2. Filtrou-se o resíduo e lavou-se com HCl;
3. No caminho 2 foi adicionado água quente ao resíduo formado e o material filtrado foi descartado, trabalhou-se apenas com a parte sólida presente no papel de filtro que deveria conter AgCl e PbCl<sub>2</sub>;

4. Ao filtrado 2 adicionou-se  $K_2CrO_4$ ;
5. No caminho 4 à parte sólida foi adicionado amônia e  $HNO_3$ ;
6. No caminho 5 adicionou-se  $HNO_3$  para favorecer a precipitação do  $AgCl$ .

**Os ensaios foram realizados de acordo com as marchas citadas no anexo deste trabalho.**

#### **4.2.1.2 Marcha do Grupo II**

A marcha do grupo II, só foi realizada a partir da referência aos cátions após isolar o cobre (II), que foi o cátion de interesse. Com isto, deu-se início ao procedimento, apenas na PARTE A, conhecida também como seção do cobre.

Para a marcha do grupo II ( $Cu^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $Cd^{2+}$ ), o método experimental para sua realização consiste nas seguintes etapas:

1. Adicionou-se a um tubo de ensaio 6 mL do resíduo a ser estudado, homogeneizou-se a solução, o resíduo foi filtrado e lavado com  $NH_3$ ;
2. O resíduo que ficou retido no papel de filtro foi lavado com  $HNO_3$ ;
3. No filtrado formado, dividiu-se a solução em duas partes;
4. No primeiro tubo de ensaio adicionou-se  $CH_3COOH$  e em seguida  $K_4Fe(CN)_6$ ;
5. No segundo tubo de ensaio adicionou-se  $KCN$  e em seguida Tioacetamida ( $CH_3CSNH_2$ ).

### **4.3. Tratamento dos Cátions**

#### **4.3.1. Tratamento da Prata:**

O resíduo de prata foi tratado da seguinte forma:

1. Filtrou-se o líquido residual contendo os íons  $\text{Ag}^+$ , para que fosse removido todo o sólido presente no fundo do recipiente;
2. Depois de filtrado o resíduo foi levado para o dessecador;
3. Lavou-se o resíduo com uma solução de  $\text{NaCl}$  20% que ao final foi filtrado;
4. Em seguida lavou-se o resíduo com água deionizada e ácido nítrico em uma proporção 100:1, para a remoção de possíveis impurezas;
5. Após esta etapa, lavou-se o precipitado mais uma vez com  $\text{NaOH}$  5M. A adição da base foi realizada em sistema de agitação e aquecimento até a ebulição;
6. Em seguida foram efetuadas lavagens sucessivas com água deionizada, seguidas de centrifugação, sendo a solução sobrenadante contendo  $\text{NaOH}$ , separadas para sua neutralização;
7. Para garantir a eficiência do processo, foi efetuado uma nova adição de  $\text{NaOH}$  e as etapas de lavagens;
8. Por último o resíduo foi levado para a estufa a  $60^\circ\text{C}$  para sua secagem total;
9. O resíduo foi rotulado e estocado devidamente, para uso posterior.

#### **4.3.2. Tratamento do Cobre:**

O resíduo contendo íons de cobre ( $\text{Cu}^{2+}$ ) foi tratado com  $\text{NaOH}$ , a partir do seguinte método:

1. Foram adicionadas 100mL do resíduo de cobre em um béquer de 250mL;

2. Ao béquer contendo o resíduo, foi adicionado com o auxílio de uma pipeta de 10mL NaOH 5M;
3. O precipitado foi filtrado e levado para desidratar na estufa por cerca de 1 hora;
4. O filtrado foi armazenado para posterior análise;
5. Depois de desidratado o precipitado preto de CuO foi macerado e foram adicionados 100mL de uma solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 3M.

#### **4.3.3. Tratamento do Chumbo:**

O líquido residual contendo os íons de chumbo Pb<sup>2+</sup> foi tratado com ácido acético cromato de potássio e tioacetamida.

1. Primeiramente o resíduo foi filtrado, para se retirar o sal de chumbo presente no fundo do recipiente;
2. Este resíduo foi levado para o dessecador para secar completamente;
3. Ao filtrado foram adicionadas a cada 100mL do resíduo, 1mL de ácido acético e 10mL de cromato de potássio;
4. Um precipitado amarelo foi formado, filtrado e levado para o dessecador;
5. Ao restante do líquido residual foi adicionada uma solução em meio ácido e quente de tioacetamida;
6. Formou-se um precipitado de sulfeto de chumbo preto que foi filtrado e levado para o dessecador;
7. Ambos resíduos de chumbo foram rotulados e armazenados devidamente para uso posterior.

#### **4.4. Tratamento do Dicromato**

##### **4.4.1 Tratamento do Cromo (III)**

Quando o resíduo de chumbo foi tratado, no fundo do líquido residual que restou depois do tratamento com aproximadamente 200mL, houve a formação de um precipitado verde de dicromato, este precipitado foi tratado da seguinte maneira:

##### **4.4.1.1 Redução do Cromo (VI) a Cromo (III):**

1. Pipetou-se 20mL do resíduo de dicromato, colocou-se num béquer e adicionou-se 3mL de HCl concentrado;
2. A solução foi evaporada até quase sua secura e os íons de dicromato foram reduzidos a cromo (III).
3. A uma solução de HCl 5M foi adicionada uma pequena solução contendo os íons de cromo (III) que restou depois da evaporação, fazendo assim uma solução de  $\text{CrCl}_3$ .

## 5. Resultados e Discussões

### 5.1. Levantamento do laboratório de Química Analítica

#### 5.1.1. Materiais Usados no laboratório de Química Analítica

1. Tubo de ensaio: *usado para reações químicas, principalmente teste de reação;*
2. Copo de Becker: *Usado para aquecimento de líquidos, reações de precipitação;*
3. Funil de vidro: *Usado em transferências de líquidos em filtrações de laboratório;*
4. Frasco de reagentes: *Usado para armazenagem das soluções;*
5. Pipeta conta-gotas: *Utilizada para adicionar pequenos volumes;*
6. Bastão de vidro: *Usado para agitar soluções, transporte de líquidos na filtração e outros fins;*
7. Pisseta: *Usado para lavagens, remoção de precipitados e outros fins;*
8. Bico de Busen: *Usado em aquecimento de laboratório;*
9. Estante para tubos de ensaio: *Utilizado como suporte de tubos de ensaios;*
10. Pinça de madeira: *usada para segurar tubos de ensaios durante aquecimentos diretos ao bico de busen;*
11. Balão volumétrico: *Usado para armazenagem de soluções;*
12. Funil de vidro: *Usado para o auxílio da filtração;*
13. Erlenmeyer: *Usado para o auxílio da titulação;*
14. Cadinho: *Usado para a armazenagem de substâncias que são submetidas a altas temperaturas;*
15. Pipetas graduadas e volumétricas: *Usadas para pipetar soluções;*
16. Pipetador: *Utilizado na pipeta para o auxílio do seu devido uso;*
17. Proveta: *Utilizada na medição de soluções;*
18. Bureta: *Usada para titular soluções;*
19. Vidro de relógio: *Usado para armazenagem de substâncias;*
20. Papel de filtro: *Usado para filtração de soluções com formação de precipitados;*

#### 5.1.2. Reagentes Utilizados no Laboratório de Química Analítica

1.  $\text{AgNO}_3$ : Nitrato de Prata;

2.  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ : Nitrato de Chumbo;
3.  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ : Nitrato de Mercúrio;
4.  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ : Nitrato de Bismuto;
5.  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ : Nitrato de Estrôncio;
6.  $\text{CuSO}_4$ : Sulfato de Cobre;
7.  $\text{FeCl}_3$ : Cloreto de Ferro;
8.  $\text{AlCl}_3$ : Cloreto de Alumínio;
9.  $\text{CrCl}_3$ : Cloreto de cromo;
10.  $\text{MnCl}_2$ : Cloreto de Manganês;
11.  $\text{CaCl}_2$ : Cloreto de Cálcio;
12.  $\text{BaCl}_2$ : Cloreto de Bário;
13.  $\text{NH}_4\text{Cl}$ : Cloreto de Amônio;
14.  $\text{HCl}$ : Ácido Clorídrico;
15.  $\text{NH}_4\text{OH}$ : Hidróxido de Amônio;
16.  $\text{NaOH}$ : Hidróxido de Sódio;
17.  $\text{KI}$ : Iodeto de Potássio;
18.  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ : Cromato de Potássio;
19.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ : Carbonato de Sódio;
20.  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ : Hidrogênio Fosfato de Sódio;
21.  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ : Hexacionaferrato de Sódio;
22.  $\text{NaBiO}_3$ : Bismutato de Sódio;
23.  $\text{CH}_3\text{COOH}$ : Ácido acético;
24.  $\text{CH}_3\text{CSNH}_2$ : Tioacetamida;
25.  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ : Oxalato de Amônio;
26.  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ : Sulfato de amônio;
27.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ : Tioossulfato de Sódio;
28.  $\text{KCl}$ : Cloreto de Potássio;
29.  $\text{NaCl}$ : Cloreto de Sódio;
30.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ : Ácido Sulfúrico;
31.  $(\text{C}_6\text{H}_4\text{COOKCOOH})$ : Biftalato de Potássio;
32.  $[(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH})_2\text{C}_2\text{O}_2\text{H}_4]$ : Fenoftaleína;
33. Indicador negro de Ericromo-T;
34.  $(\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot \text{H}_2\text{O})$ : EDTA;
35.  $\text{KCN}$ : Cianeto de Potássio;

36.  $(\text{KMnO}_4)$ : Permanganato de Potássio;
37.  $\text{H}_2\text{PO}_4$ : Ácido Fosfórico;
38.  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ : Álcool etílico;
39.  $\text{CCl}_4$ : Tetracloroeto de carbono;
40.  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn}_2\text{H}_2\text{O}$ : Acetato de zinco;
41.  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ : Nitrato de amônio;
42. Amido solúvel;
43.  $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ : Acetato de chumbo;
44.  $\text{Na}_2\text{HAsO}_4$ : Arseniato de sódio;
45.  $(\text{COOH})_2$ : Ácido oxálico;
46.  $\text{NaBr}$ : Brometo de sódio;
47.  $\text{CdCl}$ : Cloreto de Cádmio;
48.  $\text{MgCl}_2$ : Cloreto de magnésio;
49.  $\text{CaCO}_3$ : Carbonato de cálcio;
50.  $\text{HgCl}_2$ : Cloreto de mercúrio;
51.  $\text{SnCl}_2$ : Cloreto estanoso;
52.  $\text{SrCl}_2$ : Cloreto de estrôncio;
53.  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ : Dicromato de potássio;
54.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ : Dionito de potássio;
55.  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ : Fosfato de sódio;
56.  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ : Ferrocianeto de potássio;
57. S: Enxofre puro
58.  $\text{NaF}$ : Fluoreto de sódio;
59.  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ : Hidróxido de magnésio;
60.  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ : Hidróxido de bário;
61.  $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24}$ : Molibidato de amônio;
62.  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ : Nitrato de cálcio;
63.  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ : Nitrato de amônio;
64.  $\text{C}_2\text{Na}_2\text{O}_4$ : Oxalato de sódio;
65.  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ : Sulfato de ferro;
66.  $\text{ZnSO}_4$ : Sulfato de zinco;
67.  $\text{KSCN}$ : Tiocianato de potássio;
68.  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ : Sulfito de sódio;
69. Ácido ascórbico;

70.  $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ : Alaranjado de metila;

71.  $C_{15}H_{15}N_3O_2$ : Vermelho de metila.

### **5.1.3. Equipamentos Do Laboratório de Química Analítica**

O laboratório de Química Analítica do CES/UFMG conta com diversos aparelhos que auxiliam o ensino e a pesquisa, são eles:

1. Peagâmetro;
2. Condutivímetro;
3. Espectrofotômetro;
4. Mufla;
5. Estufa;
6. Fotômetro de chama;
7. Balança analítica;
8. Deionizador;
9. Destilador;

### **5.1.4 Equipamentos de Proteção Individual (EPI)**

Os Equipamentos de Proteção Individual tem seu uso regulamentado pelo Ministério do Trabalho e Emprego, onde afirma que os EPIs são todos os dispositivos de uso individual, destinado a proteger a saúde e a integridade física do operante. (MINISTÉRIO DO TRABALHO E EMPREGO, 2005)

Os equipamentos abaixo listados são todos os existentes no laboratório de Química Analítica do CES/UFMG.

1. Óculos de Proteção: oferecem proteção apenas para os olhos. Precisam ser de qualidade comprovada, oferecendo ao usuário uma visão transparente e sem opacidade.
2. Luvas: precisam ser de material resistente e compatíveis com as substâncias que serão manuseadas.
3. Capela: equipamento importante que se faz presente em todos os laboratórios de química. Devem possuir uma boa exaustão e ser de material resistente.

#### **5.1.5. Equipamentos de proteção Coletiva (EPC)**

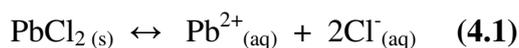
1. Lava olhos: existe no laboratório, mas não está em seu funcionamento pleno.
2. Chuveiro: existe no laboratório, mas não está em seu funcionamento pleno.

## **5.2 Análise dos Fenômenos que Acontecem nas Reações dos Cátions**

### **5.2.1 Marcha do grupo I**

Os procedimentos seguidos para a marcha do primeiro grupo de cátions, tem como precipitado resultante uma solução de coloração branca que é composta por uma mistura de  $\text{AgCl}$ ,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  e  $\text{PbCl}_2$ , que são separados pelo ácido clorídrico, porém ao fazer o mesmo procedimento com o resíduo geral, a formação do precipitado não foi nitidamente notada pois o resíduo em análise tinha um aspecto branco, então a marcha foi seguida até o fim, porém não foi possível fazer a identificação dos cátions do grupo I. Isto se deve a alta concentração do ácido presente no resíduo e por consequência disto um pH baixo, que desloca o precipitante da reação fazendo com que ele não ocorra, formando assim complexos, por meio de uma redissolução do precipitado.

Quando se adiciona água quente no resíduo, o chumbo normalmente é separado primeiro. No entanto, o  $\text{AgCl}$  e o  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , por exemplo, são insolúveis em água quente. Assim, esta diferença estabelece a base para a separação dos íons chumbo, dos íons prata e mercúrio (I). Dessa forma, a água quente dissolve apenas o  $\text{PbCl}_2$  sólido.

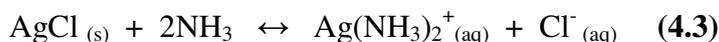


Sabe-se que o cloreto de chumbo solúvel em água quente é precipitado com facilidade pelo íon cromato, (coloração amarela) que geralmente é menos solúvel. O que confirma então a presença do chumbo.

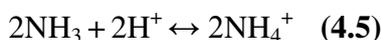


Contudo na realização da marcha com o resíduo contendo cátions do grupo I, isto não aconteceu. Não houve a formação de nenhum tipo de precipitado. O pH da solução estava muito baixo em torno de 0,78. Assim, da mesma forma que foi citado acima, o pH favoreceu o deslocamento da reação apenas de um reagente, fazendo com que os resultados esperados não fossem obtidos

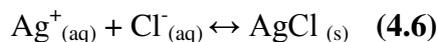
O resíduo originário da extração com água quente deveria ser cloreto de prata, que é solúvel em amônia, onde se formaria a diaminprata,  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ , um complexo solúvel incolor em solução aquosa que identificaria, assim, a prata. Contudo, no procedimento realizado também não foi observado a formação de nenhum precipitado, isto se deve por diversos motivos que não podem ser afirmados com certeza, mas sabe-se que a influência do pH, dos ânions existentes na solução e também a relação do efeito do íon comum, afetaram os resultados que foram mascarados por estes interferentes, pois o excesso do HCl contido na amostra pode solubilizar o precipitado, devido à formação de complexos entre o cloro e a prata.. Com a adição da amônia a reação se daria da seguinte forma:



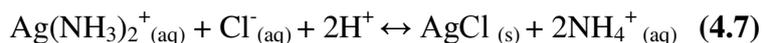
Assim, a presença dos íons prata seria confirmada se ao adicionar o ácido nítrico à solução com a amônia, formasse um precipitado branco, pois a amônia que se encontra em equilíbrio com os íons do complexo formado é convertida no íon amônio pelos íons  $\text{H}^+$  do ácido, que faz com que a reação desloque seu equilíbrio de dissociação para a direita.



Dessa maneira, os íons prata deveriam se combinar com os íons cloreto da solução para formar cloreto de prata um precipitado de coloração branca, da seguinte forma:



E a reação global, é assim representada:



Contudo, na realização da marcha do grupo I foi percebido que a solução não reagiu com o HCl, como deveria. Isto se deve provavelmente a alta concentração do cloreto na fase líquida do resíduo.

Geralmente a solubilidade do cloreto de prata é muito baixa e este sal pode ser precipitado, quase completamente, mediante adição de um pequeno excesso de ácido clorídrico à solução de cátions. O cloreto de chumbo é muito mais solúvel, só precipitando se a concentração do íon  $\text{Pb}^{2+}$  for elevada.

O excesso de íons cloreto assegura uma precipitação mais completa dos cloretos deste grupo, devido à redução de suas solubilidades pelo efeito do íon comum. Entretanto, um grande excesso do ácido deve ser evitado para que não haja redissolução do precipitado, devido à formação de cloro complexos solúveis, fracamente dissociados, com o excesso de íons cloreto.

### 5.2.2 Marcha do grupo II

Ao realizar a PARTE A da marcha do grupo II (presente no anexo deste trabalho), notou-se que depois que o resíduo foi lavado com uma solução de amônia em excesso, a formação do precipitado azul de hidróxido de cobre não ocorreu. A reação deveria ocorrer da seguinte maneira:



Dessa forma, notou-se que a solução contendo o resíduo de cobre era fortemente ácida e isto impediu a reação de ocorrer de maneira esperada.

### 5.3. Tratamento do Resíduo Sólido que Contém Prata

A segregação da prata também foi realizada no laboratório. Assim, o resíduo contendo apenas  $\text{Ag}^+$  sólido foi obtido filtrando-se todo o resíduo proveniente de aulas práticas com a identificação “ $\text{Ag}^+$ ”, separando, dessa forma, a fase sólida que estava armazenada junto com o líquido residual.



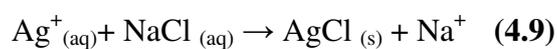
**Figura 3:** resíduo de prata sólida sendo filtrado.

Depois de filtrado o resíduo sólido foi acondicionado em dissecador para secar totalmente. Assim foi obtido o sal de prata.



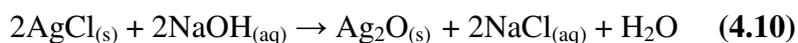
**Figura 4:** resíduo de prata sólida.

A este resíduo sólido formado foi adicionado uma solução de  $\text{NaCl}$  20%, formando assim a seguinte reação:



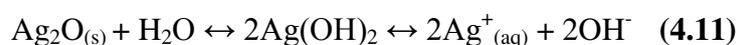
Em seguida o precipitado foi filtrado e lavado com uma solução de água deionizada e ácido nítrico numa proporção de 100:1. Este procedimento foi realizado para que houvesse a remoção de possíveis impurezas que poderiam estar adsorvidas nas partículas do AgCl. O filtrado que se formou dessa reação foi neutralizado e descartado em outro volume residual.

Ao precipitado de AgCl foi adicionada uma solução de NaOH 5M formando uma precipitado marrom de óxido de prata, promovido pela seguinte reação:



**Figura 5:** Óxido de prata recuperado.

Uma solução bem lavada do precipitado apresenta uma reação ligeiramente alcalina, devido ao equilíbrio da hidrólise:



Após esta etapa as lavagens com água deionizada foram efetuadas para a remoção total do sal e sempre seguidas de centrifugação a 3000 rpm por 2 minutos, para a separação do sobrenadante contendo NaOH e do resíduo de óxido de prata que passou com o filtrado. Por fim foi realizada a secagem do Ag<sub>2</sub>O na estufa a 60°C por 30 minutos, o óxido de prata foi rotulado para ser utilizado em aulas práticas para simples demonstração.

A eficiência determinada neste teste comprovou que este tipo de tratamento é totalmente viável. A recuperação da prata na forma de  $\text{Ag}_2\text{O}$  foi facilmente tratada.

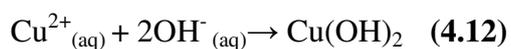
#### 5.4. Tratamento do Cobre (II)

O tratamento do cobre foi realizado, depois de se empregar algumas práticas de gerenciamento, onde foi feito a segregação dos resíduos em frascos separados. Assim o resíduo em análise proveniente de aulas práticas só continha íons de cobre (II).



**Figura 6:** resíduo de cobre.

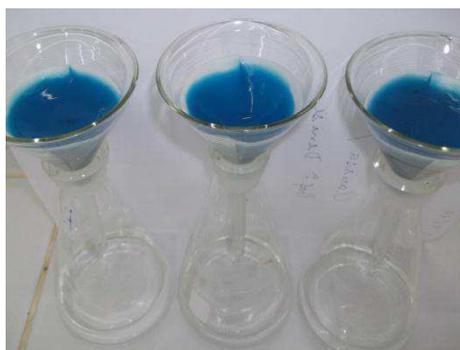
Dessa maneira, o cobre foi tratado com uma solução a frio de  $\text{NaOH}$  5M, onde formou-se um precipitado azul de hidróxido de cobre (II)  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ :



**Figura 7:** precipitado de  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ .

Em excesso de reagente, este precipitado é insolúvel. Depois aproximadamente de formado o precipitado, ele foi filtrado e desidratado na estufa a  $90^\circ\text{C}$  por uma hora. Quando aquecido, o precipitado converte-se em óxido de cobre preto:





**Figura 8:** precipitado sendo filtrado.

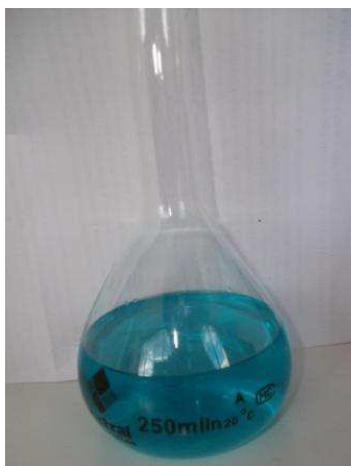


**Figura 9:** óxido de cobre.

O sólido foi então macerado e tratado com uma solução de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  3M, onde formou-se uma solução de  $\text{CuSO}_4$ :



A solução recuperada foi devidamente rotulada e estocada, podendo ser utilizada para as aulas práticas realizadas no laboratório.

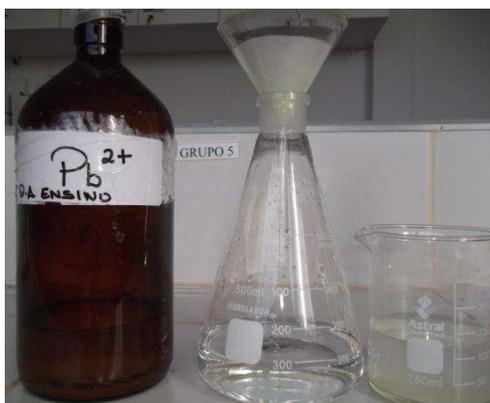


**Figura 10:** resíduo recuperado,  $\text{CuSO}_4$ .

O tratamento para o cobre mostrou-se relativamente simples, depois de realizados os testes confirmatórios para o cobre através das semi-reações foi visto que o melhor tratamento se daria com o hidróxido de sódio, pois formou mais precipitado. A solução recuperada de sulfato de cobre pode ser utilizada em aulas práticas como a abordagem sobre a Pilha de Daniell e calor de óxido-redução, por exemplo.

### 5.5. Tratamento do Sobrenadante de Chumbo (II)

A segregação do chumbo também foi realizada no laboratório, assim o resíduo contendo apenas  $Pb^{2+}$  sólido foi feito filtrando-se todo o resíduo proveniente de aulas práticas, retirando assim toda a parte sólida que estava armazenada junto com o líquido residual.



**Figura 11:** resíduo de chumbo sólido sendo filtrado.

Depois de filtrado o resíduo sólido foi levado para o dissecador.



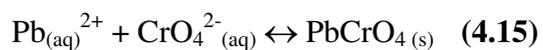
**Figura 12:** resíduo de cloreto chumbo sólido.

O resíduo recuperado de cloreto de chumbo foi devidamente rotulado e armazenado.

### 5.6. Tratamento do Resíduo em Fase Líquida que Continha $Pb^{2+}$

O tratamento do chumbo líquido foi realizado adicionando ao resíduo uma solução de ácido acético 6M, apenas para acidificá-lo e depois adicionando uma solução

de cromato de potássio, onde houve a formação de um precipitado amarelo de cromato de chumbo:



Em seguida a solução foi filtrada para separar o precipitado que foi levado para o dessecador. Depois de sua secagem total, o cromato de chumbo foi devidamente rotulado e armazenado.



**Figura 13:** resíduo de cromato chumbo sólido.

À fase líquida proveniente do tratamento acima descrito foi adicionada uma solução de tioacetamida em meio ácido que foi aquecida, ao resíduo de chumbo foi adicionada esta solução formando um precipitado preto de sulfeto de chumbo.



**Figura 14:** Resíduo sulfeto de chumbo filtrado.



**Figura 15:** Sulfeto de chumbo recuperado.

## 5.7. Tratamento do Dicromato

### 5.7.1. Redução do Cromo (VI) à Cromo (III)

Ao se tratar o chumbo, formou-se no fundo do recipiente um precipitado verde característico de dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ). Para se efetuar o tratamento deste resíduo foi necessário fazer a sua redução para Cromo (III). Assim foi utilizado uma solução concentrada de HCl, que foi adicionada ao dicromato e evaporada até quase sua secura, reduzindo então o dicromato a cromo (III):



**Figura 16:** Cromo (III).



À solução de Cromo III reduzida da forma acima descrita, foi adicionado uma solução de HCl 5M formando 100mL de  $\text{CrCl}_3$ :



**Figura 17:** Solução de  $\text{CrCl}_3$ .

## 6. Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho permitiram estabelecer um conjunto de conclusões em relação ao gerenciamento dos resíduos químicos. Os procedimentos adotados mostraram-se totalmente satisfatórios, e se estendem desde a caracterização dos resíduos até a recuperação dos mesmos.

A partir da inclusão da prática de segregação dos resíduos oriundos das aulas experimentais, foi possível iniciar os procedimentos de identificação e, por conseguinte seu processo de tratamento.

Foram tratados quatro tipos de resíduos diferentes, sendo eles: Cobre (II), Prata (I), Chumbo (II) e o ânion cromato, que somavam mais de 1litro de líquido residual, e que depois de recuperados foram armazenados para uso posterior. O tratamento foi realizado ao momento em que se encontravam substâncias que reagiam com os resíduos do modo esperado, formando os precipitados característicos de cada reagente. Dessa forma os testes iniciais foram feitos a partir das semi-reações existentes para cada grupo de cátions.

A partir dos resultados de modo geral, foi possível concluir em relação ao tratamento dos resíduos que:

1. Resíduos gerais são mais difíceis de conseguir um tratamento adequado, pois sua composição química varia muito com o passar do tempo. O mais correto é fazer a segregação dos resíduos de acordo com suas classes;
2. É importante conhecer toda a composição do resíduo, pois assim o trabalho de tratamento e recuperação, torna-se mais prático.

Com este estudo concluímos que o gerenciamento de resíduos é uma alternativa que permite criar uma nova concepção sobre a recuperação de produtos químicos, que além de minimizar os impactos ambientais, diminuem também custos nas Instituições de Ensino com as compras de alguns reagentes, uma vez que estes podem ser recuperados no próprio laboratório. Além disso, este programa indiretamente desenvolve novas técnicas de tratamento de resíduos, pelos testes realizados no decorrer das análises.

## 7. Referências

1. AFONSO, Júlio Carlos; SILVEIRA, Jaqueline Amorim da; OLIVEIRA, Adriana de Sousa. **Análise Sistemática de Reagentes e Resíduos sem Identificação**. Química Nova, vol. 28, nº. 1, pág. 157-165, 2005.
2. ALBERGUINI, L.B.; SILVA, L.C.; REZENDE, M.O.O.; **Laboratório de resíduos químicos do campus USP- São Carlos: resultados da experiência pioneira em gestão e gerenciamento de resíduos...** Química Nova, nº26, pág. 291-295. 2003.
3. ALBERGUINI, L.B.A.; SILVA, L.C.; REZENDE, M.O.O.; **Tratamento de Resíduos Químicos: Guia Prático para a Solução dos Resíduos Químicos em instituições de Ensino Superior**. São Carlos: RiMa, 2005.
4. ALECRIM, Gisela Ferraz et al. **Gerenciamento dos Resíduos Gerados Nas Disciplinas Química Geral e Química Inorgânica dos Cursos da Área de Química do Cefet-Am**. II Congresso de Pesquisa e Inovação da Rede Norte Nordeste de Educação Tecnológica, João Pessoa – PB, 2007.
5. 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, v.24, nº.3, 419-423, 2001.
6. ATKINS, P.; Jones, L.; **Princípios de Química: Questionando a vida moderna e o meio ambiente**; Artmed Editora S.A., 2002.
7. BARBOSA, Dayse P. **Gerenciamento de Resíduos dos Laboratórios do Instituto de Química da Universidade do Estado do Rio de Janeiro Como um Projeto Educacional e Ambiental**. Engenharia Ambiental Sanitária, Vol. 8, Nº 3, pág. 114-119, 2003.
8. BENDASSOLLI, J.A et al. **Implantação de Programas de Gerenciamento de Resíduos Químicos Laboratoriais em Universidades: Análise Crítica e Recomendações**. Revista de Engenharia Ambiental e Sanitária. Vol.11 - Nº 2, pág. 118-124, abr/jun 2006.
9. BENDASSOLLI, J.A.; MÁXIMO, F.; TAVARES, G.A.; IGNOTO, R.F.; **Gerenciamento de resíduos químicos e águas servidas no laboratório de isótopos estáveis do CENA/USP**. Química Nova, v.26, nº.4, p.1-12, 2003.
10. BENDASSOLLI, José Albertino. **Procedimentos para Recuperação de Ag de Resíduos Líquidos e Sólidos**. Química. Nova, vol. 26, nº. 4, pág. 578-581, 2003.
11. BORGES, Bruno Gabriel A.L et al. **Recuperação de Chumbo, Mercúrio e Elementos dos Grupos 4 A 7 da Tabela Periódica de seus Resíduos**. Química. Nova, Vol. 34, Nº. 4. pág.720-729, 2011.

12. BRAGA, B et al. **Introdução a Engenharia Ambiental**, 2ª ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2005.
13. CARDOSO, Raquel da Silva et al. **Gerenciamento de Resíduos Químicos Gerados nos Laboratórios do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba – Ct/Ufpb**, XII Encontro de Extensão UFPB/ PRAC. 20??.
14. CUNHA, Carlos Jorge da. **O Programa de Gerenciamento dos Resíduos Laboratoriais do Departamento de Química da UFPR**. Quim. Nova, Vol. 24, Nº. 3, 424-427, 2001.
15. DALPASQUALE, Mariane; FUKAMACHI, Cristiane R.B.; FERREIRA, Edilson da Silva. **Tratamento e Recuperação de Resíduos de Cobre Provenientes de Aulas Experimentais**. Synergismuss cyentific a UTFPR, Pato Branco, nº 6 , vol.1, 2011.
16. DEL PIERO, P. B. et AL. **Tratamento de Resíduos de Cobre, Prata e Níquel Provenientes de Aulas Práticas**. LI Congresso Brasileiro de Química, São Luís, 2011.
17. FARIA, Bruno de Araújo; OLIVEIRA, Suzana Maria de; SANTOS, Anderson de Paula. **Tratamento de Resíduos de Aulas Práticas de Química**. Enciclopédia Biosfera, Centro Científico Conhecer, Goiânia, vol.6, Nº.10, Pág.1-7, 2010.
18. FREIRE, Renato Sanches et al. **Novas Tendências para o Tratamento de Resíduos Industriais Contendo Espécies Organocloradas**. Química Nova, nº23, vol.4, 2000.
19. IMBROINI, Denise et al. **Gestão de Resíduos Químicos em Universidades: Universidade de Brasília em Foco**. Química Nova, vol.29, nº.2, pág.404-409, 2006.
20. JARDIM, W.F. **Gerenciamento de Resíduos Químicos**. Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, São Paulo, 1998.
21. JARDIM, WF. **Gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa**. Química Nova. 1997.
22. LAVORANTE , André F; SILVA, Milkellyne Lima da. **Implementação de Um Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos nos Laboratórios de Ensino do Departamento de Química, da Universidade Federal Rural de Pernambuco**. X Jornada de Ensino, Pesquisa e Extensão UFRPE, Recife, 2010.
23. MACHADO, Ana Marta Ribeiro; Salvador, Nemésio Neves B. **Normas de Procedimentos para Segregação, Identificação, Acondicionamento e Coleta de Resíduos Químicos – NR 01/ UGR**, São Paulo, 2005.

24. MARTINS, A. F. **Segurança de laboratório e higiene ocupacional: Manual de Prevenção de Acidentes em Laboratórios Químicos**. Santa Maria: UFSM. Centro de Ciências Naturais e Exatas, 1986.
25. MEDINA, Ângela Fracon; SANTOS, Douglas Felipe dos; BRITO, Núbia Natália de. **Gerenciamento de Resíduos de Aulas Práticas de Química**. Engenharia Ambiental - Espírito Santo do Pinhal, vol. 7, nº. 3, pág. 12-20, 2010.
26. MICARONI, Regina Clélia C.M. **Gestão de Resíduos em Laboratórios do Instituto de Química da UNICAMP**. Tese (Doutorado em Química Analítica) - Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2002.
27. MINISTÉRIO DO TRABALHO E EMPREGO. **Norma Regulamentadora nº 6 (NR – 6) – Equipamento de Proteção Individual (EPI)**. Disponível em: <<http://www.mte.gov.br>> acesso em 10/2011.
28. MISTURA, Clóvia Marozzin; VANIEL, Ana Paula Härter; LINCK, Mara Regina. **Residues Management on the Chemistry Laboratories of University of Passo Fundo, Rs**. CIATEC – UPF, vol.2. pág. 54-64, 2010.
29. NASCIMENTO, L.F.; MELLO, M.C.A. DE; LEMOS, A. DA C.; **Produção mais Limpa**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, 2002.
30. PENATTI, Fabio Eduardo; GUIMARÃES, Solange T. Lima; SILVA, Paulo Marcos da. **Gerenciamento de Resíduos Químicos em Laboratórios de Análises e Pesquisa: O Desenvolvimento do Sistema em Laboratórios da Área Química**, Periódico Eletrônico, Fórum Ambiental da Alta Paulista, São Paulo, vol. 5, 2008.
31. POSSIGNOLO, Nadia V. et al. **Alternativa para o Tratamento de Resíduos Líquidos Contendo Cobre**. 34a Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, [s.i]: 2002.
32. RESOLUÇÃO CONAMA 20, de 18 de junho de 1986. **Classificação de águas doces, salobras e salinas no Território Nacional**. Disponível em: <http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res86/res2086.html>.
33. ROCCA, A.C.C et. al. **Resíduos sólidos industriais**. São Paulo: CETESB, 1993.
34. SASSIOTTO, Maria Lucia P. **Manejo de Resíduos de Laboratórios Químicos na Universidade Federal de São Carlos. XXIX Congresso Interamericano de Engenharia Ambiental e Sanitária**. 2004.
35. SASSIOTTO, Maria Lucia P. **Manejo de Resíduos de Laboratórios Químicos em Universidades: Estudo do Caso do Departamento de Química da UFSCAR**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Urbana) – Universidade Federal de São Carlos, São Paulo-SP, 2005.

36. SILVA, Alexander Fidelis da; SOARES, Tamires R.s.; AFONSO, Júlio Carlos. **Gestão de Resíduos de Laboratório: Uma Abordagem para o Ensino Médio.** Química Nova, vol. 32, nº 1, 2010.
37. SILVA, Denise Domingos da; Santos, Cláudia P.F. **Fundamentos e Práticas de Química Analítica Qualitativa.** Universidade Federal de Campina Grande. 2010, pág: 11 à 18.
38. SILVA, Jamil da. **Metodologia de monitoração de efluentes de laboratórios: aplicação no Instituto de Química da Unicamp.** Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2005.
39. SOARES, Dayane F. **Proposta de Tratamento e Disposição Adequada de Resíduos Químicos Gerados no Laboratório de Separação e Pré-Concentração (LSPc) do IQ/UFU.** Dissertação (Mestrado em Química)- Universidade Federal de Uberlândia, Minas Gerais-MG, 2006.
40. TAVARES, Glauco Arnold; BENDASSOLLI, J.A. **Implantação de um Programa de Gerenciamento de Resíduos Químicos e Águas Servidas nos Laboratórios de Ensino e Pesquisa no CENA/USP.** Química Nova, vol.28, nº4, pág.732-738, 2005.
41. TOCCHETTO, Marta R.L.; VIARO, Nádia S.S.; PANATIERI, R.B. **Tratamento de Resíduos: Recuperação de Prata.** XXVII Congresso Interamericano de Engenharia Sanitária e Ambiental, [s.l], 20??.
42. TOLEDO, Antonio C.T; MORAES, Viviane M. **Gerenciamento de Resíduos Químicos: Uma experiência de aprendizado em aulas de laboratório em Ensino Superior.** XIV Encontro Nacional de Ensino de Química (XIV ENEQ). 2008, Curitiba.
43. VOGEL, A. I. **Química Analítica Qualitativa**, 5ª ed., Editora Mestre Jou, São Paulo. 1981.

# **Anexos**

## **Anexo 1**

### **Legislação Brasileira Relacionada a resíduos**

Constituição Federal: Título VIII, CAPÍTULO VI, Do Meio Ambiente, 1988: assegurar o direito de meio ambiente ecologicamente equilibrado.

### **Leis Federais**

Lei Nº 6938 de 31 de agosto de 1981: Dispõe sobre a Política Nacional do Meio Ambiente, seus afins e mecanismos de formulação e aplicação

Lei Nº 9605 de 12 de fevereiro de 1998: Dispõe das sanções penais e administrativas derivadas de condutas e atividades lesivas ao meio ambiente. (Lei de Crimes Ambientais).

Lei Nº 9966 de 28 de abril de 2000: Dispõe sobre a prevenção, o controle e a fiscalização da poluição causada por lançamento de substâncias perigosas e nocivas em águas, sob a jurisdição nacional e da outras providências.

### **Resoluções:**

Resolução CONAMA nº06 15 de junho de 1988: Disciplina que no processo de licenciamento ambiental de atividades industriais, os resíduos gerados ou existentes deverão ser objeto de controle específico.

Resolução CONAMA nº05 05 de agosto de 1993: Estabelece significados, classificação e procedimentos mínimos para o gerenciamento de resíduos sólidos provenientes de portos, aeroportos, serviços de saúde, terminais ferroviários e rodoviários.

Resolução CONAMA nº023 12 de dezembro de 1996: Regulamenta a importação e uso de resíduos perigosos.

Resolução CONAMA nº257 30 de junho de 1999: Estabelece que pilhas e baterias que contenham chumbo, cádmio e mercúrio em sua composição, tenham os procedimentos de reuso, reciclagem, tratamento ou disposição final ambientalmente adequados.

Resolução CONAMA nº264 26 de agosto de 2000: Se aplica ao licenciamento de fornos rotativos para atividades de coprocessamento de resíduos.

Resolução CONAMA nº283 12 de julho de 2001: Dispõe sobre o tratamento e destinação final dos resíduos a serviço da saúde.

Resolução CONAMA nº313 29 de outubro de 2002: Dispõe sobre o Inventário Nacional de Resíduos Sólidos.

Resolução CONAMA nº314 29 de outubro de 2002: Dispõe sobre o registro de produtos destinados a remediação e da outras providências.

Resolução CONAMA nº316 29 de outubro de 2002: Dispõe sobre procedimentos e critérios para o funcionamento de sistemas de tratamento térmico de resíduos.

Resolução CONAMA nº330 25 de abril de 2003: Institui a Câmara Técnica de Saúde, Saneamento Ambiental e Gestão de Resíduos, com a finalidade de propor normas de tratamento de esgotos sanitários e de coleta e disposição de lixo, normas e padrões para o controle das atividades de saneamento básico e resíduos pós-consumo, assim como normas e critérios para o licenciamento ambiental de potencial ou efetivamente poluidoras.

Resolução CONAMA nº334 03 de abril de 2003: Dispõe sobre os procedimentos de licenciamento ambiental de estabelecimentos destinados ao recebimento de embalagens vazias de agrotóxico.

Resolução CONAMA nº357 17 de março de 2005: Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e da outras providências.

(Esta Resolução revoga a Resolução CONAMA Nº 20 de 18 de junho de 1986).

#### **Norma ABNT NBR 10004:2004**

A ABNT NBR 10004 foi elaborada pela Comissão de Estudo Especial Temporária de Resíduos Sólidos (ABNT/CEET-00:001.34).O Projeto circulou em

Consulta Pública conforme Edital nº 08 de 30.08.2002, com o número Projeto NBR 10004.

Considerando a crescente preocupação da sociedade com relação às questões ambientais e ao desenvolvimento sustentável, a ABNT criou a CEET-00.01.34 - Comissão de Estudo Especial Temporária de Resíduos Sólidos, para revisar a ABNT NBR 10004:1987 - Resíduos sólidos - Classificação, visando a aperfeiçoá-la e, desta forma, fornecer subsídios para o gerenciamento de resíduos sólidos.

**0.2** As premissas estabelecidas para a revisão foram à correção, complementação e a atualização da norma em vigor e a desvinculação do processo de classificação em relação apenas à disposição final de resíduos sólidos.

**0.3** A classificação de resíduos sólidos envolve a identificação do processo ou atividade que lhes deu origem, de seus constituintes e características, e a comparação destes constituintes com listagens de resíduos e substâncias cujo impacto à saúde e ao meio ambiente é conhecido.

A segregação dos resíduos na fonte geradora e a identificação da sua origem são partes integrantes dos laudos de classificação, onde a descrição de matérias-primas, de insumos e do processo no qual o resíduo foi gerado devem ser explicitados.

A identificação dos constituintes a serem avaliados na caracterização do resíduo deve ser estabelecida de acordo com as matérias-primas, os insumos e o processo que lhe deu origem.

As resoluções da ABNT mostram:

NBR 8.418, NB 842/83: Apresentação de projetos de aterros de resíduos industriais perigosos – procedimento.

NBR 10.157, NB 1025/87: Aterros de resíduos perigosos- Critérios para a construção de projetos – procedimento.

NBR 11.174, NB 1.264/90: Armazenamento de resíduos por classes.

NBR 11.175, NB 1.265/90: Incineração de resíduos sólidos perigosos.

NBR 12.235, NB 1.183/92: Armazenamento de resíduos sólidos.

NBR 13.221/03: Transporte de resíduos.

NBR 10.004, NB 155/04: Classificação de resíduos sólidos.

NBR 10.007, NB 1.068/04: Amostragem de resíduos sólidos

**Anexo 2**  
**Produtos Químicos Incompatíveis**

O quadro apresenta produtos químicos incompatíveis para laboratório citado por (CUNHA 2001).

Os códigos entre parênteses apresentam: (1) ácido, (2) base, (3) oxidante, (4) redutor, (5) metal ou liga e (6), materiais que reagem com água.

<b>Substâncias</b>	<b>Incompatível com:</b>
Acetileno	Cloro (3), bromo(3), flúor(3), cobre(5), prata(5), mercúrio(5).
Acetona	Ácido nítrico, ácido sulfúrico.
Ácido acético	Oxido de cromo(1), ácido nítrico, alcoóis, ácido perclórico, peróxidos(3), permanganatos(3).
Ácido cianídrico	Ácido nítrico.
Ácido fluorídrico	Amoníaco (2) e gás amônia
Ácido nítrico concentrado	Ácido acético, anilina(2), óxido de cromo(3), ácido cianídrico, sulfeto de hidrogênio, cobre(5), bronze(5), acetona, álcool, líquidos e gases inflamáveis.
Ácido oxálico	Prata (5) e, mercúrio (5).
Ácido perclórico	Anidrido acético(6)(1), ácido acético, bismuto e ligas(5), alcoóis, papel, madeira, graxas e óleos.
Ácido sulfúrico	Cloratos(3), percloratos(3) e permanganatos(3).
Amoníaco e gás amônia	Mercúrio(5), bromo(5), cloro(3), iodo(3), hipoclorito de cálcio(3), ácido nítrico (1) (3) e peróxido de hidrogênio(3).
Bromo(3)	Amoníaco(2), acetileno, butadieno, butano, metano, propano, hidrogênio, benzeno, metais em pó e carbeto de sódio(6).
Carvão ativado (4)	Hipoclorito de cálcio (3) e oxidantes (3).
Cianetos	Ácidos.
Cloratos (3)	Sais de amônio, ácidos, metais em pó(5), enxofre, substâncias orgânicas inflamáveis.

Cloro (3)	Amônia (2), acetileno, butadieno, butano, metano, propano, hidrogênio, benzeno, metais em pó(5) e carbeto de sódio.
Cobre (5)	Acetileno e peróxido de hidrogênio.
Flúor (3)	Oxida quase tudo, guarde em separado.
Hidrocarbonetos	Flúor(3), cloro(3), bromo(3), óxido de cromo(5), peróxido de sódio(3).
Hipocloritos	Ácidos.
Iodo (3)	Acetileno, amoníaco(2), gás amônia(2) e hidrogênio.
Líquidos inflamáveis	Nitrato de amônio, óxido de cromo(3), peróxido de hidrogênio(3), ácido nítrico, peróxidos de sódio (3) e halogênios(3).
Mercúrio (5)	Acetileno, amônia(2) e amoníaco(2).
Metais alcalinos	Água, hidrocarbonetos halogenados, dióxido de carbono, halogênios(3).
Nitratos	Ácido sulfúrico.
Nitritos	Ácidos, nitrato de amônio e sais de amônio.
Perclorato de potássio (3)	Sais de amônio, ácidos(1), metais em pó(5), enxofre e substâncias orgânicas.
Permanganato de potássio (3)	Glicerina, etilenoglicol, benzaldeído e ácido sulfúrico.
Peróxido de hidrogênio	Cobre (5), cromo (5), ferro(5), metais (5), sais metálicos, alcoóis, cetonas e substâncias orgânicas.
Prata (5)	Acetileno, ácido oxálico, ácido tartático (1) (4) e sais de amônio.
Sulfetos (4)	Ácidos.

### **Anexo 3**

#### **Reações dos Cátions dos Grupos I, II, III, IV, V.**

## Identificação para Tratamento de Cátions

### Cátions do Grupo I

O grupo I engloba o mercúrio (I), chumbo (II), e prata (I). O reagente utilizado para identificação dos cátions deste grupo é o ácido clorídrico diluído e seus cátions formam precipitados brancos de cloretos insolúveis. O cloreto de chumbo é ligeiramente solúvel em água, e por esta razão não é completamente precipitado quando se adiciona ácido clorídrico diluído à amostra. Os íons chumbo (II) restantes são quantitativamente precipitados com ácido sulfúrico em meio ácido, junto com os cátions do segundo grupo (VOGEL 1981).

Os nitratos desses cátions são muito solúveis. Entre os sulfatos, o de chumbo é praticamente insolúvel, enquanto o de prata se dissolve facilmente. A solubilidade do sulfato de mercúrio (I) situa-se entre os dois. Os brometos e os iodetos também são insolúveis, embora a precipitação dos halogenetos de chumbo seja incompleta e os precipitados se dissolvam lentamente em água quente. Os sulfetos são insolúveis. Os acetatos são mais solúveis, embora o acetato de prata possa ser precipitado a partir de soluções mais concentradas. Os hidróxidos e óxidos são precipitados com uma quantidade estequiométrica de reagentes, porém um excesso de base pode promover diferentes reações. Os óxidos e hidróxidos de chumbo (II) precipitados sofrem dissolução em excesso de base, formando o complexo tetrahidroxoplumbato (II). Dessa forma, o hidróxido de chumbo (II) apresenta caráter anfótero. O óxido de mercúrio (I), produto da reação com íons hidróxido, são insolúveis em excesso de reagente e outros álcalis, mas solúveis em ácido nítrico diluído. A reação de íons prata (I) com hidróxido produz óxido de prata (I), insolúvel em excesso de base, entretanto, a água de lavagem do precipitado apresenta uma pequena quantidade de hidróxido de prata, proveniente da reação de hidrólise. São observadas também algumas diferenças com relação a reações com a amônia. O íon chumbo (II) reage com a uma pequena quantidade de amônia, formando hidróxido de chumbo. Um excesso deste reagente não configura nenhuma modificação neste meio reacional. O nitrato de mercúrio (I), por sua vez, produz um precipitado negro de uma mistura de mercúrio metálico e o complexo amidonitrato básico de mercúrio (II), enquanto o íon prata (I) reage com uma solução de amônia diluída para formar o íon complexo diaminoargentato (VOGEL, 1981).

## **Cátions do Grupo II**

O grupo II é constituído de cátions que formam precipitados com ácido sulfídrico em meio ácido diluído, porém não reagem com ácido clorídrico. Os íons que pertencem a esse grupo são: cobre (II), bismuto e cádmio, além disso, eles formam precipitados de cores diferentes do grupo I.

Os cátions do segundo grupo são tradicionalmente divididos em dois subgrupos: o subgrupo do cobre e o do arsênio. Esta divisão é baseada na solubilidade dos precipitados de sulfetos em polissulfeto de amônio. Ao passo que os sulfetos do subgrupo do cobre são insolúveis nesse reagente, os do subgrupo do arsênio dissolvem-se com formação de tiossais. Os íons que pertencem a esse grupo são: cobre, bismuto e cádmio (VOGEL 1981).

## **Cátions do Grupo III ( $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ e $\text{Cr}^{3+}$ )**

Os metais do terceiro grupo de cátions não são precipitados pelos reagentes dos grupos I e II, mas todos são precipitados pelo grupo do gás sulfídrico, na presença do cloreto de amônio, a partir de soluções tornadas alcalinas pela amônia. Os metais, com exceção do alumínio e do cromo que são precipitados como hidróxidos devido à hidrólise completa dos sulfetos em solução aquosa, são precipitados como sulfetos. O ferro, alumínio e cromo (frequentemente acompanhados de um pouco de manganês) também são precipitados como hidróxidos pela solução de amônia na presença de cloreto de amônio, enquanto os outros metais do grupo permanecem em solução e podem ser precipitados como sulfetos pelo gás sulfídrico. É, portanto, normal subdividir o grupo III em:

- Grupo do ferro ( $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$  e  $\text{Cr}^{3+}$ ) ou grupo III A;
- Grupo do zinco ( $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  e  $\text{Zn}^{2+}$ ) ou grupo III B (VOGEL 1981).

### **Cátions do Grupo IV ( $\text{Ba}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ e $\text{Ca}^{2+}$ )**

Os cátions deste grupo não são precipitados com reagentes do grupo I, nem do grupo II, nem do grupo III. Eles formam precipitados com carbonato de amônio na presença de cloreto de amônio em meio neutro ou levemente ácido. Os cátions deste grupo são: cálcio, estrôncio e bário.

O ensaio deve ser efetuado em soluções neutras ou alcalinas. Na ausência de amônia ou íons amônio, o magnésio também será precipitado. Os precipitados brancos formados com o reagente do grupo são: carbonato de bário ( $\text{BaCO}_3$ ), carbonato de estrôncio ( $\text{SrCO}_3$ ) e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), (VOGEL 1981).

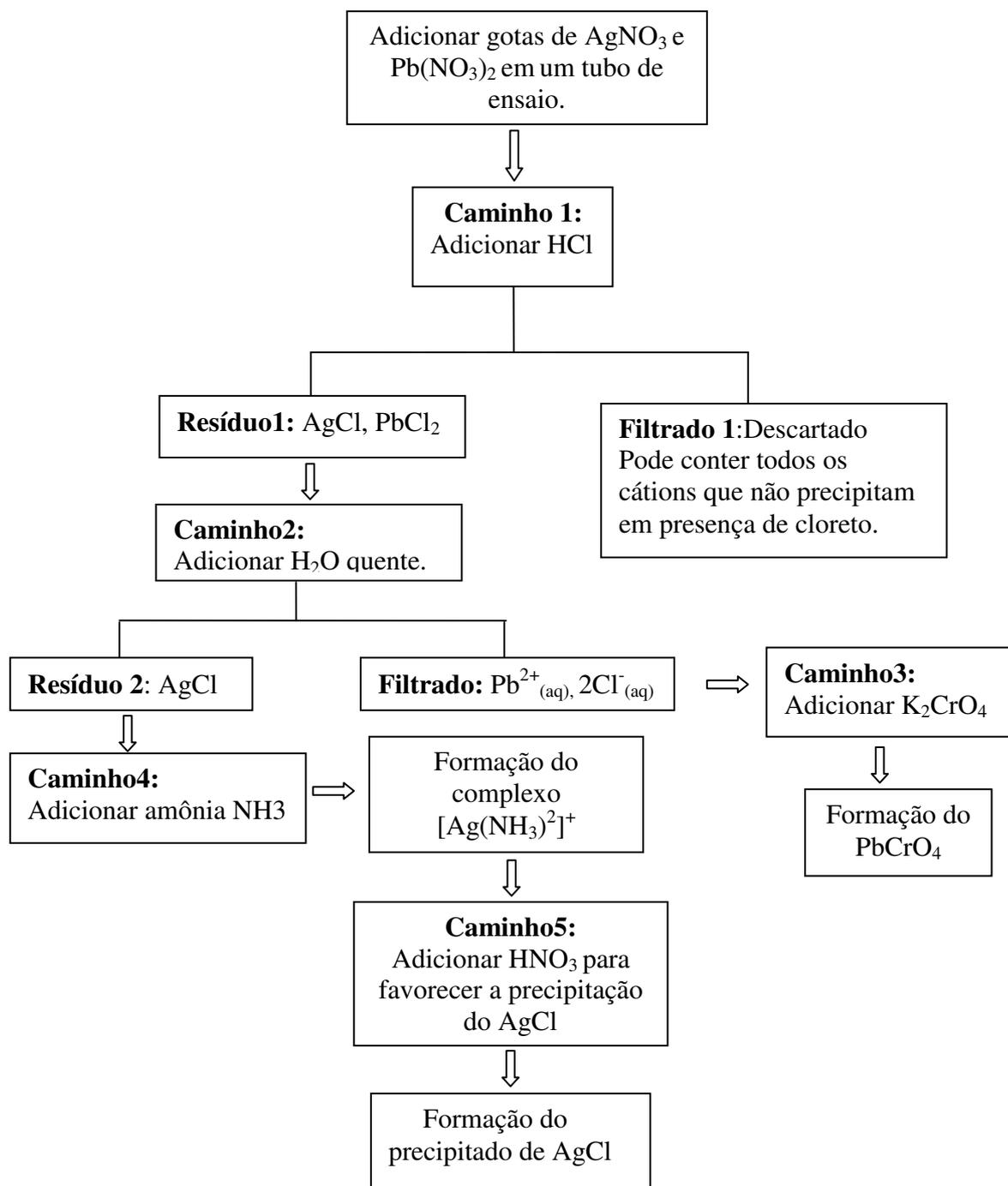
### **Cátions do Grupo V ( $\text{Mg}^{2+}$ , $\text{K}^+$ , $\text{Na}^+$ e $\text{NH}_4^+$ )**

Os cátions do quinto grupo não reagem com ácido clorídrico, sulfeto de hidrogênio, sulfeto de amônio ou (na presença de sais de amônio) com carbonato de amônio. Reações especiais ou ensaios da chama podem ser usados para suas identificações.

Dos cátions deste grupo, o magnésio apresenta reações análogas aos cátions do grupo quatro. Entretanto, na presença de sais de amônio, o carbonato de magnésio é solúvel; portanto, durante o decorrer da análise sistemática (quando consideráveis quantidades de sais de amônio são formados na solução), o magnésio não precipitará com os cátions do quarto grupo.

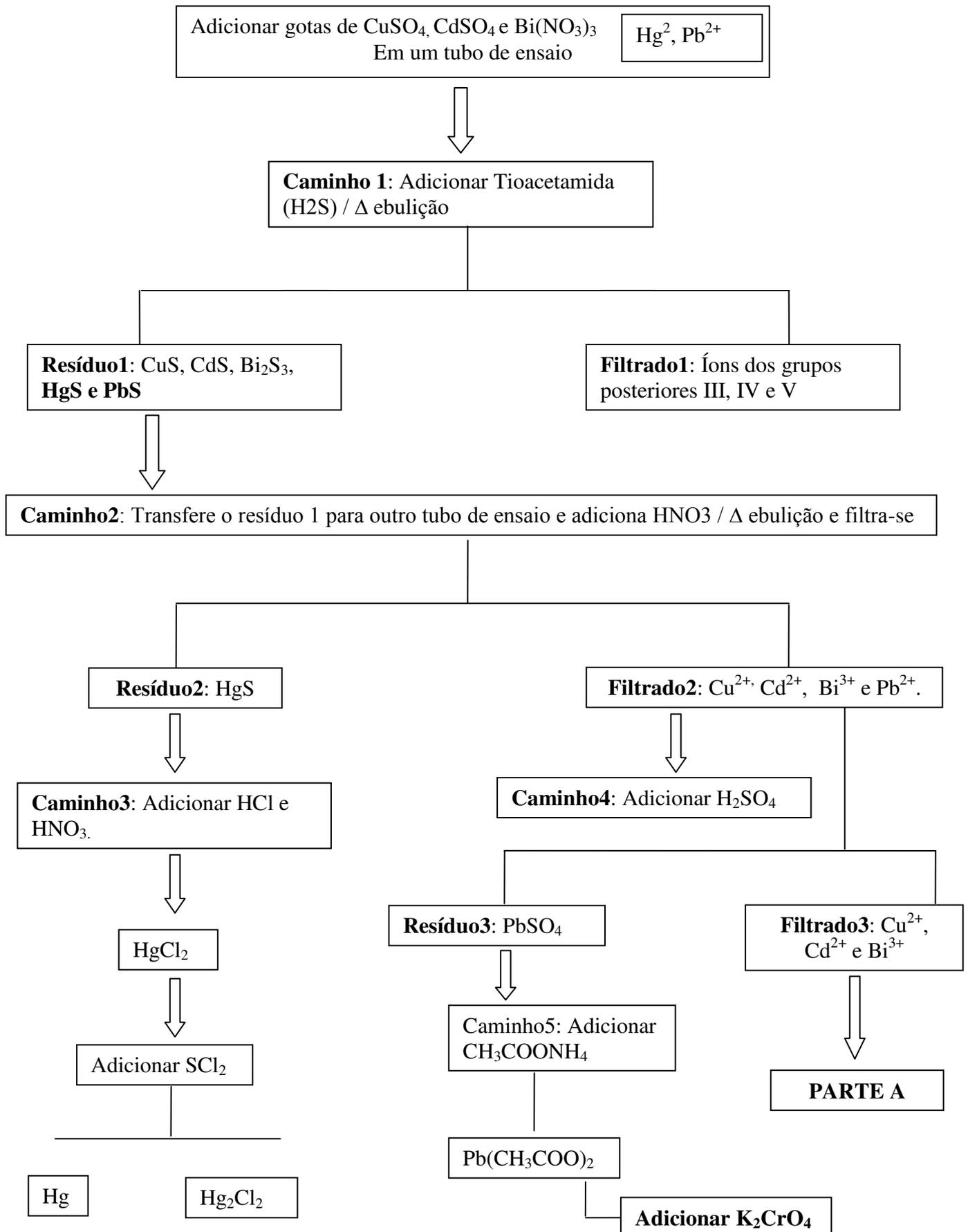
As reações dos íons amônio são bastante semelhantes às do íon potássio, pois o raio iônico destes dois íons é quase idêntico, (VOGEL 1981).

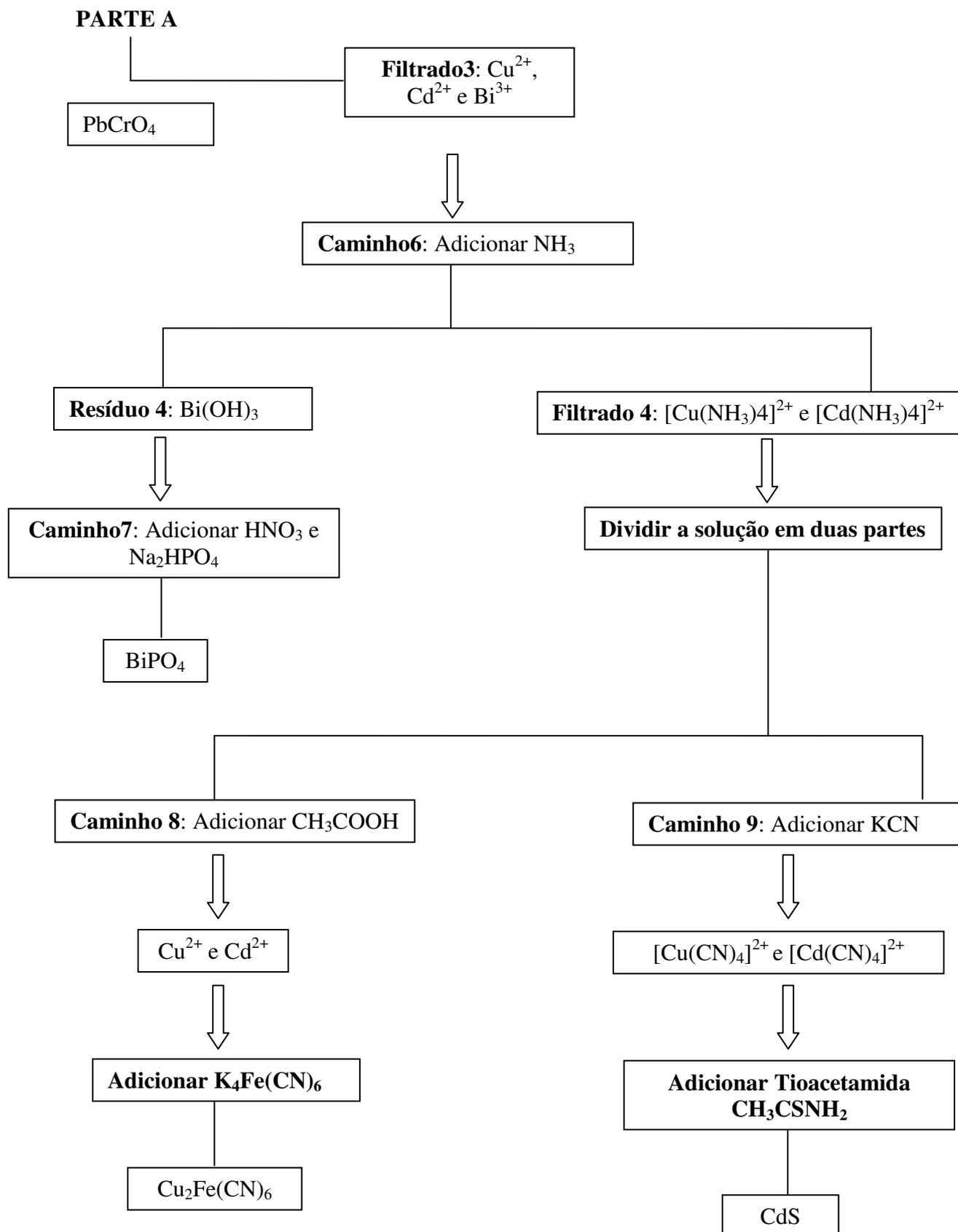
### Marcha do grupo I



**Fluxograma 1:** Marcha analítica do Grupo I de Cátions.

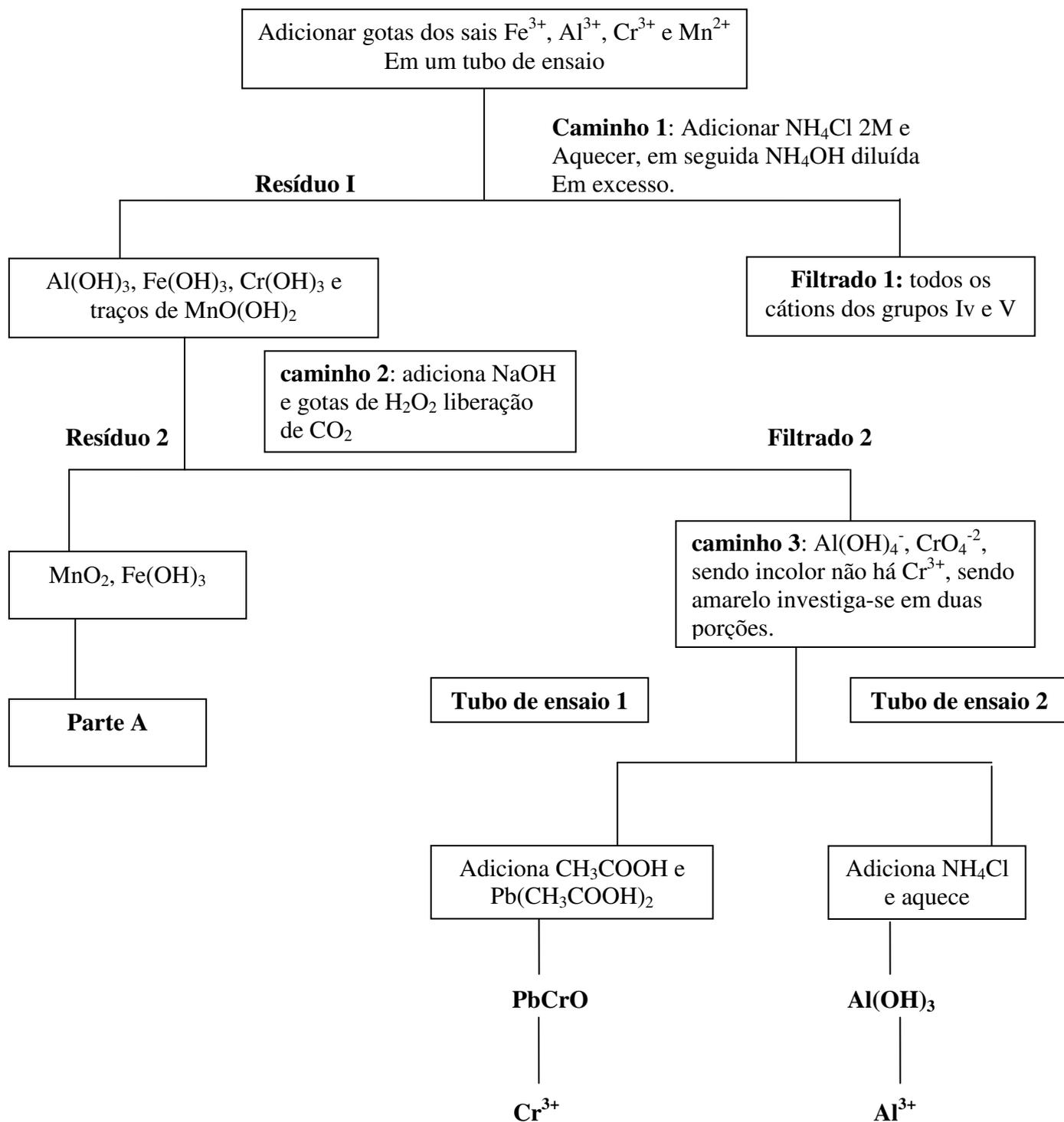
## Marcha grupo II

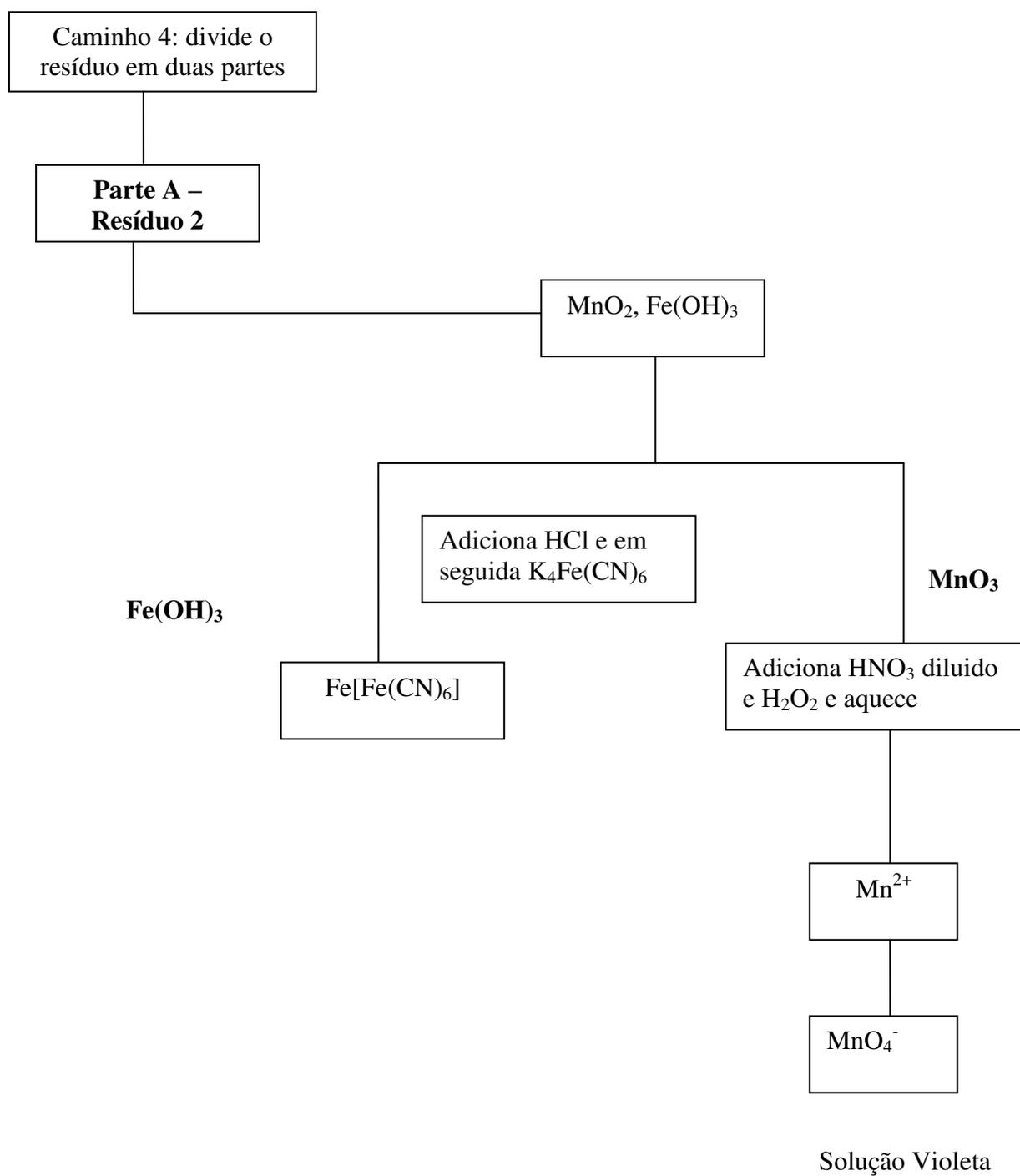




**Fluxograma 2:** Marcha analítica do Grupo II de Cátions.

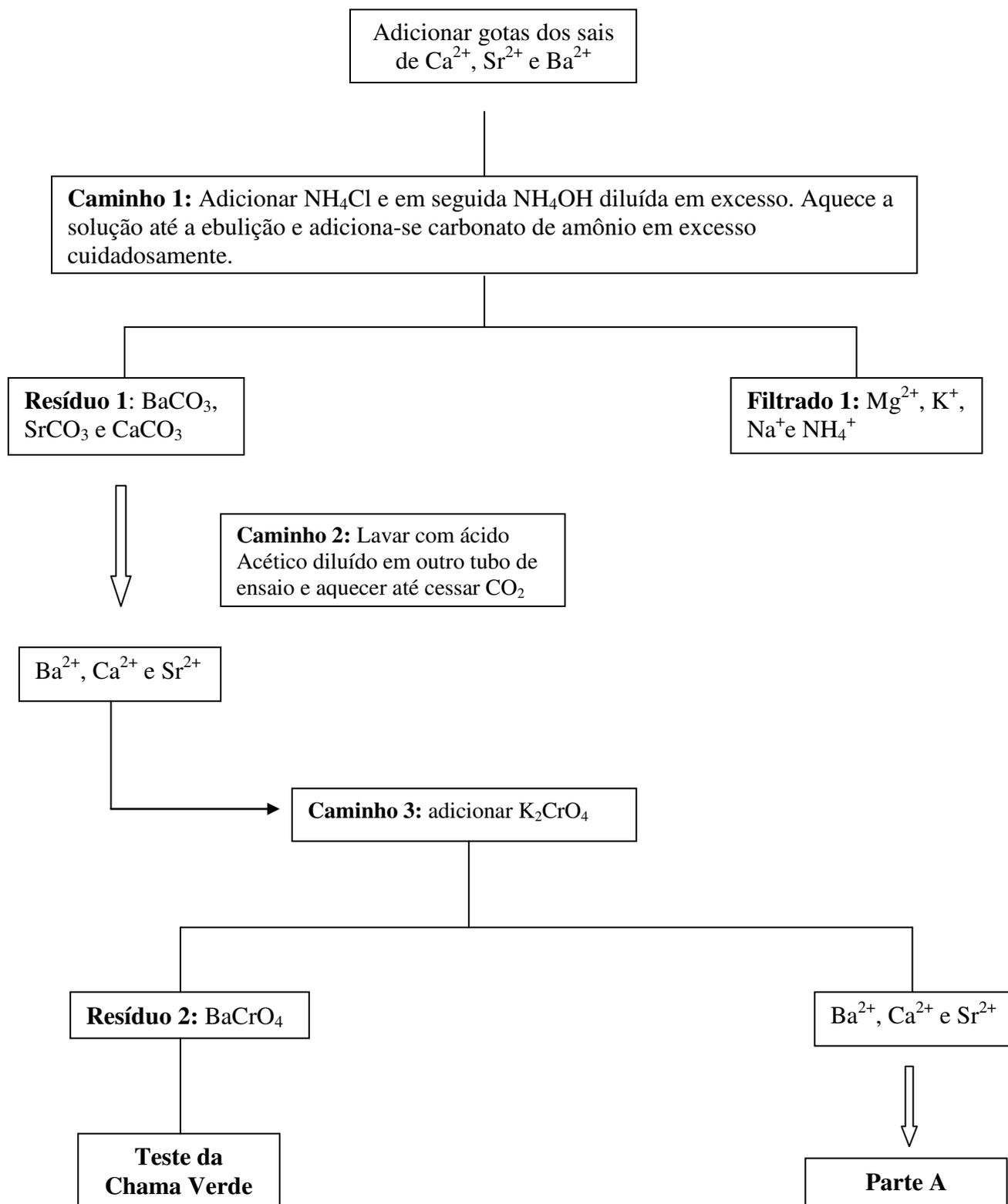
### Marcha grupo III

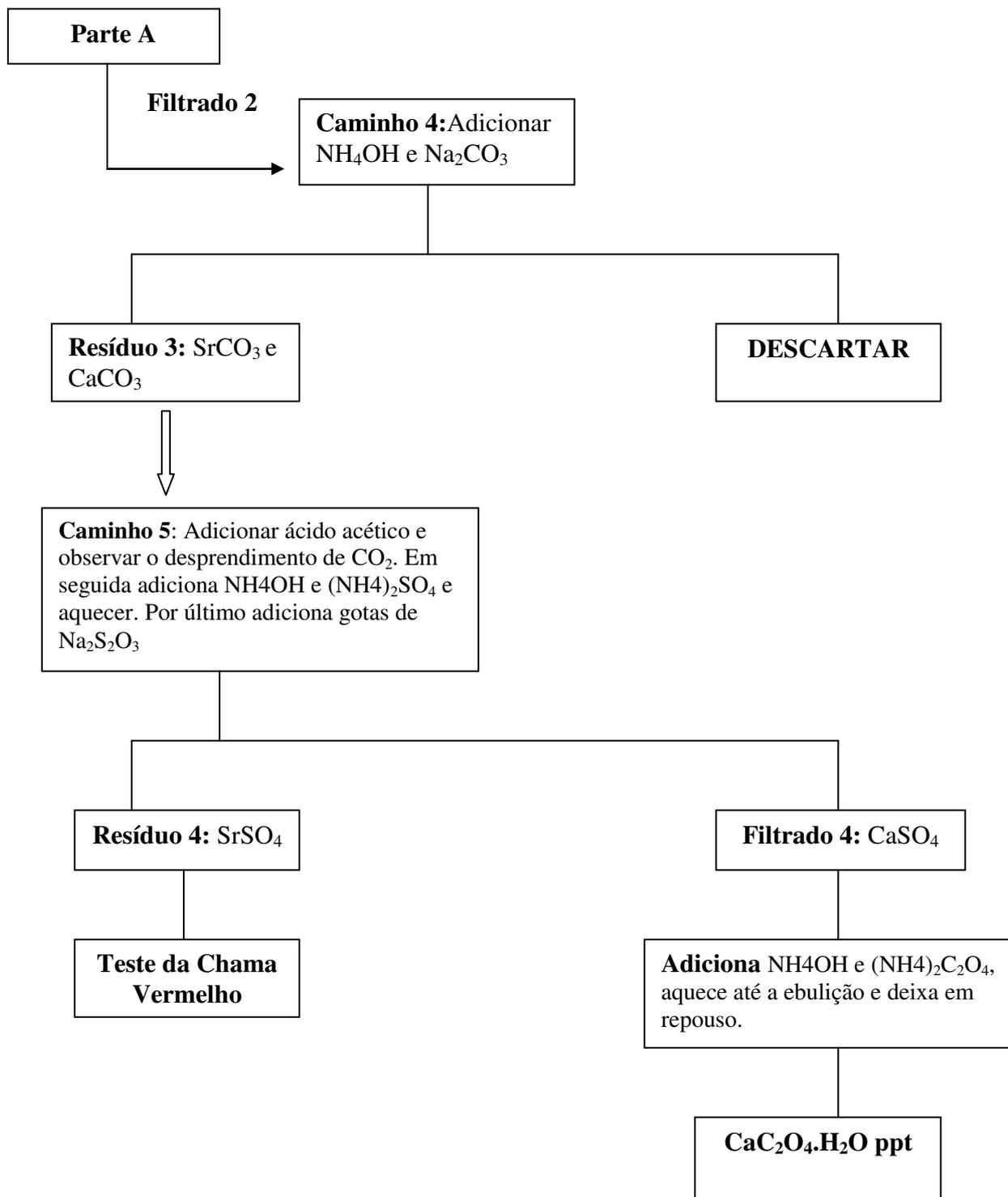




**Fluxograma 3:** Marcha analítica do Grupo III de Cátions.

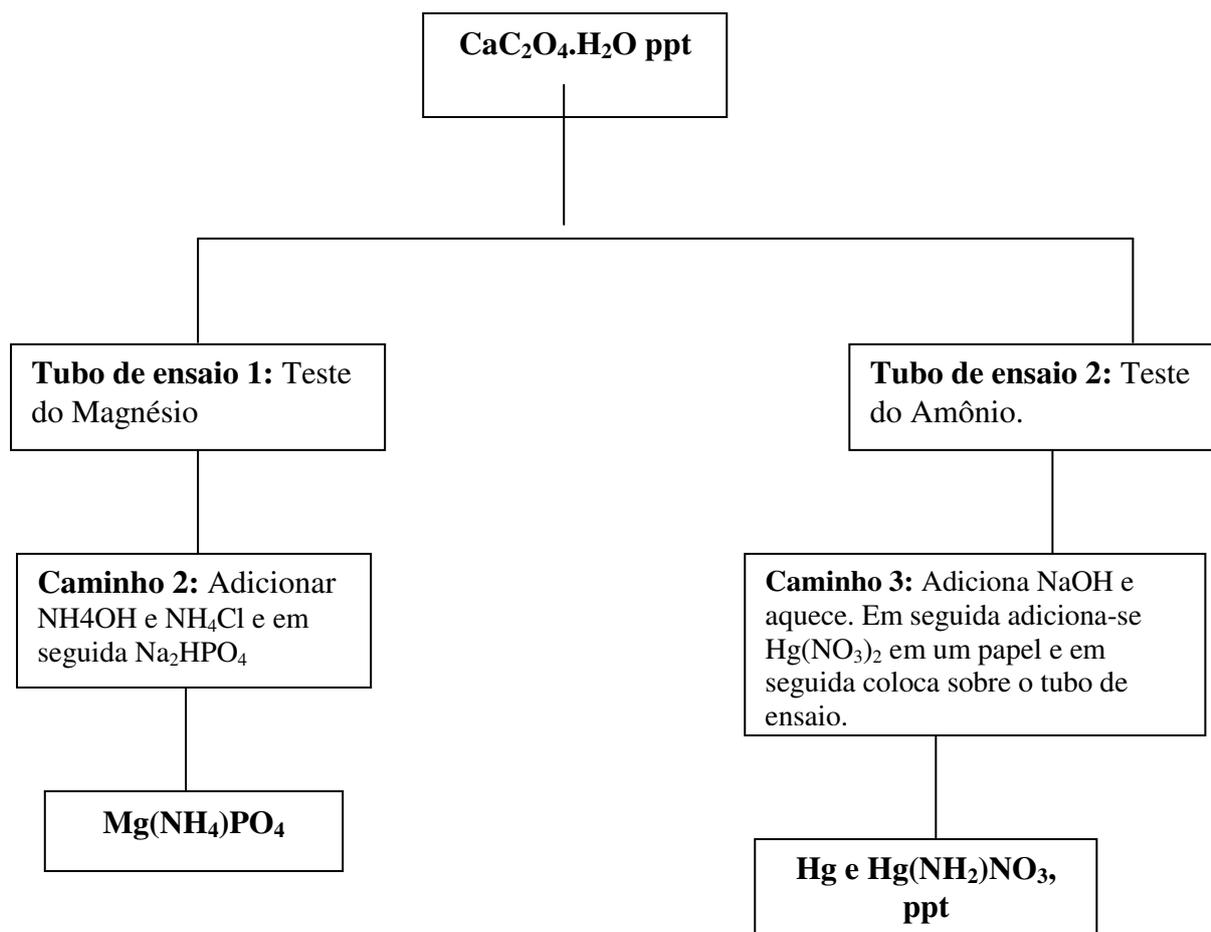
### Marcha do Grupo IV



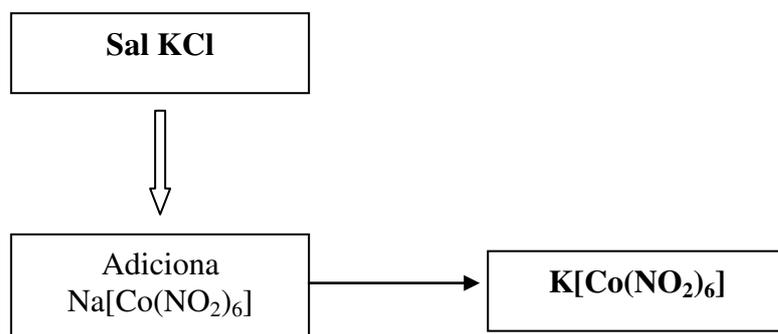


**Fluxograma 4:** Marcha analítica do Grupo IV de Cátions.

### Marcha do Grupo V



### Separadamente o Teste do Potássio



**Fluxograma 5:** Marcha analítica do Grupo V de Cátions.

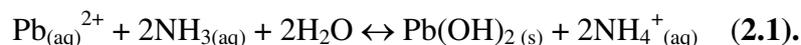
### Semi-reações:

De acordo com (VOGEL 1981), as semi-reações dos grupos dos cátions I e II se dão da seguinte maneira:

### Semi-reações do primeiro grupo de cátions ( $\text{Ag}^+$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ )

#### Reações do Chumbo, $\text{Pb}^{2+}$

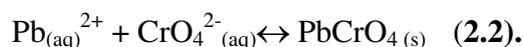
- a) Solução de Amônia: forma um precipitado branco de hidróxido de chumbo:



O precipitado é insolúvel em excesso de reagente.

O precipitado dissolve-se em excesso de reagente, formando íons tetrahidroxiplumbato (II), donde, o hidróxido de chumbo apresenta um caráter anfótero.

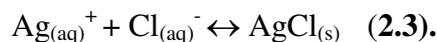
- b) Cromato de Potássio: forma precipitado amarelo de cromato de chumbo.



O ácido nítrico ou hidróxido de sódio dissolvem o precipitado.

#### Reações da Prata, $\text{Ag}^+$

- a) Ácido Clorídrico Diluído: forma um precipitado branco de cloreto de prata.



Acrescentando excesso do íon comum (cloreto) o precipitado se dissolve em ácido clorídrico concentrado formando o complexo dicloargentato.

- b) Hidróxido de Sódio: forma precipitado marrom de óxido de prata.



O precipitado é insolúvel em excesso de reagente e dissolve-se em solução de amônia e ácido nítrico.

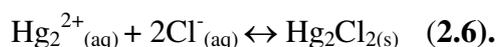
- c) Iodeto de Potássio: forma precipitado amarelo de iodeto de prata.



O precipitado é insolúvel em amônia diluída ou concentrada, mas dissolve-se rapidamente em cianeto de potássio e em tiosulfato de sódio.

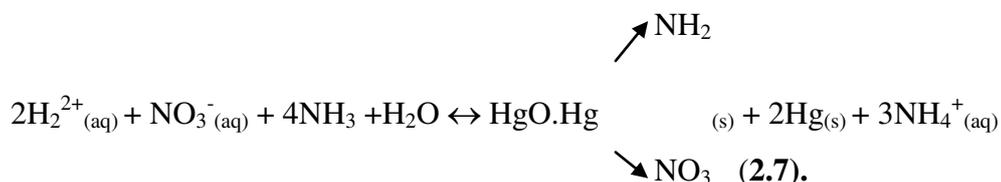
### Reações do Mercúrio, $\text{Hg}_2^{2+}$

- a) Ácido Clorídrico: forma precipitado branco de cloreto de mercúrio (I) calomelano.

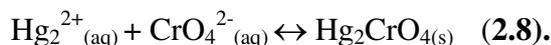


O precipitado é insolúvel em ácidos diluídos.

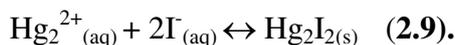
- b) Solução de Amônia: forma precipitado preto que é uma mistura de mercúrio metálico e amidonitrato básico de mercúrio (II), que é ele mesmo um precipitado branco.



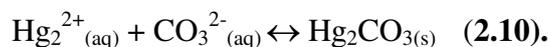
- c) Cromato de Potássio: forma precipitado cristalino vermelho de cromato de mercúrio (I).



- d) Iodeto de Potássio: forma um precipitado verde de iodeto de mercúrio (I).



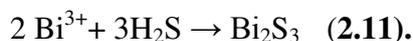
- e) Carbonato de Sódio: forma um precipitado amarelo de carbonato de mercúrio (I).



## Semi-reações do Segundo Grupo de Cátions ( $\text{Cu}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Cd}^{2+}$ )

### Reações do Bismuto, $\text{Bi}^{3+}$

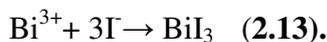
- a) Sulfeto de hidrogênio: forma precipitado preto de sulfeto de bismuto:



- b) Hidróxido de sódio: precipitado branco de hidróxido de bismuto (III):



- c) Iodeto de potássio: quando adicionado gota a gota forma precipitado preto de iodeto de bismuto:



- d) Cianeto de potássio: Precipitado branco de hidróxido de bismuto. A reação constitui uma hidrólise:

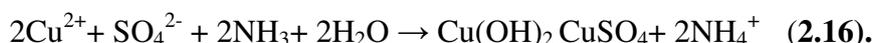


### Reações do Cobre, $\text{Cu}^{2+}$

- a) Sulfeto de hidrogênio: forma precipitado preto de sulfeto de cobre:



- b) Solução de amônia: quando escassamente adicionada forma precipitado azul:



- c) Hidróxido de sódio em solução a frio: precipitado azul de hidróxido de cobre(II)

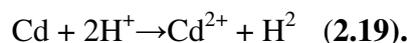


- d) Cianeto de potássio: quando adicionado moderadamente, forma de início, um precipitado amarelo de cianeto de cobre:



### Reações de Cádmio, $\text{Cd}^{2+}$

- a) Sulfeto de hidrogênio: precipitado amarelo de sulfeto de cádmio:



- b) Solução de amônia: quando adicionada gota a gota, forma precipitado branco de hidróxido de cádmio (II):



- c) Hidróxido de sódio: precipitado branco de hidróxido de cádmio(II)



O precipitado é insolúvel em excesso de reagente, sua cor e composição permanecem imutáveis pela ebulição. Os ácidos diluídos dissolvem o precipitado com o equilíbrio se deslocando para a esquerda.

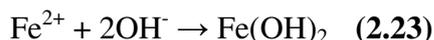
- d) Cianeto de potássio: precipitado branco de cianeto de cádmio, quando adicionado lentamente a solução:



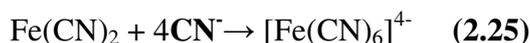
### Semi-reações do Terceiro Grupo de Cátions ( $\text{Fe}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ e $\text{Cr}^{3+}$ )

#### Reações do Ferro, $\text{Fe}^{2+}$ e $\text{Fe}^{3+}$

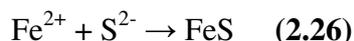
- a) Solução de hidróxido de sódio: precipitado branco de hidróxido de ferro (II), insolúvel em excesso, mas solúvel em ácidos:



- b) Solução de cianeto de potássio: precipitado marrom amarelado de cianeto de ferro (II), solúvel em excesso de reagente, formando uma solução amarelo clara de hexacianoferrato (II):



c) Solução de sulfeto de amônio: precipitado preto de sulfeto de ferro (II):



d) Solução de amônia para  $\text{Fe}^{3+}$ : precipitado gelatinoso, marrom avermelhado de hidróxido de ferro (III), insolúvel em excesso de reagente, mas solúvel em ácidos:

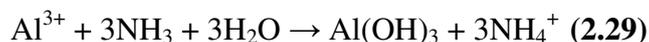


e) Solução de hidróxido de sódio para  $\text{Fe}^{3+}$ : precipitado marrom avermelhado de hidróxido de ferro (III), insolúvel em excesso de reagente:

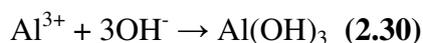


### Reações do Alumínio, $\text{Al}^{3+}$

a) Solução de amônio: precipitado branco gelatinoso de hidróxido de alumínio, ligeiramente solúvel em excesso de reagente:



b) Solução de hidróxido de sódio: precipitado branco de hidróxido de alumínio:

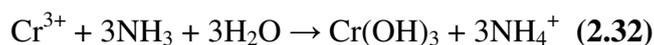


c) Solução de fosfato de sódio: precipitado branco, gelatinoso de fosfato de alumínio:

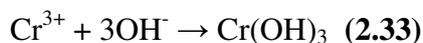


### Reações do Cromo, $\text{Cr}^{3+}$

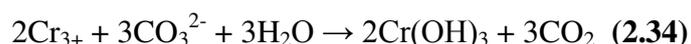
a) Solução de amônia: precipitado gelatinoso, verde cinzento a azul cinzento de hidróxido de cromo (III):



b) Solução de hidróxido de sódio: precipitado de hidróxido de cromo (III):



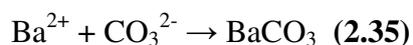
c) Solução de carbonato de sódio: precipitado de hidróxido de cromo (III):



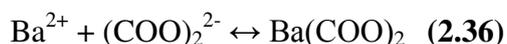
### Semi-reações do Quarto Grupo de Cátions ( $\text{Ba}^{2+}$ , $\text{Sr}^{2+}$ e $\text{Ca}^{2+}$ )

#### Reações do Bário, $\text{Ba}^{2+}$

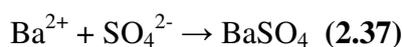
a) Solução de carbonato de amônio: precipitado branco de carbonato de bário solúvel em ácido acético e em ácidos minerais diluídos:



b) Solução de oxalato de amônio: precipitado branco de oxalato de bário:

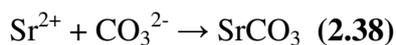


c) Ácido sulfúrico diluído: precipitado branco de sulfato de bário:

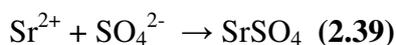


#### Reações do Estrôncio, $\text{Sr}^{2+}$

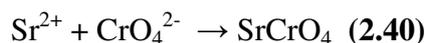
a) Solução de carbonato de amônio: precipitado branco de carbonato de estrôncio:



b) Ácido sulfúrico diluído: precipitado branco de sulfato de estrôncio:



c) Solução de cromato de potássio: precipitado amarelo de cromato de estrôncio:

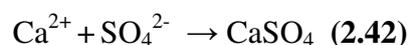


### Reações do Cálcio, $\text{Ca}^{2+}$

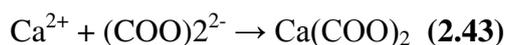
a) Solução de carbonato de amônio: precipitado branco amorfo de carbonato de cálcio:



b) Ácido sulfúrico diluído: precipitado branco de sulfato de cálcio:



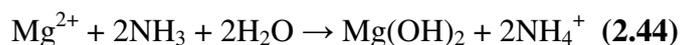
c) Solução de oxalato de amônio: precipitado branco de oxalato de cálcio/;



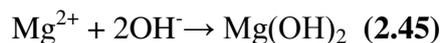
### Semi-reações do Quinto Grupo de Cátions ( $\text{Mg}^{2+}$ , $\text{K}^+$ e $\text{NH}_4^+$ )

#### Reações do Magnésio, $\text{Mg}^{2+}$ :

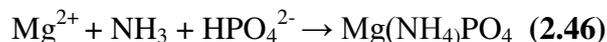
a) Solução de amônia: precipitação parcial de hidróxido de magnésio branco gelatinoso:



b) Solução de hidróxido de sódio: precipitado branco de hidróxido de magnésio, insolúvel em excesso de reagente, mas facilmente solúvel em soluções de sais de amônio:

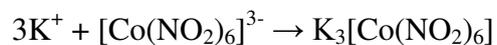


c) Solução de hidrogenofosfato dissódico: precipitado branco cristalino de fosfato de magnésio:

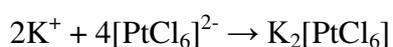


**Reações do Potássio, K<sup>+</sup>**

- a) Solução de hexanitritocobalto (III) de sódio, Na[Co(NO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>]: precipitado amarelo de hexanitritocobalto (III) de potássio:



- b) Reagente ácido hexacloroplatínico (IV): precipitado amarelo de hexacloroplatinato (IV) de potássio:

**Reações do Sódio, Na<sup>+</sup>**

- a) Solução de acetato de urânio e magnésio: precipitado amarelo cristalino de acetato de urânio, magnésio e sódio:

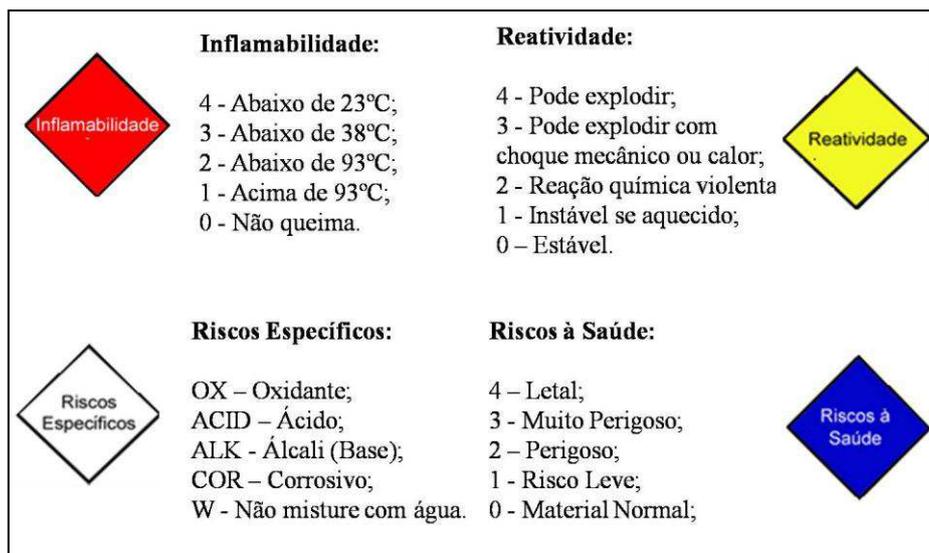


**Anexo 4**  
**Rotulagem**

<b>FICHA DE CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUOS – CES/UFCG</b>					
Departamento/Unidade: _____		Laboratório/Setor: _____			
Telefone: _____		e-mail: _____			
Professor Responsável: _____					
Responsável pelo preenchimento: _____					
Data da solicitação: __ / __ / ____ Data da Coleta: __ / __ / ____					
<b>PREENCHIMENTO OBRIGATÓRIO: Assinalar com um X as características do Resíduo Químico</b>					
<input type="checkbox"/>	Solvente Não halogenado	<input type="checkbox"/>	Solução com metais pesados	<input type="checkbox"/>	Amina
<input type="checkbox"/>	Solvente Halogenado	<input type="checkbox"/>	Solução contendo Hg	<input type="checkbox"/>	Ácido ou base
<input type="checkbox"/>	Acetonitrila	<input type="checkbox"/>	Solução contendo Ag	<input type="checkbox"/>	Oxidante
<input type="checkbox"/>	Fenol	<input type="checkbox"/>	Sólido com metal pesado (tálio ou cádmio)	<input type="checkbox"/>	Redutor
<input type="checkbox"/>	Pesticida ou herbicida	<input type="checkbox"/>	Sólido com outros metais pesados	<input type="checkbox"/>	Óleos especiais (de equipamentos e que estejam contaminados)
<input type="checkbox"/>	Solução sem metal pesado	<input type="checkbox"/>	Peróxido orgânico	<input type="checkbox"/>	misturas
<input type="checkbox"/>	Solução contaminada com solvente orgânico	<input type="checkbox"/>	Outros sais	<input type="checkbox"/>	Outros (tintas, vernizes, resinas) não contaminantes
<input type="checkbox"/>	Gerador de cianetos	<input type="checkbox"/>	Presença de enxofre ou substâncias sulfuradas	<input type="checkbox"/>	pH

**Figura 1:** Ficha de identificação de resíduo.

Os códigos NFPA referem-se às substâncias puras. Na rotulagem dos resíduos deverão ser utilizados os códigos das substâncias com características de: riscos à saúde (azul), inflamabilidade (vermelho), reatividade (amarelo) e riscos específicos (branco), a **figura 2**, nos mostra estes significados:



**Figura 2:** significado e graus de periculosidade do diagrama de Hommel.