



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA  
LABORATÓRIO DE REFERÊNCIA EM DESSALINIZAÇÃO

**TESE DE DOUTORADO**

**DESEMPENHO DE UM SISTEMA COM LEITO FLUIDIZADO DE VERMICULITA  
EXPANDIDA, PARA REMOÇÃO DE ÍONS METÁLICOS TÓXICOS PRESENTES  
EM EFLUENTES INDUSTRIAIS.**

**HENRIQUE CÉSAR DA SILVA**

**CAMPINA GRANDE  
2018**

**HENRIQUE CÉSAR DA SILVA**

**DESEMPENHO DE UM SISTEMA COM LEITO FLUIDIZADO DE VERMICULITA  
EXPANDIDA, PARA REMOÇÃO DE ÍONS METÁLICOS TÓXICOS PRESENTES  
EM EFLUENTES INDUSTRIAIS.**

**Tese apresentada ao Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia Química da  
Universidade Federal de Campina  
Grande, como requisito para a  
obtenção do título de Doutor em  
Engenharia Química.**

**Área de Concentração: Recursos Regionais e Meio Ambiente**

**Orientador: Prof. Kepler Borges França (Ph.D).**

**CAMPINA GRANDE  
2018**

S586d

Silva, Henrique César da.

Desempenho de um sistema com leito fluidizado de vermiculita expandida, para remoção de íons metálicos tóxicos presentes em efluentes industriais / Henrique César da Silva. - Campina Grande, 2018.

223 f. : il. color.

Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2018.

"Orientação: Prof. Dr. Kepler Borges França".

Referências.

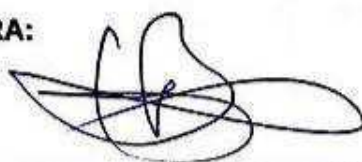
1. Vermiculita. 2. Efluentes Industriais. 3. Adsorção. 4. Tempo de Residência. I. França, Kepler Borges. II. Título.

CDU 553.678(043)

**HENRIQUE CÉSAR DA SILVA**

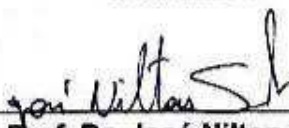
**DESEMPENHO DE UM SISTEMA COM LEITO FLUIDIZADO DE VERMICULITA  
EXPANDIDA, PARA REMOÇÃO DE ÍONS METÁLICOS TÓXICOS PRESENTES  
EM EFLUENTES INDUSTRIAIS.**

**BANCA EXAMINADORA:**



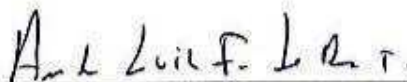
---

**Prof. Kepler Borges França (Ph.D)**  
**Orientador**



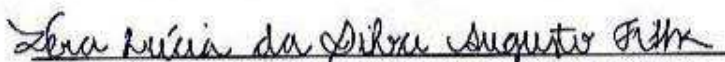
---

**Prof. Dr. José Nilton Silva**  
**Examinador Interno**



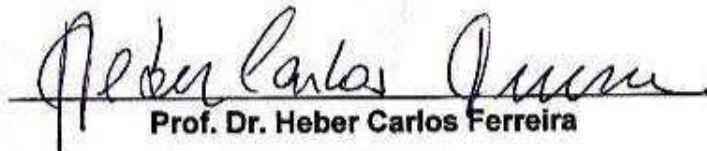
---

**Prof. Dr. André Luiz Fiquene de Brito**  
**Examinador Interno**



---

**Prof. Dra. Vera Lúcia da Silva Augusto Filha**  
**Examinador Externo**



---

**Prof. Dr. Heber Carlos Ferreira**  
**Examinador Externo**

**CAMPINA GRANDE**

**2018**

**Dedico esse trabalho a minha mãe (Dona Luzia Leonízia) e a minha tia-mãe (Dona Irene Alice) por todos os ensinamentos de vida e valores como cidadão.**

**“A água é o princípio de todas  
as coisas.. .”**

**Tales de Mileto.**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus por sua benção e trilhar sempre meus caminhos.

À minha esposa Maiane, pelo apoio nas minhas escolhas profissionais e aos filhos Leandro e Gustavo por representarem força e alegria do meu viver.

Ao Professor PhD. Kepler Borges França, pela orientação e ensinamentos científicos, além de confiança e incentivo durante o trabalho.

Aos Membros da banca examinadora pelo aceite e contribuições para este trabalho.

Ao Professor Dr. Dawy Keyson, pela concessão de análises iniciais na UFPB, bem, como aos Professores Dr. Raul Rosenhaim e Dra. Kátia Messias.

À Professora Marcia Izabel (UEPB) e o Químico Franklin (UFPB), por repassarem conhecimentos preliminares sobre o equipamento de Espectroscopia de Absorção Atômica - AAS.

Ao Químico e técnico-mecânico, João Utemberg (LABDES), pelo constante apoio e importante colaboração para o desenvolvimento do protótipo proposto.

Ao Químico Dr. Rodrigo Vieira pelo irrestrito apoio nas análises de espectroscopia por adsorção atômica e físico-químicas.

Ao concluinte de Engenharia Química, Pablo Ícaro, pelo auxílio durante as bateladas com o Sistema SATIFC e nos estudos dos tempos de residência.

Ao Engenheiro Claudio Silva, do LABEME - UFPB, pela realização dos ensaios de resistência mecânica à compressão nos blocos estabilizados.

Enfim, a toda equipe do LABDES (Maniza, Kelly, Carolina, Sonaly, Manoel, Karine, Bruna, Teresiana, Gleriston e demais integrantes), fica meu sentimento de gratidão.

## RESUMO

Visando a contaminação química da água e seus problemas gerados, esse trabalho buscou desenvolver uma metodologia alternativa para remover cátions tóxicos de soluções, com alusão aos efluentes industriais. Inicialmente, foi realizada a caracterização do argilomineral vermiculita de granulometria média (VM), por meio de análise de difração de raios-X, onde o material argiloso expandido termicamente, e seu precursor, *in natura*, apresentaram dados cristalográficos que corroboram com a ficha cadastral do mineral. Foram procedidos testes de bancada com a percolação de soluções sintéticas de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , no leito de VM expandida, sob 6 tratamentos, mantidos sob agitação durante 6 horas. A capacidade de adsorção e troca iônica foi comprovada, na qual, a eficiência de remoção máxima foi de 97,11% para o  $\text{Cr}^{3+}$ ; 93,06% para o  $\text{Cu}^{2+}$ , e 96,28% para o  $\text{Pb}^{2+}$ . Foi desenvolvido um protótipo denominado  $S_{\text{ATIFIC}}$ , para realização de experimentos em maior escala (200,0 L), onde estudou-se a distribuição de tempos de residência, das partículas no fluido, evidenciando que o tempo médio de residência crescia à medida que aumentava a massa aplicada para o jorro de leito, ou mesmo quando a vazão do fluido diminuía. O monitoramento do  $S_{\text{ATIFIC}}$  foi realizado com periodicidades de coletas, durante 24h, que operou no modo de batelada para a remoção dos íons de cromo, cobre e chumbo, presentes em soluções aquosas com concentrações de  $100,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Os cátions  $\text{Cr}^{3+}$  tiveram maiores índices de remoção, seguidamente dos íons de  $\text{Cu}^{2+}$ , e atingiram o limite de lançamento para efluentes (LLE), referido pela legislação vigente, com os leitos  $m_2$  (2.800,0 g) e  $m_3$  (4.200,0 g); enquanto que as espécies de  $\text{Pb}^{2+}$  só atingiram a meta permissível com o leito  $m_3$ . Nas misturas salinas, apenas o  $\text{Cr}^{3+}$  atingiu o LLE com  $m_2$ , já com o leito  $m_3$  a remoção ocorreu a níveis permissíveis para os três cátions, na ordem de:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Cu}^{2+} \geq \text{Pb}^{2+}$ . Por fim, para evitar a poluição secundária, houve a encapsulação da vermiculita contaminada com os resíduos tóxicos. Especificamente para o  $\text{Cr}^{3+}$ , foi designada a produção de blocos para alvenaria pelo processo de estabilização por solidificação, com 4 diferentes traços, sendo aprovados quanto as características mecânicas, principalmente mediante ao maior teor de cimento e adição de outros agregados. Por meio dos extratos lixiviados, foi possível identificar os blocos que obtiveram classificação como produtos de origem residuais não perigosos, credenciando-os para aplicação no cotidiano quando inertes pelo processo de solubilização.

Palavras-chave: Vermiculita, efluentes industriais, adsorção, tempo de residência.



## ABSTRACT

Aiming at studying water contamination and its following problems this paper has sought to develop an alternative methodology to remove toxic cations from solutions with reference to its industrial effluents. At first, a characterization of the argilomineral vermiculita's grain size was developed by analyzing the X-rays and in which the argillaceous material was thermally expanded and its predecessor, *in natura*, both presented crystallographic data that corroborate the mineral's file. Further bench testing were carried out with synthetic solutions percolation of  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  in the VM expanded bed under six treatments kept under stirring for six hours. The adsorption capacity and ionic exchange was proved in which the maximum removal was 97,11% of  $\text{Cr}^{3+}$ ; 93,06% for  $\text{Cu}^{2+}$  and 96,28% for  $\text{Pb}^{2+}$ . A prototype was developed and named  $S_{\text{ATIFIC}}$  in order to carry out bigger scale experiments (200,0 L), in which the residence time distribution was studied on the fluid particles bringing into evidence that the average residence time grew as the mass was increased at the bed spurt, or even when the fluid's flow was decreased. The  $S_{\text{ATIFIC}}$  monitoring was done within collecting periods during 24h under a batch processing in order to remove the chrome ions, copper and lead, all present in water solutions with  $100,0\text{mg.L}^{-1}$  concentrations. The  $\text{Cr}^{3+}$  cations had bigger removing indexes, followed by the  $\text{Cu}^{2+}$  ions and reached the launching limit for effluent (LLE), referred by the current law with beds  $m_2$  (2.800,0g) and  $m_3$  (4.200,0g); while the  $\text{Pb}^{2+}$  species only reached the admissible goal with bed  $m_3$ . With the saline mixtures, just  $\text{Cr}^{3+}$  reached LLE with  $m_2$ , and as for  $m_3$  bed the removal occurred in admissible levels for three cations in the following order:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Cu}^{2+} \geq \text{Pb}^{2+}$ . At last, in order to avoid a secondary pollution, there was the encapsulation of the contaminated vermiculita with toxic residue. Specifically for the  $\text{Cr}^{3+}$ , it was allotted a cement block production by solidification and stabilization process with four different traces, being approved according to their mechanical features, mainly according to the higher amount of cement and other additions. By leaching out extracts it was possible to identify the blocks that could be classified as non-hazardous residual products, validating them for a daily basis use whenever idle by solubilization process.

Keywords: Vermiculite, industrial effluents, adsorption, residence time.

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura dos filossilicatos .....	31
Figura 2 - Estrutura Cristalina da vermiculita .....	36
Figura 3 - Presença de água na estrutura da vermiculita .....	37
Figura 4 - Imagem de vermiculita <i>in natura</i> e expandida .....	39
Figura 5 - Classificação das isotermas de adsorção .....	46
Figura 6 - Representação dos fardos de vermiculita adquiridos .....	50
Figura 7 - Fluxograma dos procedimentos com a vermiculita .....	51
Figura 8 - Fluxograma proposto para a limpeza e ativação da VM .....	53
Figura 9 - Lixiviação nos testes de bancada .....	56
Figura 10 - Processo de separação: vermiculita / solução salina .....	57
Figura 11 - Comparação entre grãos de vermiculita expandida e crua .....	60
Figura 12 - Difratoograma de raios-X na vermiculita <i>in natura</i> e expandida .....	62
Figura 13 - Microscopia eletrônica de varredura – MEV .....	65
Figura 14 - Imagens dos permeados de Cr <sup>3+</sup> , Cu <sup>2+</sup> e Pb <sup>2+</sup> .....	67
Figura 15 - Análises de EAA para íons de Cr <sup>3+</sup> .....	69
Figura 16 - Análises de EAA para íons de Cu <sup>2+</sup> .....	69
Figura 17 - Análises de EAA para íons de Pb <sup>2+</sup> .....	70
Figura 18 - Variação do pH em função dos tratamentos .....	73
Figura 19 - Variação da turbidez em função dos tratamentos .....	75
Figura 20 - Variação da condutividade elétrica em função dos tratamentos .....	76
Figura 21 - Variação da cor em função dos tratamentos .....	77
Figura 22 - Representações dos protótipos desenvolvidos para percolação do fluido em leitos de vermiculita – VM .....	82
Figura 23 - Representação das etapas do protótipo final (S <sub>ATIFIC</sub> ) desenvolvido .....	85
Figura 24 - Imagem dos ensaios do tempo de residência .....	90
Figura 25 - Descrição gráfica da área do trapézio .....	93
Figura 26 - Ilustração da aplicação mútua da regra do trapézio .....	93
Figura 27 - Protótipo: sistema de adsorção e troca iônica com filtros e crepina - S <sub>ATIFIC</sub> .....	97

Figura 28 - Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 1 com $m_2$ .....	100
Figura 29 - Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 1 com $m_2$ .....	100
Figura 30 - Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 1 com $m_2$ .....	101
Figura 31 - Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 1 com $m_3$ .....	101
Figura 32 - Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 2 com $m_2$ .....	102
Figura 33 - Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 2 com $m_2$ .....	102
Figura 34 - Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 2 com $m_3$ .....	103
Figura 35 - Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 2 com $m_3$ .....	103
Figura 36 - Comportamento do traçador em função do tempo no protótipo com $m_2$ .....	104
Figura 37 - Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no protótipo com $m_2$ .....	104
Figura 38 - Comportamento do traçador em função do tempo no protótipo com $m_3$ .....	105
Figura 39 - Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no protótipo com $m_3$ .....	105
Figura 40 - Soluções e alíquotas das bateladas .....	114
Figura 41 - Concentração e remoção de $Cr^{3+}$ com $m_1$ , $m_2$ e $m_3$ , em função do tempo .....	115
Figura 42 - Concentração e remoção de $Cu^{2+}$ com $m_2$ e $m_3$ , em função do tempo .....	115
Figura 43 - Concentração e remoção de $Pb^{2+}$ com $m_2$ e $m_3$ , em função do tempo .....	119
Figura 44 - Concentração e remoção de $Cr^{3+}$ , $Cu^{2+}$ e $Pb^{2+}$ na mistura salina com $m_2$ , em função do tempo .....	116
Figura 45 - Concentração e remoção de $Cr^{3+}$ , $Cu^{2+}$ e $Pb^{2+}$ na mistura salina com $m_3$ , em função do tempo .....	120
Figura 46 - Isotermas da adsorção dos íons de cromo com $m_1$ .....	122
Figura 47 - Isotermas da adsorção dos íons de cromo com $m_2$ .....	122
Figura 48 - Isotermas da adsorção dos íons de cromo com $m_3$ .....	122
Figura 49 - Isotermas da adsorção dos íons de cobre com $m_2$ .....	123
Figura 50 - Isotermas da adsorção dos íons de cobre com $m_3$ .....	123
Figura 51 - Isotermas da adsorção dos íons de chumbo com $m_2$ .....	124
Figura 52 - Isotermas da adsorção dos íons de chumbo com $m_3$ .....	124

Figura 53 - Isotermas da adsorção de $\text{Cr}^{3+}$ na mistura salina com <i>m2</i> .....	125
Figura 54 - Isotermas da adsorção de $\text{Cu}^{2+}$ na mistura salina com <i>m2</i> .....	125
Figura 55 - Isotermas da adsorção de $\text{Pb}^{2+}$ na mistura salina com <i>m2</i> .....	125
Figura 56 - Isotermas da adsorção de $\text{Cr}^{3+}$ na mistura salina com <i>m3</i> .....	126
Figura 57 - Isotermas da adsorção de $\text{Cu}^{2+}$ na mistura salina com <i>m3</i> .....	126
Figura 58 - Isotermas da adsorção de $\text{Pb}^{2+}$ na mistura salina com <i>m3</i> .....	126
Figura 59 - Condutividade elétrica dos permeados nas bateladas .....	130
Figura 60 - Sólidos totais dissolvidos dos permeados nas bateladas .....	130
Figura 61 - Quantidade de sódio dos permeados nas bateladas .....	131
Figura 62 - Quantidade de potássio dos permeados nas bateladas .....	131
Figura 63 - Quantidade de cálcio dos permeados nas bateladas .....	132
Figura 64 - Quantidade de magnésio dos permeados nas bateladas .....	132
Figura 65 - Quantidade de alumínio dos permeados nas bateladas .....	133
Figura 66 - Quantidade de cloreto dos permeados nas bateladas .....	133
Figura 67 - Quantidade de ferro dos permeados nas bateladas .....	134
Figura 68 - Quantidade de sílica dos permeados nas bateladas .....	134
Figura 69 - Potencial hidrogeniônico dos permeados nas bateladas .....	135
Figura 70 - Troca iônica na interface sólido/líquido .....	136
Figura 71 - Imagem do equipamento e de tijolos após prensagens .....	145
Figura 72 - Equipamento usado na compressão .....	148
Figura 73 - Trituração dos blocos .....	149
Figura 74 - Fluxograma da avaliação dos contaminantes nos blocos .....	150
Figura 75 - Agitação inicial do meio e repouso das amostras .....	152
Figura 76 - Ensaio comparativo dos blocos intactos na solubilização .....	152
Figura 77 - Comportamento dos prismas durante a compressão .....	155
Figura 78 - Comportamento do pH nos extratos lixiviados em função dos tratamentos .....	163

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 -	Limites de valores máximos permitidos para lançamento em efluentes e de potabilidade de água .....	24
Tabela 2 -	Classificação dos silicatos quanto aos arranjos estruturais .....	32
Tabela 3 -	Classificação da vermiculita .....	37
Tabela 4 -	Comparação entre composições químicas de vermiculitas encontradas no Brasil .....	40
Tabela 5 -	Comparação entre composições de vermiculitas internacionais .....	41
Tabela 6 -	Sais utilizados para preparação das soluções contaminantes .....	55
Tabela 7 -	Distância interplanares nas vermiculitas .....	63
Tabela 8 -	Eficiência da remoção nos permeados salinos em função dos tratamentos.....	70
Tabela 9 -	Quantitativo de massas aplicadas em cada parte do protótipo .....	88
Tabela 10 -	Traços volumétricos dos blocos de tijolos .....	146
Tabela 11 -	Tratamentos aplicados nos blocos de tijolos .....	146
Tabela 12 -	Características dos prismas elaborados .....	154
Tabela 13 -	Análises realizadas após E/S .....	156
Tabela 14 -	Diferentes normas referentes à resistência mecânica na E/S .....	157
Tabela 15 -	Análises do contaminante lixiviado e solubilizado em mg.L <sup>-1</sup> de Cr <sup>3+</sup> .....	160

## LISTAS DE SIGLAS E ABREVIATURAS

- ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas.
- CAS - Número de referência de compostos e substâncias químicas adotado pelo Chemical Abstract Service.
- CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente.
- CP – Cimento *Portland*.
- CTC (ou  $q$ ) – Capacidade de troca catiônica.
- DRX – Difração de raios-X.
- DTR – Distribuição de tempos de residência.
- E/S – Estabilização por solidificação.
- EAA (ou AAS) - Espectroscopia de Absorção Atômica.
- IFPB – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba.
- IUPAC – União Internacional de Química Pura e Aplicada.
- LABDES – Laboratório de Referência em Dessalinização.
- LACOM – Laboratório de Combustíveis e Materiais.
- LLE - Limite de lançamento para efluentes.
- $m_1$  – Massa cuja carga de VM usada no sistema foi de 1400,0g.
- $m_2$  – Massa cuja carga de VM usada no sistema foi de 2800,0g.
- $m_3$  – Massa cuja carga de VM usada no sistema foi de 4200,0g.
- MEV – Microscopia eletrônica de varredura.
- pH – Potencial Hidrogeniônico.
- ppm – Partes por milhão ( $\text{mg.L}^{-1}$ ).
- RSC – Resíduo sólido contaminado.
- SATIFIC – Sistema de Adsorção e Troca Iônica com Filtro e Crepina.
- STD – Sólidos totais dissolvidos.
- $\bar{t}$  – Tempo médio de residência.
- UFCG – Universidade Federal de Campina Grande.
- UFPB – Universidade Federal da Paraíba.
- UT – Unidade de turbidez
- VM – Vermiculita expandida com granulometria de classificação média.
- ZTM – Zona de transferência de massa.

## SUMÁRIO

Introdução .....	16
Objetivo Geral .....	19
Objetivos Específicos .....	19
Preâmbulo .....	20
CAPÍTULO I – Revisão Bibliográfica .....	21
1.1    A contaminação de efluentes com metais tóxicos pela indústria .....	22
1.1.1    Metais tóxicos pesados .....	25
1.1.2    Cromo .....	27
1.1.3    Cobre .....	28
1.1.4    Chumbo .....	29
1.2    Métodos de tratamento para a remoção dos íons metálicos .....	30
1.3    Silicatos .....	31
1.4    Argilas e argilominerais .....	33
1.5    Vermiculita .....	35
1.6    Troca iônica e adsorção .....	41
1.6.1    Troca iônica .....	42
1.6.2    Adsorção .....	43
1.7    Cinética da remoção .....	44
1.8    Modelos isotérmicos de adsorção .....	45
1.9    Distribuição dos tempos de residência .....	47
1.10    Estabilização por solidificação de resíduos sólidos .....	48
CAPÍTULO II – Testes de bancada com vermiculita .....	49
2.1    Materiais e Métodos .....	50
2.1.1    Homogeneização dos grãos .....	51
2.1.2    Comparação dos tamanhos dos grãos da vermiculita expandida e <i>in natura</i> .....	52
2.1.3    Limpeza e ativação da vermiculita (VM) .....	52
2.1.4    Análises microscópicas com as partículas de vermiculita .....	53
2.1.4.1    Análise de difração de raios-X (DRX) .....	53
2.1.4.2    Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	54
2.1.5    Preparação das soluções absorbatos .....	55
2.1.6    Testes de bancada para comprovação da adsorção e troca iônica .....	55
2.1.6.1    Processos de adsorção e troca de íons .....	56

2.1.6.2	Avaliação da remoção dos contaminantes .....	57
2.1.6.2.1	Análise espectrométrica por absorção atômica (EAA) .....	58
2.1.6.2.2	Análises físico-químicas .....	58
2.2	Resultados e Discussões .....	59
2.2.1	Caracterização da vermiculita .....	59
2.2.1.1	Tamanhos dos grãos antes e após a expansão térmica .....	59
2.2.1.2	Difração de raios-X (DRX) .....	61
2.2.1.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	64
2.2.2	Análises com os líquidos permeados após adsorção nos testes de bancada .....	66
2.2.2.1	Espectroscopia por absorção atômica (EAA) .....	68
2.2.2.2	Análises físico-químicas .....	73
2.3	Conclusões .....	78
CAPÍTULO III – Desenvolvimento de protótipo para o meio reacional .....		79
3.1	Materiais e Métodos .....	81
3.1.1	Desenvolvimento dos protótipos alternativos preliminares .....	81
3.1.2	Desenvolvimento do protótipo final (S <sub>ATIFIC</sub> ) .....	83
3.1.3	Caracterização do protótipo desenvolvido - S <sub>ATIFIC</sub> .....	88
3.1.3.1	Planejamento das quantidades mássicas de VM aplicada em cada leito .....	88
3.1.3.2	Variação de temperatura e pressão no equipamento .....	89
3.1.3.3	Distribuição nos tempos de residência nos leitos .....	89
3.1.3.3.1	Cálculo da área sobre a curva (regra do trapézio) .....	92
3.1.3.3.2	Determinação das curvas da DTR .....	94
3.1.3.3.3	Determinação do tempo de residência .....	94
3.2	Resultados e Discussões .....	95
3.2.1	Protótipos desenvolvidos .....	95
3.2.2	Avaliação do tempo de residência .....	98
3.3	Conclusões .....	109
CAPÍTULO IV – Processos de adsorção e troca iônica com o S <sub>ATIFIC</sub> .....		110
4.1	Materiais e Métodos .....	111
4.1.1	Procedimento experimental .....	111
4.1.2	Detecção das concentrações nos adsorbatos .....	112
4.1.2.1	Cinética da remoção dos cátions metálicos .....	112
4.1.2.2	Processos de adsorção .....	113
4.1.2.3	Análises físico-químicas nas bateladas .....	113



4.2	Resultados e Discussões .....	114
4.2.1	Cinética da remoção dos íons contaminantes .....	114
4.2.2	Processos de adsorção .....	121
4.2.3	Análises físico-químicas nas bateladas .....	130
4.3	Conclusões .....	141
CAPÍTULO V – Estabilização por solidificação dos contaminantes (E/S) .....		143
5.1	Materiais e Métodos .....	144
5.2	Planejamento experimental .....	144
5.3	Realização da estabilização por solidificação (E/S) .....	144
5.3.1	Confecção dos blocos de tijolos .....	144
5.4	Avaliação dos materiais .....	147
5.4.1	Ensaio de integralidade/durabilidade .....	147
5.4.1.1	Resistência à compressão .....	147
5.4.1.2	Determinação do índice de absorção de água .....	148
5.4.2	Ensaio de imobilização dos contaminantes .....	149
5.4.2.1	Obtenção do extrato lixiviado de resíduos sólidos .....	150
5.4.2.2	Obtenção do extrato solubilizado de resíduos sólidos .....	151
5.5	Resultados e Discussões .....	154
5.6	Conclusões .....	164
Perspetivas de trabalhos futuros .....		165
Referências Bibliográficas .....		166
Anexos .....		184
1	Comprovações dos resultados das concentrações nas soluções (EAA) .....	185
1.1	Resultados para os cátions de cromo .....	185
1.2	Resultados para os cátions de cobre .....	202
1.3	Resultados para os cátions de chumbo .....	212
2	Ficha técnica da vermiculita .....	222
3	Comprovação dos ensaios de resistência mecânica à compressão .....	223

## INTRODUÇÃO

Os termos contaminação e poluição são muitas vezes utilizados de forma indistinta, contudo, não são necessariamente a mesma coisa. A contaminação pode ter origens naturais, como vulcões, zonas com elevadas concentrações de minérios, ou pode ter origem nas atividades humanas, como a indústria, construção e mineração. A contaminação corresponde à ocorrência de concentrações de um elemento, significativamente mais elevadas que os valores naturais, e dependendo do valor, pode ou não causar efeitos na biota. Poluição é uma forma mais intensa de contaminação, utilizada nas situações em que efeitos nocivos são observados, e têm sempre origem antropogênica (AMARO, 2014).

A poluição ambiental, como consequência do processo de industrialização, é um dos principais problemas que precisam ser resolvidos e controlados. Muitos metais com particularidades tóxicas, também denominados de metais pesados, têm sido descarregados no ambiente como resíduos industriais, causando graves poluições do solo e da água (MEDHAT, 2007).

Os metais pesados não são biodegradáveis e tornaram-se um risco ecotoxicológico de interesse primário, além de representarem uma importância elementar devido ao seu efeito nocivo sobre a fisiologia humana, pois tendem a se acumular em tecidos vivos, causando várias doenças e distúrbios; e outros sistemas biológicos quando excedem os níveis de tolerância (BADAWY *et al.*, 2010).

Os compostos de cromo, cobre e chumbo são exemplos de metais pesados e a presença deles na água causam problemas ambientais significativos. Eles são muito tóxicos para o homem e animal, são poluentes comuns decorrentes de atividades industriais, tais como: metalurgia, mineração, curtumes, galvanoplastia e pintura, acabamento de metais, indústrias têxteis. (BADAWY *et al.*, 2010).

A eliminação desses produtos tóxicos é atualmente um dos mais importantes assuntos em controle de poluição, o que tem levado os pesquisadores a buscar novas técnicas e ferramentas mais poderosas para diminuir ou eliminar a toxicidade dos efluentes líquidos formado em seus distintos processos; sempre levando em conta a eficiência, baixo custo e as regulamentações e legislações voltadas à proteção ambiental (BIBI, *et al.*, 2016).

Dentre os principais métodos distintos para tratar águas residuais, destacam-se: “precipitação química (oxidação e redução), coagulação/flotação, sedimentação, filtração, processos de separação com membranas (principalmente osmose reversa), técnicas eletroquímicas, extração líquido-líquido, processo biológico, adsorção e troca iônica (XIN *et al.*, 2012; GHARIN NASHTIFAN *et al.*, 2017).

Alguns desses métodos têm apresentado utilização restrita, em decorrência de equipamentos específicos e de alto valor, além de reabastecimento contínuo de produtos químicos, consumo elevado de tempo e energia, e geralmente agregando poluições secundária (KUMAR *et al.*, 2013, GHARIN NASHTIFAN *et al.*, 2017).

A seleção do método mais viável, quanto ao tratamento de águas residuais, baseia-se na concentração de resíduos e no custo do tratamento (HAJEETH *et al.*, 2013). O processo de adsorção vem ganhando destaque no meio científico como uma técnica alternativa e economicamente viável para remoção de íons metálicos de águas residuais, no qual com a inserção de um adsorvente seletivo, diminui significativamente a concentração residual de íons indesejáveis, e em alguns casos consegue deixar os resíduos catiônicos metálicos abaixo dos limites máximos permitidos pela legislação (RENGARAJ, *et al.*, 2007; MD e MUNEKAGE, 2009).

Processos realizados com a troca iônica em meios aquosos, apresentam vantagens frente a outros métodos, quais são, a capacidade de tratar um grande volume de efluente e a possibilidade de remoção seletiva de compostos de águas residuárias que contenham vários componentes (EOM *et al.*, 2005).

As argilas desempenham um papel importante no meio ambiente, agindo como um eliminador natural de poluentes, adsorvendo cátions e ânions através de troca iônica ou adsorção ou ambos processos (BHATTACHARYYA e GUPTA, 2008).

De acordo com estudos apresentados por Bailey *et al.*, (1999), Álvarez-Ayuso e Garcia-Sánchez (2003), os minerais de argila, sendo finamente divididos, têm grandes áreas superficiais por unidade de massa, são bons adsorventes para íons metálicos a partir de soluções aquosas, devido à sua elevada capacidade de troca catiônica e têm a vantagem de serem abundantes e de baixo custo; suas reações superficiais têm fortes efeitos biogeoquímicos e ecológicos nos solos e nas águas.

Tanto a montmorilonita como a vermiculita têm uma elevada capacidade de troca catiônica devido à substituição dos seus principais cátions, nomeadamente  $\text{Si}^{4+}$  e  $\text{Al}^{3+}$ , por cátions com menor valência, como  $\text{Al}^{3+}$  em vez de  $\text{Si}^{4+}$  e  $\text{Mg}^{2+}$  por  $\text{Al}^{3+}$ . A extensão e localização destas substituições (folhas tetraédricas ou octaédricas) dão

origem a minerais de argila com propriedades físico-químicas únicas (ABOLLINO *et al.*, 2008).

Materiais naturais como minerais e argilominerais têm sido alvo de estudos para o uso alternativo em áreas ambientais com o propósito de solucionar problemas diversos que causam impactos ao meio ambiente. A vermiculita vêm ganhando atenção devido ao poder que apresenta em adsorver impurezas de água em efluentes contaminados com hidrocarbonetos e metais, entre outras substâncias tóxicas (MORAIS *et al.*, 2015).

No tocante a vermiculita, a maioria das substituições de cátions tem lugar em folhas tetraédricas. Essa disposição delimita o potencial desse mineral para expandir o seu espaço interlamelar, identificado como o espaço entre as duas folhas de tetraedros ocupados por cátions, tais como  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , equilibrando a carga negativa difusa gerada pelas substituições (ABOLLINO *et al.*, 2008).

Há um interesse crescente em usar adsorvente não-químico e de baixo custo para remover metais pesados de águas residuais, conforme as diferentes literaturas estudadas, a depender do tipo de processo utilizado. De forma análoga, nesse trabalho, o argilomineral vermiculita foi escolhido, em função de suas propriedades morfológicas e seletivas para promover concomitantemente, a adsorção e troca de íons, provenientes de soluções com cátions previamente determinados de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , cujos teores das concentrações aplicadas por batelada foi cerca de 100 a 200 vezes maior (a depender do cátion ou somatório deles) que o permitido pela legislação vigente para emissão em efluentes.

O processo foi realizado por meio de um sistema reacional de filtração desenvolvido ao longo de 3 anos, devidamente caracterizado, cujos principais fatores levados em consideração para a sua construção foram: *“a vazão do volume residual a ser tratado, a qualidade do permeado, e o aporte financeiro inferior ao aplicado em outros processos semelhantes”*. O módulo desenvolvido pode ser reproduzido para pequenas indústrias ou laboratórios químicos que podem não dispor de outras técnicas ou mesmo em detrimento de capacidade econômica para gerir o manejo de remoção de contaminantes de forma adequada para os seus efluentes.

## OBJETIVO GERAL

Desenvolver um sistema reacional de filtração para adsorção e troca iônica com recheio de vermiculita expandida, cujo leito mantém-se fluidizado, visando à remoção de cátions metálicos presentes em soluções sintéticas com concentrações que simulam efluentes industriais, até os limites permissíveis para emissão.

### Objetivos específicos

- Efetuar análises cristalográficas de raios-X para comprovar a caracterização da vermiculita, referente à ficha técnica descrita pela empresa fornecedora;
- Realizar análises de absorção atômica e físico-químicas nos permeados, que comprovem a eficácia da percolação em testes de bancada, dos componentes solúveis de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , com a vermiculita expandida;
- Desenvolver um protótipo que permita operar a percolação das soluções sintéticas nos leitos de vermiculita, para o processo adsortivo e de troca iônica, em escala de até 200,0L;
- Identificar quais as melhores condições físicas de operação do sistema;
- Determinar a distribuição dos tempos de residência nos meios reacionais do protótipo;
- Avaliar a remoção dos cátions de soluções salinas contendo íons contaminantes de concentrações constantes ( $100,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), em intervalos de tempos periódicos durante uma batelada de 24 h;
- Comparar o processo de remoção com um modelo cinético, geralmente usado em processos adsortivos (Modelo de *Lagmuir*);
- Proceder com destino adequado para a vermiculita (resíduos gerados) por meio da estabilização por solidificação, após a vida útil do argilomineral no sistema, evitando impactos ambientais pelos íons contaminantes adsorvidos.

## Preâmbulo

O presente trabalho foi oriundo de uma pesquisa com o argilomineral vermiculita, o qual foi dividido em cinco capítulos;

1) **Revisão Bibliográfica**, onde são citados os pontos norteadores centrais da pesquisa;

2) **Testes de bancada com a vermiculita**, diante dos quais foram realizadas as análises preliminares com a matéria-prima base (vermiculita), bem como, os experimentos que demandavam menor quantitativos de massa e volume trabalhados, embora tendo a capacidade de fornecer pistas e informações relevantes em todas as suas etapas necessárias para a futura planta do protótipo final.

3) **Desenvolvimento de protótipo para o meio reacional**, propostos para a realização do processo adsorptivo em meio aquoso. Evidencia-se nessa etapa a experimentação constante para aferir melhores condições físicas de funcionamento aliadas aos ajustes demandados em função das características do meio, inicialmente em escalas diminutas, evitando gastos demasiados com materiais e proporcionando observações intrínsecas de funcionalidades básicas.

4) **Processos de adsorção e troca iônica com o S<sub>ATIFIC</sub>**, etapa que constituiu a maior parte significativa no desenvolvimento do trabalho, o qual foi utilizado para estudar a remoção dos cátions  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , presentes em soluções, que simulam efluentes contaminados com íons metálicos tóxicos.

5) **Estabilização por solidificação dos contaminantes (E/S)**, consistiu na busca de imobilizar os metais tóxicos presentes nas soluções salinas, por meio da construção de quatro tipos de blocos de tijolos, visando um desenvolvimento tecnológico sustentável.

---

# CAPÍTULO I

## Revisão Bibliográfica

---

## 1.1 A contaminação de efluentes com metais tóxicos pela indústria

O crescimento emergente das atividades industriais, tem acarretado sérios danos ambientais, causados tanto pela emissão direta de efluentes no ambiente, quanto pela degradação dos produtos lançados sob a forma de resíduos sólidos. Dentre os variados problemas, pode-se destacar a poluição química da água decorrente do lançamento de efluentes industriais que contêm metais pesados (VOLESKY, 2001; SILVA *et al.*, 2011).

A intervenção humana é considerada como a maior responsável pela magnitude e frequência da disposição de compostos metálicos na natureza, uma vez que a sua geração e utilização como subproduto nas atividades industriais ocorre em escala exponencial, gerando diversos impactos em níveis local e global, que ocasionam efeitos agudos ou crônicos à saúde dos ecossistemas e do homem (SOUSA, 2009).

A presença de íons metálicos nos efluentes representa indicativos de contaminação dos recursos hídricos disponíveis, cuja qualidade das águas torna-se cada vez mais comprometida (AGUIAR e NOVAES, 2002; VELI e ALYUZ, 2007). Esses metais podem ser prejudiciais de duas formas básicas: ser tóxico ao organismo dos seres que ali habitam, ou pode ser bioacumulado, tendo seu efeito potencializado ao longo da cadeia alimentar (BRAGA *et al.*, 2002).

Conforme exigências dos órgãos de fiscalização, os efluentes, principalmente os que apresentam compostos nocivos que contaminam as águas residuais, precisam ser tratados na própria fonte geradora, até atingirem níveis aceitáveis, antes de serem lançados na rede pública ou nos corpos de água receptores (CONAMA, 2011; GHARIN NASHTIFAN *et al.*, 2017).

O despejo de efluentes industriais, tanto nos corpos de água quanto na rede de esgoto doméstico a ser tratada, sem o devido tratamento prévio, provoca sérios problemas sanitários e ambientais; como a diminuição da degradação biológica da matéria orgânica, devido à intoxicação microbiana. Os principais poluentes de origem industrial são os compostos orgânicos e inorgânicos, com destaque à contaminação do lodo derivado dos metais pesados (ARCHELA, *et al.*, 2003; LOPES, 2015).

Para o ser humano, existem 14 metais essenciais ao metabolismo em baixas concentrações: cálcio, potássio, sódio, magnésio, ferro, zinco, cobre, estanho, vanádio, cromo, manganês, molibdênio, cobalto e níquel (EMSLEY, 2001). Nesse



contexto, alguns metais em concentrações elevadas, como zinco, cobre, cromo e níquel; além de outros metais como mercúrio, chumbo e cádmio, que não têm função biológica relevante, podem causar sérios danos ao metabolismo, pois apresentam toxicidade aos organismos (VALLS e LORENZO, 2002; GREANPEACE, 2006).

Diante de uma política ambiental crescentemente, na qual, almeja-se o estabelecimento de padrões de concentração cada vez menores para os poluentes presentes nos efluentes, as indústrias têm sido levadas a criar novos processos, ou ajustar os processos existentes através da adoção de procedimentos visando a menor geração de resíduos, bem como, a remoção mais eficiente de elementos tóxicos dos efluentes industriais (KLEINÜBING, 2009).

No Brasil, a resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA, N° 430/2011, que complementa e altera a Resolução n° 357/2005; dispõe sobre condições, parâmetros, padrões e diretrizes para gestão do lançamento de efluentes em corpos de água receptores; descreve a concentração máxima dos componentes que um efluente possa apresentar mediante ao descarte, não podendo causar poluição ou contaminação das águas superficiais e subterrâneas.

Quanto aos procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade, são regulamentados pela portaria N° 2914/2011 do Ministério da Saúde.

Em relação aos parâmetros, onde aqui são destacados apenas os metais, na Tabela 1, são apresentados os limites estabelecidos pela legislação brasileira para o descarte de efluentes e de potabilidade de água para consumo humano. Apesar dos efeitos tóxicos diferirem em relação às espécies de um metal, a legislação faz menção apenas à concentração total de cada metal.

**Tabela 1 - Limites de valores máximos permitidos para lançamento em efluentes e de potabilidade de água.**

Parâmetros inorgânicos	<sup>(1)</sup> Lançamento de efluente (mg/L)	<sup>(2)</sup> Potabilidade de água para consumo humano (mg/L)	
Alumínio	-	0,2	Padrão organoléptico de potabilidade
Ferro	15,0	0,3	
Manganês	1,0	0,1	
Sódio	-	200,0	
Zinco	5,0	5,0	
Bário	5,0	0,7	Padrão de potabilidade para substâncias químicas que representam risco à saúde
Cádmio	0,2	0,005	
<b>Chumbo</b>	0,5	0,01	
<b>Cobre</b>	1,0	2,0	
<b>Cromo trivalente</b>	1,0	0,05	
Cromo hexavalente	0,1		
Estanho	4,0	-	
Mercúrio	0,01	0,001	
Níquel	2,0	0,07	
Prata	0,1	-	

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

<sup>1</sup>Ministério do Meio Ambiente - CONAMA (2011); <sup>2</sup>Ministério da Saúde (2011).

Como se pode constatar, a legislação não se aplica a todos os metais conhecidos, mas apenas àqueles que são comumente encontrados em águas naturais ou residuais e que podem acarretar riscos à saúde e ao meio ambiente.

A acumulação de metais nos organismos depende diretamente da fração de metais biodisponíveis no meio. Pode-se encontrar um metal em diferentes compartimentos de um ecossistema, mas em função da forma química como ele está presente, tem-se uma maior ou menor absorção por parte da biota. Em corpos de água, a toxicidade de um metal varia em função do pH e dos teores de carbono dissolvidos e em suspensão, visto que, os metais interagem com o carbono e seus compostos, formando complexos ou sendo adsorvidos (BAIRD, 2002).

### 1.1.1 Metais tóxicos pesados

O termo “*metais pesados*” é um conceito muito usado no cotidiano, sendo associado como referência para indicar substâncias tóxicas, de elevada estabilidade química, bioacumulativas e não biodegradáveis; geralmente proveniente de um descarte inadequado de um rejeito no meio ambiente (LIMA e MERÇON, 2011; SILVA *et al.*, 2011).

A designação para metal pesado é muito variável, sendo possível encontrar algumas definições que margeiam o assunto. Este termo foi usado pela primeira vez, no livro de química inorgânica escrito pelo dinamarquês Niels Bjerrum (1936), que definiu esta classe de elementos em função da densidade, com valor maior que  $4,0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ . Entretanto, na tabela periódica existem 118 elementos (IUPAC, 2016), dos quais 70 elementos possuem densidade  $> 4,0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  e somente 10 elementos são definidos como metais pesados. No Webster (1986), metal pesado é definido como um metal com alta densidade, a qual esse autor considera o valor  $\geq 5,0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ .

No livro de Alloway (1990), a classificação para metais pesados também é baseada na densidade atômica, com valores superiores a  $6,0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ , o que inclui alguns elementos essenciais aos seres vivos, tais como, Cu, Zn, Fe, Mn, Co, Mo e Se. No dicionário de Ecologia e Ciências Ambientais (1998), metais pesados são aqueles metais com número atômicos com valores médios e altos, como Cu, Cd, Ag, As, Cr e Hg, e que são tóxicos em concentrações relativamente baixas.

Por meio de um relatório técnico, composto por 26 membros de diversas nacionalidades da União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC), e presidida por John H. Duffus do Reino Unido; descreveu-se os resultados de uma extensa revisão bibliográfica sobre as definições de metal pesado. Em relação às propriedades químicas, entre as principais definições identificadas, podemos destacar: metais pesados apresentam massa específica elevada, sendo maior ou igual a um determinado valor de referência que, em função de cada publicação, varia entre  $3,5$  e  $7,0 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ; (LIMA e MERÇON, 2011).

Nesse artigo produzido pela IUPAC (*Heavy Metals – A Meaningless Term?*), é citado que o termo “metal pesado” muitas vezes vem sendo usado para nomear um grupo de metais e metalóides que são associados à contaminação e potencialidade tóxica ou ecotóxica (IUPAC, 2002).

Recentemente a denominação “elemento traço” tem ganhado destaque em publicações por autores que abordam o assunto relacionado a metal pesado, entretanto, nenhum órgão oficial na área de química tenha assim definido tal nomenclatura.

O termo elemento traço utilizado na literatura, tem significados diferentes em áreas ou disciplinas científicas. Os geólogos, por exemplo, visualizam elementos traço como todos os elementos químicos à exceção dos oito principais constituintes das rochas existentes (O, Si, Al, Fe, Ca, Na, K e Mg). Em Química inorgânica, elementos traço são os que apresentam na natureza ou no biota concentrações muito baixas, <100,0ppm, até ordens inferiores à parte por bilhão (AMARO, 2014).

Portanto, como não há uniformidade, nem tampouco regulamentação pela IUPAC, nesse trabalho, denominaremos de metais pesados ou ainda de metais tóxicos, para a presença desses cátions supracitados.

É importante frisar que os elementos químicos do bloco “d” ou elementos químicos de transição, como o Cr e Cu, da classificação periódica dos elementos, têm seu penúltimo nível eletrônico expandido de 8 a 18 elétrons no subnível “d”, característica essa, onde se incluem alguns elementos representativos, como é o caso do Pb. Assim, eles aumentam sua carga nuclear da esquerda para a direita nos períodos da classificação periódica. Como os elétrons externos protegem incompletamente a carga nuclear (elétrons “d” protegem menos que os “p” e estes menos que os “s”), esta passa a atrair mais os elétrons, ocorrendo diminuição do raio atômico e, por conseguinte, o tamanho do átomo. Logo, os volumes atômicos dos elementos são pequenos; em consequência, as densidades absolutas ou massas específicas desses elementos são elevadas; por isso, são denominados “metais pesados” (LEE, 1999).

Os metais pesados são muitas vezes tóxicos a baixas concentrações sendo persistentes e cumulativos. Devido ao descarte de efluentes sem tratamento prévio adequado, podem ser encontrados no meio ambiente uma considerável quantidade de íons metálicos, oriundos de resíduos tóxicos. As indústrias têxteis, galvanoplastia, pilhas, baterias, mineração, elétrica, refino, tintas e pesticidas, são alguns exemplos que lançam estes poluentes (NGAH e HANAFIAH, 2008; AUGUSTO FILHA, 2011).

Metais pesados, tais como chumbo, cobre, cádmio, cromo, níquel e zinco, estão entre os poluentes mais tóxicos presentes em águas residuárias

industriais. Além dos efeitos tóxicos, até mesmo em baixas concentrações, devido a sua solubilidade e mobilidade, acumulam-se em toda cadeia alimentar, ocasionando sérios riscos à saúde humana (BORBA, 2009).

Os metais pesados em geral possuem propriedades bem distintas e cada um possui efeitos toxicológicos intrínsecos. De uma forma geral, em humanos, podem causar graves problemas tais como anemia, danos nos rins e dores no estômago e no intestino (KANDAH *et al.*, 2003; KUMAR *et al.*, 2006), elevação da pressão sanguínea, retardamento mental (SILVA, 2000), fibrose pulmonar, dermatites na pele (AKHTAR *et al.*, 2004).

Nesse trabalho, os metais estudados sob a forma de cátions em soluções, durante os processos de adsorção e troca iônica foram: cromo, cobre e chumbo, os quais, tem ampla aplicação industrial e apresentam relevantes efeitos tóxicos sobre o meio ambiente.

### 1.1.2 Cromo

O cromo é um mineral essencial ao homem e também tóxico dependendo da forma como ele é encontrado, ou seja, sua forma de oxidação. Ele ocorre nas valências de  $-2$  a  $+6$ , sendo as mais comuns  $Cr^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$  e  $Cr^{6+}$ . Está presente em pequenas quantidades em alguns alimentos como carnes, cereais e integrais. Cada valência corresponde ao nível do cromo e cada um se distingue de acordo com o seu uso (RUPPENTHAL, 2013).

Pequenas quantidades, ditas “traço”, de Cr são necessárias na alimentação dos mamíferos. A insulina e o íon  $Cr^{3+}$  estão envolvidos na manutenção do nível adequado de glicose na corrente sanguínea. Assim, certos casos de diabetes podem estar ligados a deficiências de Cr no metabolismo. Entretanto, sais de cromo em quantidades relativamente grandes podem ser cancerígenos quando ingeridos ou em contato com a pele (LEE, 1999; ANDRADE, 2011).

A presença de cromo na água causa problemas ambientais significativos. As atividades que representam maior risco pela presença desse íon metálico são: indústria da galvanoplastia, curtimento de couro, cimento, soldagens, usina nuclear, produção de cromatos e dicromatos, pigmentos, anticorrosivos, vernizes, material fotográfico e indústrias têxteis (RENGARAJ, 2001; BOETCHER, 2008).

O cromo é usado em grande escala para a transformação de peles de animais em um produto que resiste à biodegradação: o couro. O composto aplicado nesse processo é o sulfato de cromo III,  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4) \cdot x\text{H}_2\text{O}$ , que promove o enrijecimento da pele, garantindo a preservação e melhor qualidade do produto final (MOTA, 2001; FREITAS e MELNIKOV, 2006).

A principal via de absorção de compostos de cromo é pulmonar. A absorção de compostos de cromo trivalentes e hexavalente, que são mais tóxicas, também pode acontecer através da pele humana. Uma vez absorvido, o cromo é levado pelo sangue aos vários órgãos e tecidos do corpo humano, concentrando-se especialmente no fígado, rins, baço e pulmão (RUPPENTHAL, 2013).

Os compostos de cromo produzem consequências cutâneas, nasais, bronco-pulmonares, renais, gastrointestinais e carcinogênicas. Os efeitos cutâneos são caracterizados por irritação no dorso das mãos e dos dedos, podendo transformar-se em úlceras. As lesões nasais iniciam-se com um quadro irritativo inflamatório, supuração e formação crostosa. Em níveis bronco pulmonares e gastrointestinais produzem irritação bronquial, alteração da função respiratória e úlceras gastroduodenais (BOETCHER, 2008).

### 1.1.3 Cobre

O cobre (Cu) é um elemento utilizado em diversas atividades, como na indústria elétrica, canalizações, moedas, fertilizantes, fungicidas, fabricação de tubos, válvulas, acessórios, ligas e revestimentos. Algumas das fontes de contaminação por cobre para o meio ambiente incluem: a corrosão das tubulações, escoamento de águas superficiais e precipitação atmosférica (PENDIAS, 2012).

Dependendo das condições redox do meio, o Cu dissolvido apresenta-se em dois estados de oxidação, +1 e +2 ( $\text{Cu}^+$  e  $\text{Cu}^{2+}$ ). Este elemento ocorre naturalmente na forma de micronutriente em todas as plantas e animais, e compete com outros micronutrientes essenciais pelas zonas de *uptake* nas membranas do fitoplâncton; no entanto, para concentrações elevadas torna-se tóxico para os organismos (BUCK *et al.*, 2007; LOPES, 2015).

Citando como exemplo as plantas, ressalta-se a indicação que elas podem acumular grandes quantidades de cobre, e com isso, apresentar riscos para a saúde pública se fizerem parte da cadeia alimentar humana (AMARO, 2014).

O excesso de cobre em humanos, se acumula no fígado, cérebro, pele, pâncreas e miocárdio (LOPES, 2015). Um importante veículo de contaminação é a água de consumo, que pode provocar a irritação e corrosão da mucosa, danos capilares, problemas hepáticos e renais, irritação do sistema nervoso e depressão (SANTOS *et al.*, 2013).

### 1.1.4 Chumbo

Um dos resíduos de maior preocupação é o gerado pelo manuseio do chumbo, que possui alto grau toxicológico em praticamente todas as suas composições químicas. Compostos de chumbo podem afetar quase todos os órgãos e sistemas do corpo humano, em destaque o sistema nervoso; doses letais para os peixes variam de 0,1 a 0,4 mg·L<sup>-1</sup>, embora alguns resistam até 10,0mg·L<sup>-1</sup> (CETESB, 2009; LOPES, 2015).

São conhecidos aproximadamente 240 minerais de chumbo, mas devido à grande afinidade para o enxofre, a galena (PbS) é a mais importante fonte de chumbo (ALLOWAY, 2013).

O chumbo está disposto normalmente na natureza em três estados de oxidação: 0, +2 e +4. O estado de oxidação Pb<sup>2+</sup> é de longe o mais comum, pois representa a valência típica dos compostos inorgânicos (RUSSEL, 1994; SHRIVER *et al.*, 2008; AMARO, 2014).

O principal uso do chumbo é na construção de baterias automotivas e industriais, que consomem em torno de 90% desse metal em todo mundo (KREUSCH, 2005; GUO *et al.*, 2009). Compostos de chumbo são também usados na indústria plástico, em aditivo para gasolina, cobertura de cabo, munições, tubulações, revestimentos de tanques, solda, ligas fusíveis, ligas de rolamento, tinturas de cabelo, secantes, vernizes, graxas e ceras (METCALF e EDDY, 2003).

Ao entrar em contato com o organismo humano, o chumbo não sofre metabolização, sendo complexado por macromoléculas, diretamente absorvido, distribuído e excretado. As vias de contaminação podem ser a ingestão, ou a inalação

de fumos e poeiras. A excreção é extremamente lenta, ocorrendo 65% por via renal e 35% por via biliar. O restante é pelo suor, unhas, cabelos, descamação da pele (RUPPENTHAL, 2013).

O chumbo pode danificar praticamente todos os tecidos, particularmente os rins e o sistema imunológico (HASHIM *et al.*, 2015). A intoxicação crônica por este metal, pode provocar uma doença denominada saturnismo (SANTOS *et al.*, 2013). Os principais efeitos para os humanos são: a neurotoxicidade, distúrbios hematológicos, distúrbios renais, hipertensão arterial, carcinogenicidade. Também apresenta efeitos reprodutivos com possível aumento de abortos, malformações, natimortos e redução na contagem de espermatozoides (RUPPENTHAL, 2013).

## 1.2 Métodos de tratamento para a remoção dos íons metálicos

Estudos têm sido desenvolvidos para encontrar métodos mais efetivos, como também, que apresentem menores custos para a remoção de íons oriundos de metais pesados contidos em efluentes. Os métodos mais convencionais de tratamentos de resíduo contendo compostos de íons metálicos são os de oxidação, redução, neutralização, precipitação, troca iônica, recuperação eletrolítica, extração por solventes e flotação; bem como, estudos promissores utilizando adsorção, osmose reversa, eletrodialise, ultrafiltração, biossorção e bio-redução enzimática. (COSSICH, 2000; NAJAFI *et al.*, 2012).

Alguns trabalhos desenvolvidos com a finalidade de remoção de metais pesados, usando diferentes técnicas podem ser brevemente citados, tais como: como troca iônica (MIRSRA *et al.*, 2011; FERNANE *et al.*, 2008), precipitação (SAKAI *et al.*, 2009), adsorção (WAN NGAH *et al.*, 2011; AFKHAMI *et al.*, 2010; SILVA *et al.*, 2009), osmose reversa (CHAN, DUDENEY, 2008; MOHSEN-NIA *et al.*, 2007), dentre outros.

Dentre os tratamentos convencionais para a remoção de metais pesados em efluentes, a precipitação química é a técnica mais comum. Na ocorrência de cromo hexavalente, esses tratamentos são executados em geral por duas etapas. A primeira etapa envolve a redução para cromo trivalente, designada por precipitação na forma de hidróxido (NRIAGU, 1998). A redução de  $\text{Cr}^{6+}$  para  $\text{Cr}^{3+}$  também é possível pela adição de dióxido de enxofre ou sulfito (DI IGLIA, 1997).

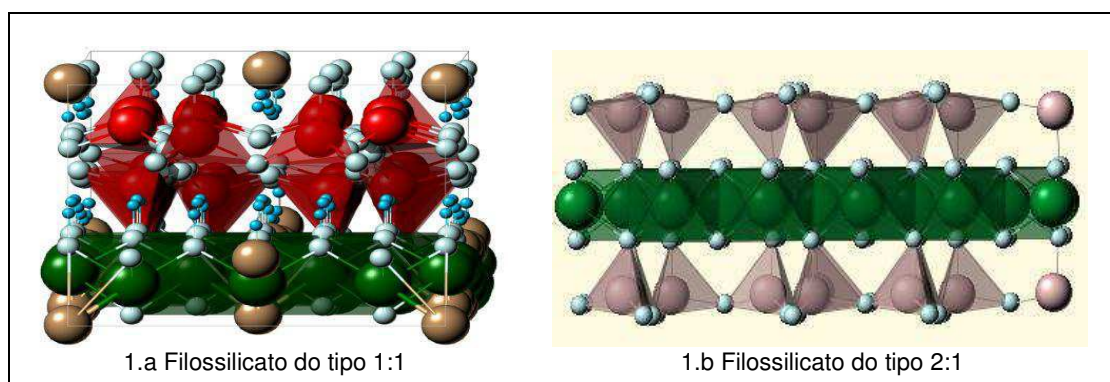


### 1.3 Silicatos

Conforme o manual de materiais e recursos geológicos (2007), os silicatos são os minerais mais abundantes da crosta terrestre e são formados por unidades estruturais extremamente estáveis contendo tetraedros, representados por  $\text{SiO}_4$ . Nestas estruturas, o íon  $\text{Si}^{4+}$  está rodeado por quatro oxigênios, logo, exatamente metade da carga de um íon  $\text{O}^{2-}$  é compartilhada. No entanto, a carga do ânion  $\text{O}^{2-}$  pode ser neutralizada com duas ligações para dois cátions  $\text{Si}^{4+}$ . Isto é, o íon  $\text{O}^{2-}$  faz a ponte entre dois tetraedros ligando dois grupos  $(\text{SiO}_4)^{4-}$ , dando origem a um grupo  $(\text{Si}_2\text{O}_7)^{6-}$ , e assim sucessivamente. A este fenômeno dá-se o nome de polimerização.

A estrutura dos argilominerais, que pertence à classe dos filossilicatos, é basicamente composta por camadas constituídas de folhas de sílica e de alumina ou magnésio intercaladas. Essas lâminas tetraédricas e octaédricas podem se encaixar para formar camadas compostas por duas ou mais lâminas; diante dessas formações, esses silicatos são classificados em grupos ou famílias (NEWMAN, 1987; AVELINO, 2009), conforme apresentado na Figura 1.

**Figura 1 - Estrutura dos filossilicatos**



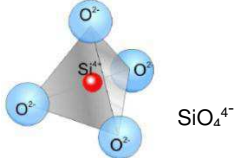
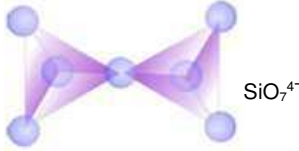
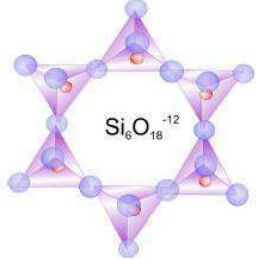
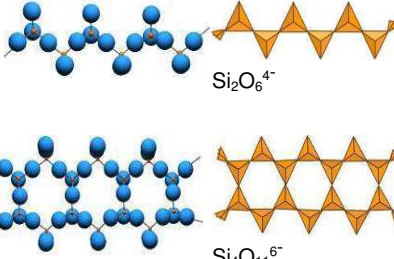
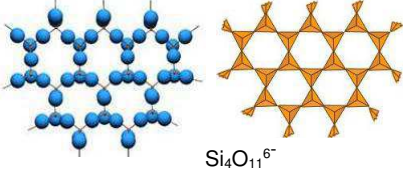
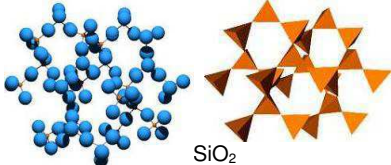
Fonte: AVELINO, 2009.

- ▶ Camada 1:1, no qual a folha tetraédrica é ligada a uma folha octaédrica;
- ▶ Camada 2:1, no qual a camada octaédrica está intermediada com duas camadas tetraédricas.

O arranjo tetraédrico do silicato possibilita a formação de estrutura dissilicatos  $(\text{O}_3\text{SiOSiO}_3)^{6-}$  com a ligação dos átomos de silício por um átomo de oxigênio na forma de uma ponte. Dessa forma, os silicatos formam diferentes arranjos organizados em tetraedros independentes, como arranjos de grupos tetraédricos múltiplos, cadeias simples, cadeias duplas ou faixas, folhas ou armações tridimensionais (FONSECA e

AIROLDI, 2003). Assim, conforme o arranjo, os silicatos podem ser agrupados em classes, como mostrado na Tabela 2.

**Tabela 2 - Classificação dos silicatos quanto aos arranjos estruturais**

Classes	Arranjos dos tetraedros $\text{SiO}_4$	Formação	Estrutura
<b>Nesosilicatos</b>	Isolados	Não compartilham os vértices	 $\text{SiO}_4^{4-}$
<b>Sorosilicatos</b>	Duplos	Duas unidades tetraédricas juntam-se compartilhando o Oxigênio de um dos vértices	 $\text{SiO}_7^{4-}$
<b>Ciclossilicatos</b>	Anéis	Dois átomos de Oxigênio de cada tetraedro são compartilhados, formando estruturas cíclicas	 $\text{Si}_6\text{O}_{18}^{-12}$
<b>Inossilicatos</b>	Cadeias simples ou duplas	Dois átomos de Oxigênio de cada tetraedro são compartilhados, formando cadeias simples ou duplas	 $\text{Si}_2\text{O}_6^{4-}$ $\text{Si}_4\text{O}_{11}^{6-}$
<b>Filossilicatos</b>	Folhas	Três Oxigênios dos vértices são compartilhados	 $\text{Si}_4\text{O}_{11}^{6-}$
<b>Tectossilicatos</b>	Tridimensionais	Todos os quatro vértices são compartilhados	 $\text{SiO}_2$

Fonte: Adaptado de FONSECA E AIROLDI, 2003.

As diversas classes de silicatos apresentam diferenças, devido a sua constituição. Os minerais secundários desempenham importante papel na retenção de resíduos tóxicos, tendo a função filtrante de agentes contaminantes. O grupo dos

filossilicatos, são os que melhor desempenham tal função, e que possui maior participação na química de materiais (PERGHER *et al.*, 1999). Dentro dessa categoria estão inseridos os minerais argilosos, que têm sido amplamente investigados por sua importância em vários cenários ambientais, industriais e geológicos; devido à sua prevalência natural, reatividade, baixo custo, além de natureza não perigosa no manuseio (BIBI, *et al.*, 2016).

Do ponto de vista químico, esses minerais são silicatos que contêm basicamente alumínio e magnésio (podendo conter outros elementos como Fe, Ca, Na, K, além de traços de outros elementos), sendo que na composição geral, invariavelmente acompanham moléculas de água que se apresentam em uma estrutura lamelar ou fibrosa (PERGHER *et al.*, 1999).

Uma diversidade estrutural ainda maior do que a exibida pelos silicatos é possível quando átomos de silício são substituídos por cátions do tipo  $Al^{3+}$ , podendo também ser cátions como  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$  ou  $Fe^{3+}$  que estão unidos entre si formando uma camada ou folha tetraédrica (MEUNIER, 2005). O íon alumínio apresenta-se como  $Al^{3+}$ , onde a neutralidade nos filossilicatos deve ser assegurada pela presença de outros íons como  $K^+$ ,  $Na^+$  ou  $Ca^{2+}$ , que são chamados cátions trocáveis ou íons de compensação (FONSECA e AIROLDI, 2003; AVELINO, 2009).

#### 1.4 Argilas e Argilominerais

Considerando que as argilas são materiais muito versáteis e encontram aplicações diversas em indústrias dos segmentos químico, petroquímico e cerâmico, este termo passa então, a constituir um amplo conceito para químicos, geólogos e mineralogistas; principalmente quando comparadas suas propriedades de distribuição granulométrica das partículas, características texturais, composição mineralógica e teor de eletrólitos (BRIGATTI *et al.*, 2006).

Atualmente a comunidade científica converge para a definição de argila, como sendo um material natural (embora haja argilas sintéticas), de textura terrosa e de baixa granulometria ( $< 2,0 \mu m$ ), que desenvolve plasticidade quando adicionada uma quantidade limitada de água; bem como, que pode ser constituída por diferentes tipos de minerais: filossilicatos, quartzo, feldspato, carbonatos, óxidos metálicos e até mesmo matéria orgânica (ARAÚJO, 2016).

As argilas são classificadas em dois tipos: catiônicas e aniônicas. As argilas catiônicas (ou argilominerais) são encontradas na natureza, as quais, possuem camadas de aluminossilicatos carregadas negativamente, com cátions trocáveis no espaçamento interlamelar que equilibram a carga da lamela. Já as argilas aniônicas, normalmente sintetizadas por serem mais raras na natureza, possuem cargas positivas que se devem às camadas do hidróxido do metal, a qual é equilibrada por ânions e moléculas de água intersticiais (REICHLE, 1986; OLIVEIRA, 2008).

O interesse no estudo de vários minerais de argila descreve seu papel emergente como sorventes na remoção e/ou tratamento de resíduos, seja na imobilização de metais pesados perigosos ou de contaminantes orgânicos. Principalmente no que diz respeito a sua composição, estrutura (grande área superficial específica, estabilidades química e mecânica), propriedades e também devido ao baixíssimo custo, destacada sua capacidade para reduzir e gerenciar a mobilização de cátions tóxicos (VELDE, 1992; BIBI, *et al.*, 2016).

A expressão argilominerais, está associada à filossilicatos, que são aluminossilicatos de magnésio hidratado derivados de rochas, sedimentos ou solo; que dão plasticidade às argilas quando sujeito a secagem ou aquecimento (MEUNIER, 2005; AVELINO, 2009).

As estruturas cristalinas dos argilominerais são constituídas por camadas tetraédricas de silício tetracoordenado, e octaédricas de alumínio hexacoordenado. Os vértices dos grupos tetraédricos e octaédricos são compostos por íons oxigênio ou por íons hidroxila, que estão ao redor de pequenos cátions, principalmente  $\text{Si}^{4+}$  e  $\text{Al}^{3+}$ , ocasionalmente  $\text{Fe}^{3+}$  e  $\text{Fe}^{2+}$ , nos grupos tetraédricos e  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$ , ocasionalmente  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Li}^{+}$ , nos grupos octaédricos, com certo grau de substituição isomórfica (UGARTE *et al.*, 2005).

A procura por estes sólidos vêm ganhando destaque, devido as suas inúmeras aplicações, a variedade de composições e a facilidade com que podem ser modificados, tanto físico como quimicamente. Os fenômenos de expansão lamelar e de adsorção podem ser aperfeiçoados e ajustados aos usos pretendidos (FONSECA e AIROLDI, 2003).

Uma aplicação relevante dos argilominerais é a remoção de compostos tóxicos do meio ambiente e a redução de poluentes no solo, na água e no ar (AVELINO, 2009; BERGAYA e LAGALY, 2013).

## 1.5 Vermiculita

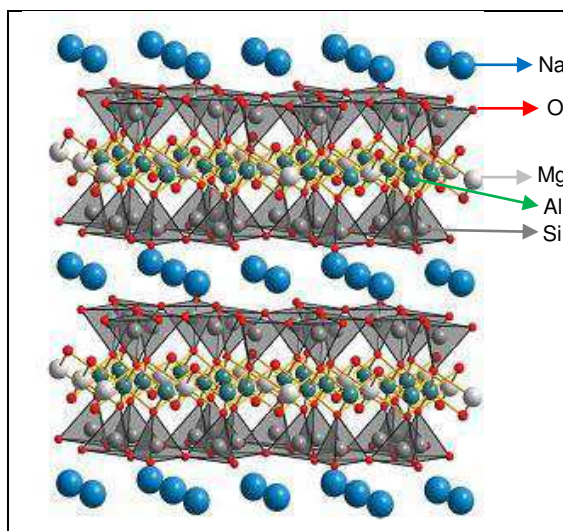
A vermiculita é um argilomineral oriundo das rochas ígneas, ocorre nas rochas alcalinas e em algumas ocasiões em pegmatitos; geralmente se forma do intemperismo sofrido pela biotita. A sua fórmula química pode ser descrita como:  $(\text{Mg,Ca})_{0,7}(\text{Mg,Fe,Al})_6[(\text{Al,Si})_8\text{O}_{20}](\text{OH})_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ , sendo o  $\text{Mg}^{2+}$  ou  $\text{Ca}^{2+}$  os cátions interlamelares trocáveis (SMALLEY, 2006; FONSECA, 2007; MORAIS *et al.*, 2015).

Essa argila especial que pertence ao grupo dos filossilicatos, é um aluminossilicato básico hidratado de magnésio, ferro e alumínio. Contém pequena quantidade de cromo, manganês, fósforo, enxofre e cloro. Tem alta porosidade e baixa densidade (DELOZIER, *et al.*, 2002; LIU, *et al.*, 2006)

Em seu estado natural, a vermiculita assemelha-se às micas, em tamanho, forma e coloração. A estrutura básica, um filossilicato do tipo 2:1, é idêntica à do talco e também das micas. O que difere as vermiculitas do talco, é que este não possui moléculas de água e nem cátions na posição da intercâmara; enquanto o que as difere das micas, é a presença de moléculas de  $\text{H}_2\text{O}$  apenas nas vermiculitas (SILVA, 2006; SANTOS e MASINI, 2007).

Cada partícula monocristalina de vermiculita é formada pela superposição de certo número de camadas de estruturas e espessura bem definidas, separadas por intervalos denominados espaços interfoliares ou interlamelares. Cada camada, por sua vez, é composta por duas folhas planas de tetraedros de Si e Al, entre as quais são unidas em uma folha octaédrica central de magnésio, composta de grupos  $\text{OH}^-$  reativos, na qual, parte das hidroxilas é substituída pelo oxigênio apical da folha tetraédrica (DELOZIER, *et al.*, 2002; LIU, *et al.*, 2006).

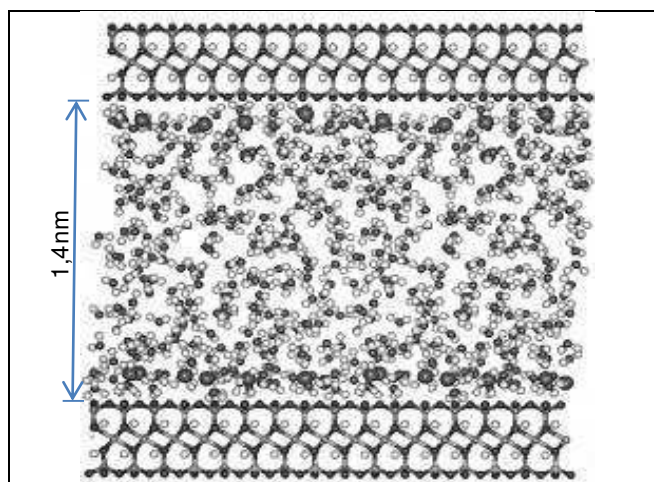
Entre as folhas 2:1, posiciona-se o sítio de íons possíveis de serem trocados, em que a carga lamelar negativa concentra-se na rede tetraédrica, devido às substituições isomórficas do silício. Esta carga negativa é compensada por cátions hidratados interlamelares, geralmente cátions de Na, Ca e Mg, que são facilmente trocáveis (DE LA CALLE e SUQUET, 1988; COELHO, 2006; WANDERLEY, 2009); conforme a estrutura cristalina da vermiculita demonstrada na Figura 2.

**Figura 2 – Estrutura Cristalina da vermiculita**

Fonte: Adaptado de COELHO, 2006.

É importante frisar que na região do alumínio entre duas camadas de silicato podem ocorrer substituições por ferro. Estas substituições provocam o desequilíbrio de cargas, gerando camadas com alta densidade de carga e grande capacidade de troca iônica. Deste modo a elevada carga estrutural resulta em uma alta energia de adsorção de cátions hidratados entre as lamelas, mantendo juntas as suas unidades (WYPYCH, 2004).

O supracitado sítio 2:1, irá variar de espessura em função do cátion presente na região intercamada e do arranjo das moléculas de água de hidratação presentes nessa região (BOUCHET *et al.*, 2000), conforme exposto na Figura 3. De acordo com o manual de mineralogia e química do solo (2014), o espaçamento entre as camadas é de 1,4nm, podendo variar de 1,0nm, quando retém o íon  $K^+$ , ou até cerca de 1,5nm, quando existem moléculas de água e cátions hidratados nas entrecamadas.

**Figura 3 – Presença de água na estrutura da vermiculita**

Fonte: TVA, 2005; WANDERLEY, 2009.

As técnicas de beneficiamento são baseadas em propriedades como forma, densidade, composição e resistência à cominuição. Os minérios e concentrados são normalmente analisados pelo teor de vermiculita e tamanho das partículas. A amostra seca é peneirada em várias frações segundo a classificação granulométrica que exemplifica a diferença dos padrões de concentrados de vermiculita natural, internacional, americana e brasileira, conforme a Tabela 3.

**Tabela 5 - Classificação da vermiculita**

<b>Classificação granulométrica dos concentrados de vermiculita <i>in natura</i></b>					
<b>Padrão Internacional</b>	<b>Tamanho (mm)</b>	<b>Padrão Americano</b>	<b>Tamanho (mm)</b>	<b>Padrão Brasileiro</b>	<b>Tamanho (mm)</b>
Large	2,80 a 8,0	1	3,327 a 7,0	-	-
Medium	1,40 a 4,0	2	1,75 a 3,5	Médio	55-95% > 2,4
Fine	0,71 a 2,0	3	0,60 a 2,0	Fino	65-95% > 1,2
Superfine	0,355 a 1,0	4	0,212 a 0,85	Superfino	70-95% > 0,6
Micron	0,25 a 0,71	5	-0,30	Mícron	80-100% > 0,3

Fonte: adaptado de UGARTE *et al.*, 2005.

Cada fração do mineral é pesada e então submetida ao processo de expansão térmica em fornos com temperatura final aplicada na faixa de 800 a 1.100°C. Após o resfriamento a vermiculita expandida é novamente pesada e a ganga residual é removida por meio de separação a seco ou a úmido, esta última menos utilizada. O

teor de vermiculita nos concentrados finais varia desde 90 até 99% (UGARTE *et al.*, 2005).

A vermiculita é um mineral industrial importante que quando rapidamente aquecida a temperaturas acima a 374°C, a água de hidratação intralamelar presente entre as palhetas se transforma em vapor e a pressão gerada faz com que as placas se expandam em ângulos retos com as clivagens, como acordeão, no plano perpendicular ao eixo basal (UGARTE *et al.*, 2005; SANTOS e MASINI, 2007).

O processo de expansão, proporciona um aprisionamento de ar entre as palhetas e um aumento de volume com cerca de 10 a 20 vezes, podendo atingir até 30 vezes, a depender do gradiente de temperatura aplicado. Deste modo, a vermiculita passa da forma lamelar para uma estrutura em flocos que aparentam vermes, daí o nome vermiculita, recebendo a denominação de vermiculita expandida (UGARTE *et al.*, 2005; AVELINO, 2009).

Conhecido como esfoliação ou expansão térmica, este processo é peculiar apenas da vermiculita, que apresenta propriedades de baixa massa específica aparente e baixa condutividade térmica, o que a torna bastante atrativa para a utilização na fabricação de diversos produtos em função da sua granulometria (UGARTE *et al.*, 2005; SILVA, 2006). Devido a essa característica, a comercialização da vermiculita é feita na forma expandida.

A vermiculita expandida é utilizada em produtos para a construção civil, como agregados de concretos leves, revestimentos para paredes, placas de isolamentos térmicos e acústicos, enchimentos, entre outros (ANDRADE e ANDRADE, 2003/2004, AVELINO, 2009). A função térmica e acústica também encontra aplicações na indústria automotiva (SILVA, 2006). A aplicação na agricultura destaca-se devido às suas propriedades de retenção da água, tornando-se útil no desenvolvimento de raízes, germinação de sementes e mudas, como condicionador de solos (LUZ e FRANÇA, 2002). Na indústria química emprega-se como catalisador de reações de preparo de diversos compostos orgânicos, principalmente hidrocarbonetos de petróleo ou ainda como aditivos contra coagulação (LUZ e FRANÇA 2002, AVELINO, 2009).

A utilização da vermiculita como material adsorvente tem se destacado devido à sua propriedade de troca iônica semelhante às zeólitas e a algumas argilas, podendo ser utilizada na remoção de compostos orgânicos poluentes e na purificação de águas residuais ricas em sais dissolvidos (BELHATECHE, 1995; SANTOS e

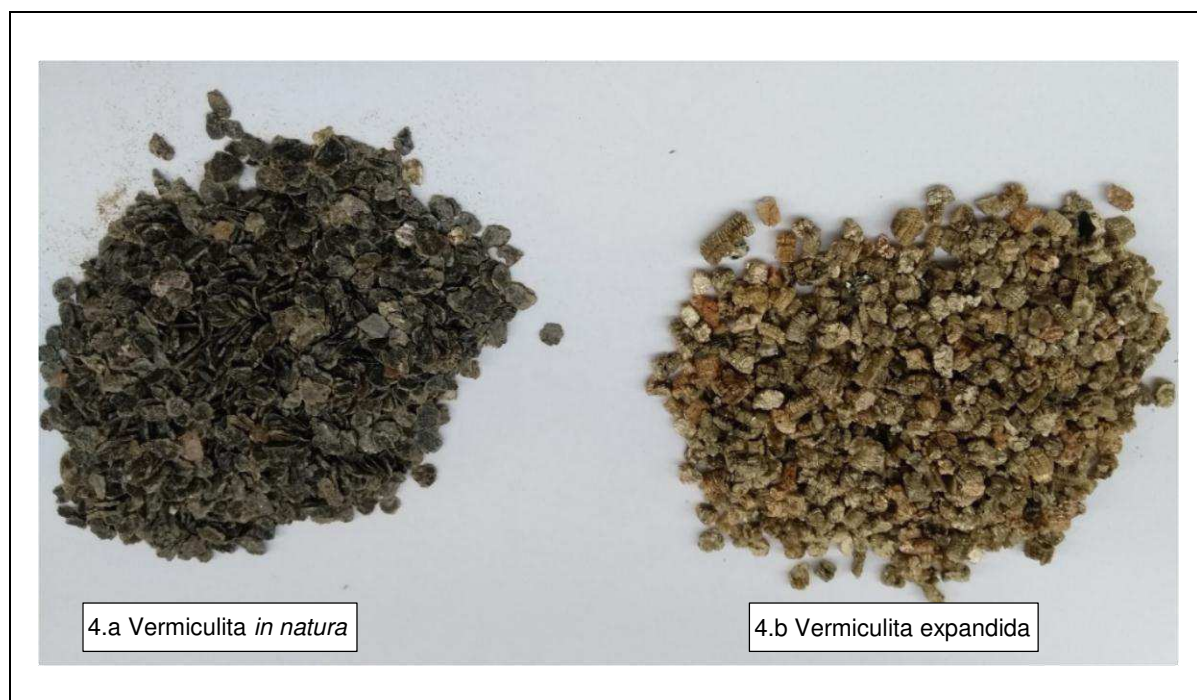


MASINI, 2007; BADAUWY *et al.*, 2010; KEBABI, 2017). Diversos métodos tem sido alvo de estudos visando à ativação ou aumento da capacidade desses materiais para serem usados como adsorventes de substâncias poluentes (MORAIS *et al.*, 2015).

Descrita pela primeira vez como mineral por Thomas H. Webb em 1824 (HINDMAN, 1992), a partir de uma amostra da região de Worcester – Massachusetts – EUA, a vermiculita, graças à sua capacidade de esfoliação, começou a ser explorada em 1915 no Colorado – EUA (COSTA FILHO e GOMES, 1992) e hoje conta com mais de duzentas aplicações industriais.

Segundo a TVA - The Vermiculite Association (TVA, 2005), a propriedade de expansão da vermiculita transforma um concentrado cru de 640 - 1120 kg/m<sup>3</sup> em um produto expandido de baixo peso 64 - 160 kg/m<sup>3</sup>. A forma “esfoliada” ou piroexpandida da vermiculita representa sua principal aplicação industrial. A Figura 4 apresenta porções de grãos de vermiculita *in natura* e expandida usadas na pesquisa.

**Figura 4 – Imagem de vermiculita *in natura* e expandida**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Na forma expandida, a vermiculita, além do baixo peso específico, é inerte biologicamente, é compressível, possui alta capacidade de isolamento acústico e é altamente absorvente, além de possuir uma superfície quimicamente ativa e de poder apresentar elevada capacidade de troca catiônica. A vermiculita possui aplicações em

temperaturas no intervalo de -240 a 1100°C, com elevada resistência ao fogo devido ao seu alto poder de sinterização (1150 a 1250°C), sendo considerada não combustível (HINDMAN, 1992; TVA, 2005).

Os minerais comumente associados à vermiculita são: a biotita, hidrobiotita, piroxenita, apatita, anfibólio, sienito, serpentinito, flogopita, diopsídio, clorita, amianto, talco e minerais argilosos. Estudos da caracterização tecnológica, em duas importantes minas do Brasil, por Ugarte *et al.*, (2004), mostraram que as vermiculitas de Santa Luzia (PB) e Sancrelândia (GO) são compostas de camadas mistas interestratificadas de vermiculita com outras fases mineralógicas (talco, hidrobiotita, biotita e flogopita), que, dependendo do teor dessas impurezas, podem interferir no processo de expansão do mineral.

As comparações entre as composições das vermiculita comercializadas no Brasil estão dispostas na Tabela 4.

**Tabela 4 - Comparação entre composições químicas de vermiculitas encontradas no Brasil.**

<b>Composição química (%) média de vermiculitas comerciais brasileiras</b>					
Compostos	Santa Luzia <sup>1</sup> (PB)	Santa Luzia <sup>2</sup> (PB)	Santa Luzia <sup>3</sup> (PB)	Sancrelândia (GO)	Massapê (PI)
SiO <sub>2</sub>	42,80	44,62	40,08	40,40	45,10
MgO	19,90	20,44	18,74	18,30	23,60
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,80	9,18	12,35	13,00	10,20
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,70	5,46	6,83	8,50	5,80
K <sub>2</sub> O	4,60	0,48	2,86	3,70	0,50
Na <sub>2</sub> O	1,00	0,11	3,37	2,50	0,10
CaO	0,56	0,78	2,32	1,40	3,60
MnO	0,11	-	-	0,12	-
TiO <sub>2</sub>	0,86	-	1,43	1,00	0,70
NiO	0,29	-	-	0,21	-
BaO	-	-	-	-	0,20
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,45	-	-	0,31	-
Perda ao fogo	15,80	18,93	11,85	10,40	10,20
TOTAL	99,87	100,00	99,83	99,84	100,00

Fontes: Santa Luzia<sup>1</sup>-PB (FRANÇA e LUZ, 2002); Santa Luzia<sup>2</sup>-PB (WANDERLEY, 2009); Santa Luzia<sup>3</sup>-PB (AVELINO, 2013); Sancrelândia-GO (UGARTE *et al.*, 2004); Massapê-PI (HINDMAN, 1994).

*Observação: A perda ao fogo (aquecimento a 1276 K) é atribuída a perda de água intercalada de coordenação, a decomposição dos grupos hidroxilas do argilomineral e dos hidróxidos como Al(OH)<sub>3</sub> e Fe(OH)<sub>3</sub>. Alguns autores citam simplesmente como compostos de H<sub>2</sub>O na composição química.*

O Brasil é detentor de cerca de 13,22% das reservas mundiais de vermiculita, diante das quais, as reservas nacionais encontram-se distribuídas em cinco Estados: Paraíba, Goiás, Bahia, Piauí e Pernambuco (CT Mineral, 2015; DNPM, 2018). Os minérios brasileiros geralmente não contêm asbestos, o que confere aos concentrados de vermiculita maior valor agregado, além de favorecer o melhor aproveitamento econômico do mineral (UGARTE *et al.*, 2004).

No contexto científico, conforme a quantidade de publicações literárias, a vermiculita vêm ganhando mais espaço em pesquisas científicas realizadas nos Estados Unidos e na China. As comparações entre as composições químicas de vermiculita comerciais, pesquisadas em outros países, estão dispostas na Tabela 5.

**Tabela 5 - Comparação entre composições de vermiculitas internacionais.**

Concentrados de vermiculitas comerciais internacionais							
Composto	África do Sul (Phalaborwa)	Austrália (Munglinup)	China (Qieganbulake)	Egito (Hafafit)	EUA (Chicago)	EUA (Louisa)	Rússia (Kovdor)
SiO <sub>2</sub>	39,37	36,50	41,20	37,67	38,66	38,34	43,05
MgO	23,37	19,20	24,22	17,16	20,04	16,38	21,39
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,08	14,50	12,68	14,23	17,36	12,85	10,01
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,45	10,50	4,60	8,07	8,45	8,80	1,90
K <sub>2</sub> O	2,46	0,50	5,97	1,36	4,24	6,63	2,56
Na <sub>2</sub> O	0,80	2,00	1,61	1,95	-	1,72	0,03
CaO	1,46	0,21	0,93	2,18	0,75	1,12	0,20
MnO	0,30	0,18	0,05	0,18	0,07	0,14	-
FeO	1,17	-	1,54	0,48	-	-	3,56
TiO <sub>2</sub>	1,25	0,75	1,38	0,20	-	1,66	1,00
Li <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	0,01	0,03
BaO	-	-	-	-	0,12	-	0,03
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	0,50	0,23	0,20
Perda ao fogo	11,20	15,41	5,82	15,71	8,71	10,66	15,70
TOTAL	98,91	99,75	100,00	99,19	98,90	98,54	99,66

Fontes: HINDMAN, 1994; UGARTE *et al.*, 2008.

## 1.6 Troca iônica e adsorção

Adsorção e processos de troca iônica podem ser usados para a remoção de grande variedade de metais pesados, em quantidades significativas e a cinética é geralmente rápida. A vantagem competitiva desses dois processos pode aumentar quando se utilizam sorventes/permutadores de íons de baixo custo. Uma

desvantagem é que o desempenho depende da seletividade do sorvente em relação ao metal, portanto, em alguns casos, o pré-tratamento é necessário para melhorar sua capacidade de adsorção (O'CONNELL *et al.*, 2008; HASHEM *et al.*, 2015).

O comportamento da troca iônica nas argilas depende basicamente dos seguintes fatores como natureza das espécies catiônicas: tamanho, carga e grau de hidratação, os quais desempenham papel importante na capacidade de adsorção entre o sólido e o íon metálico. O poder de troca de um cátion será maior, quanto maior for a sua valência e menor a sua hidratação. A força com que um íon é atraído é proporcional à sua carga iônica, e por consequência, íons de maior valência são mais fortemente atraídos pelo material (COVELO *et al.*, 2007).

Entre cátions de mesma valência, a seletividade aumenta com o raio iônico, em função do decréscimo do grau de hidratação, pois quanto maior for o volume do íon, mais fraco será seu campo elétrico na solução e, conseqüentemente, menor o grau de hidratação. Logo, para uma mesma série de íons, o raio hidratado é geralmente inversamente proporcional ao raio iônico do cristal (CASES, *et al.*, 1997; OLIVEIRA, 2008).

O grau de hidratação do íon a ser adsorvido/permutado, depende principalmente da viscosidade da solução, da temperatura, e presença de interferentes, além de outros fatores; podendo ter resultados variáveis, em função de determinadas condições de aplicação (BELHATECHE, 1995; OLIVEIRA, 2008).

### 1.6.1 Troca iônica

A troca iônica é um processo em que os íons difusíveis do material são trocados por íons de mesmo sinal, presentes originalmente na solução. Esta troca é reversível e estequiométrica. O processo de transferência de cátions ou ânions ocorre até que se estabeleça o equilíbrio. Os íons difusíveis ou contra-íons ficam retidos nos sítios dos trocadores iônicos devido à força de *Van der Waals* e forças eletrostáticas (BORBA, 2009).

O processo de troca iônica consiste na substituição de um íon de uma matriz sólida (cátions intersticiais) por um íon presente em solução, podendo ser representado através da equação geral:  $VMg_n^{2+(s)} + M^{n+(aq)} \leftrightarrow VM^{n+(s)} + nMg^{2+(aq)}$ . (OLIVEIRA, 2008).

A quantidade total de cátions trocáveis que podem ser retidos por uma argila é conhecida como capacidade de troca catiônica (CTC), a qual vai depender de muitos fatores como origem e formação da argila (WILLIAMS-DARYN e THOMAS, 2002; SILVA *et al.*, 2003).

A quebra da eletroneutralidade na estrutura cristalina devido às substituições isomórficas que ocorrem na natureza (às ligações químicas quebradas nas arestas das partículas e à interação dos íons  $H_3O^+$  com as cargas nestas ligações quebradas), são a causa da capacidade de troca catiônica das argilas. Portanto, o saldo de cargas negativas é satisfeito por cátions que são atraídos por ambas às superfícies interna e externa das lamelas (XU *et al.*, 2005, HARO *et al.*, 2005, BRIGATTI *et al.*, 2005).

Os cátions só podem ser trocáveis se eles são fracamente ligados a superfície externa ou interna no espaço interlamelar da argila. A capacidade de troca externa depende das características do cristal, originando nas substituições tetraédricas e octaédricas nas folhas ou das vacâncias na estrutura do cristal, dependendo do pH do meio. A capacidade de troca interna reflete a deficiência de carga entre as camadas, no caso da vermiculita a camada 2:1, a capacidade de troca interna depende das cargas permanentes das espécies na argila (HENDERSHORT e DUQUETTE, 1986; AVELINO, 2009).

Outros fatores que governam o comportamento de troca iônica nas argilominerais são: temperatura, concentração das espécies catiônicas na solução, espécies aniônicas associadas aos cátions em solução e solvente empregado (BELHATECHE, 1995; AVELINO, 2009).

### 1.6.2 Adsorção

A adsorção consiste na ligação de partículas a uma superfície, o qual, vai saturando os sítios disponíveis do adsorvente, com o aumento concomitante da concentração do adsorbato (NASCIMENTO, *et al.*, 2014).

A IUPAC define o processo de adsorção como o enriquecimento de um ou mais componentes numa camada interfacial, podendo ocorrer tanto a fisissorção, ou adsorção física, quanto a quimissorção, também denominada de adsorção química (AIROLD e ARAKAKI, 2001).

A fisiossorção é caracterizada por interações fracas do tipo *Van der Waals* entre o adsorbente e o adsorbato. A entalpia da adsorção física possui valores na faixa de  $20,0 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , sendo insuficiente para romper as ligações químicas, desta forma a molécula fisicamente adsorvida mantém a sua identidade preservada (PERTUSATTI e PRADO, 2007).

Na quimissorção, os átomos ou as moléculas do adsorbato unem-se através de ligações químicas com a superfície do adsorbente (AIROLD e ARAKAKI, 2001). Fato este, que envolve a troca ou partilha de elétrons, resultando em uma reação química. As moléculas tendem a se acomodar em sítios que propiciem o número de coordenação máximo com o substrato. A entalpia de adsorção química é bem maior que a da adsorção física com valores na faixa de  $200,0 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  (AVELINO, 2009; NASCIMENTO, *et al.*, 2014).

## 1.7 Cinética da remoção

A cinética de adsorção é expressa como a taxa de remoção do adsorbato na fase fluida em relação ao tempo, envolvendo a transferência de massa de um ou mais componentes contidos em uma massa líquida externa para o interior da partícula do adsorbente, os quais deverão migrar através dos macroporos até as regiões mais interiores desta partícula (NASCIMENTO *et al.*, 2014).

Para Nascimento *et al.*, (2014), em princípio, a cinética de adsorção pode ser conduzida por diferentes processos:

a) Transferência de massa externa: a qual corresponde a transferência de moléculas da fase fluida para superfície externa da partícula adsorbente, por intermédio de uma camada de fluido que envolve a partícula.

b) Difusão no poro: a qual é ocasionada pela difusão de moléculas no fluido para o interior dos poros.

c) Difusão na superfície: a qual corresponde à difusão das moléculas totalmente adsorvidas ao longo da superfície do poro.

O tempo de contato é um parâmetro importante porque este fator indica o comportamento cinético da adsorção para um determinado adsorbente numa determinada concentração inicial do adsorbato. O comportamento dinâmico e a eficiência da coluna do leito são descritos em termos da concentração efluente *versus*

tempo ou volume de líquido tratado, ou seja, a curva de ruptura, também denominada “*breakthrough*”. O tempo de avanço e a forma da curva de ruptura são características muito importantes para determinar o funcionamento e a dinâmica de uma coluna de adsorção (AKSU e GÖNEN, 2006).

O desempenho de uma coluna está bastante relacionado com o comprimento e com a forma da zona de transferência de massa (ZTM) que se desenvolve na coluna durante a adsorção. A ZTM pode ser considerada como uma região dentro da coluna em que a concentração do sorvato varia de 90% a 5% do seu valor de alimentação, ou seja, ela se desenvolve entre a seção da coluna que está saturada e a seção que ainda contém adsorvente não saturado. Esta é a região onde a maior parte da transferência de massa ocorre (NASCIMENTO *et al.*, 2014).

No início do processo, o adsorvente é atingido com uma alta concentração de sorvato. Teoricamente, essa seria a região de maior transferência de massa, e a ZTM seria linear, desencadeando na imediata elevação na concentração efluente até o valor da concentração afluenta à coluna. No final, a curva de ruptura reflete a forma da ZTM. Quanto mais aberto é o formato da curva, maior é a resistência à transferência de massa. A curva torna-se mais fechada, à medida que a resistência à transferência de massa diminui (NASCIMENTO *et al.*, 2014).

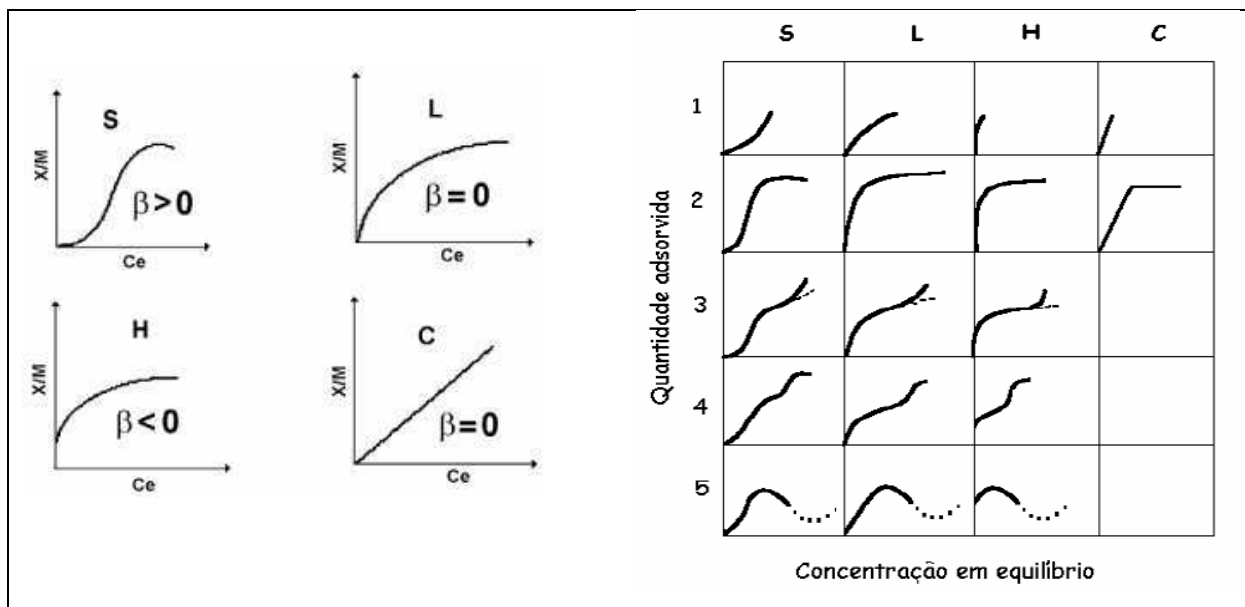
## 1.8 Modelos isotérmicos de adsorção

Basicamente o estudo da adsorção na interface sólido-líquido consiste na determinação da mudança de concentração que ocorre quando certa quantidade de solução entra em equilíbrio com uma conhecida quantidade do adsorvente. Com base na mudança de concentração do soluto na solução, a quantidade adsorvida de um dado componente pode ser determinada e plotada em função da concentração deste mesmo componente na solução de equilíbrio, obtendo-se uma curva conhecida como isoterma de adsorção (SILVA, 2007).

Isotermas de adsorção são curvas obtidas a partir da quantidade de soluto adsorvido em função da concentração desse soluto na solução em equilíbrio. Gilles e colaboradores (1974), dividiram as isotermas de adsorção em quatro principais classes, de acordo com sua inclinação inicial e, cada classe, por sua vez, em vários subgrupos, baseados na forma das partes superiores da curva. As quatro classes

foram nomeadas de isotermas do tipo (S) “Spherical”, (L) “Langmuir”, (H) “High affinity” e (C) “Constant partition” (GILLES *et al*, 1974), apresentadas na Figura 5.

**Figura 5 - Classificação das isotermas de adsorção**



Fonte: GILLES *et al.*, 1974.

De acordo com Gilles *et al.*, (1974); Falone e Vieira (2004); e Magdalena (2010), descrevo brevemente o significado da caracterização de cada uma dessas classes:

**S (Spherical):** Indica que a adsorção inicial é baixa e aumenta à medida que o número de moléculas adsorvidas aumenta, ou seja, houve adsorção cooperativa. Curvas côncavas, seguidas frequentemente por um ponto de inflexão, aparentando a forma de um S.

**L (Langmuir):** Possui inclinação não linear com concavidades para baixo, são as mais comuns e representam adsorção em monocamadas. ocorrendo diminuição da disponibilidade dos sítios de adsorção quando a concentração da solução aumenta.

**H (High affinity):** Representa adsorções extremamente fortes na região de baixa concentração. Trata-se de um caso especial de curva do tipo L, quando a superfície do adsorvente possui alta afinidade pelo soluto adsorvido.

é um caso especial de curva do tipo L sendo observada

**C (Constant partition):** Comum em adsorventes microporosos, possui inicialmente uma porção linear, indicando partição constante do soluto entre a solução e a superfície do adsorvente.



## 1.9 Distribuição dos tempos de residência

O escoamento de um fluido através de determinado equipamento seja em uma estação de tratamento de esgotos domésticos, seja em uma estação de tratamento de efluentes industriais, está sujeito a sofrer modificações que estão condicionadas às características do equipamento. Para melhor caracterizar o desempenho deste equipamento há que se investigar a maneira como o fluido escoar pelo dispositivo, em outros termos, a natureza do escoamento ou a macro mistura. Para isto, é necessário conhecer o tempo que cada porção de fluido permanece dentro do dispositivo (SASSAKI, 2005).

O tempo de residência de uma porção ou elemento de fluido é o tempo decorrido desde a sua entrada até sua saída no equipamento. Uma vez que os diversos elementos de um fluido passam por diferentes caminhos dentro do reservatório, desde a sua entrada até a saída, fica fácil perceber que terão diferentes tempos de residência (CANEDO, 2011).

A informação sobre a distribuição de idades das porções de fluido na corrente de saída do equipamento, ou seja, a distribuição dos tempos de residência (DTR) do fluido em escoamento pode ser facilmente obtida através do uso de uma técnica experimental amplamente utilizada, denominada técnica de estímulo-resposta com injeção de traçadores. A injeção é feita de maneira conhecida, que pode ser das seguintes formas: aleatória, pulso e degrau (SASSAKI, 2005).

O traçador é qualquer produto que, incorporado na massa de uma substância, permite investigar o comportamento desta em um determinado processo físico ou químico. Os traçadores são utilizados para marcarem fluidos, constituindo importante ferramenta na obtenção de modelos que representem o escoamento (BEDMAR, 1972; FREITAS, 2007).

O método de detecção e de medição do traçador deve ser fácil, de alta eficiência e passível de ser realizado através de equipamento simples e de baixo custo. O traçador deve ser conservativo, isto é, não deve estar sujeito a perdas indesejáveis durante o trânsito entre o local de injeção e o de coleta, ou ainda, entre o local de coleta e o de medição (PEGORARO, 2012).

### 1.10 Estabilização por Solidificação de resíduos sólidos

Resíduos industriais podem apresentar-se nas mais variadas formas, afetando locais muitas vezes distantes do local de sua geração (FRANCO, 2011). Uma alternativa para eliminação de elementos contaminantes ao ambiente, principalmente metais pesados são as técnicas de Estabilização/Solidificação (E/S) de resíduos sólidos, processo esse, também conhecido como encapsulamento ou fixação (BERTOLI, 2015).

A técnica de estabilização por solidificação pode ser implantada na reutilização de resíduos sólidos industriais que não possuem uma destinação adequada. É possível também proporcionar características positivas a outro material por meio de sua incorporação na matriz cimentícia, podendo assim ser utilizado na fabricação de artefatos de concreto com melhor qualidade para construção civil. (BERTOLI, 2015).

Com a utilização racional dos recursos naturais, o resgate do uso do solo como material de construção tem se intensificado, onde seu comportamento físico-mecânico pode ser melhorado por meio da estabilização com aglomerantes minerais (GRANDE, 2003; SOUZA, 2011).

Na estabilização do solo com o cimento, ocorrem reações de hidratação dos silicatos e aluminatos presentes no cimento, formando um gel que preenche parte dos vazios da massa e une os grãos adjacentes do solo, conferindo-lhe resistência inicial; paralelamente, ocorrem reações iônicas, que provocam a troca de cátions das estruturas argilominerais do solo com os íons de cálcio provenientes da hidratação do cimento adicionado (GRANDE, 2003; SOUZA, 2011).

De acordo com Brito e Soares (2009), é de fundamental importância nos processos de estabilização por solidificação (E/S), a realização de ensaios referentes à imobilização de resíduos contaminantes no processo, bem como ensaios de integridade/durabilidade nos corpos de prova.

---

---

## **CAPÍTULO II**

### **Testes de bancada com a vermiculita**

---

---

## 2.1 Materiais e Métodos

A matéria prima que deu origem ao trabalho, foi o argilomineral vermiculita, usada de forma expandida (esfoliada), ou seja, cujos grãos passaram por sistema de aquecimento a altas temperaturas, geralmente quando atingem o gradiente entre 600,0°C e 1100,0°C.

Esse produto, ainda tem pouco uso e comercialização no Brasil. A extração do minério usado, é oriunda da empresa Mineração Pedra Lavrada LTDA, cuja mina encontra-se dentro dos limites geográficos do município de Santa Luzia - PB. A empresa que pratica a expansão térmica e que com ela foram efetuadas as aquisições do material, é a Maia Macedo Comércio e Indústria LTDA, a qual situa-se na cidade de João Pessoa - PB.

As massas de vermiculita usadas, eram dispostas em fardos com capacidade de 100,0 litros (Figura 6), cuja massa pode variar de 9,0 a 13,0 kg, dependendo da classificação quanto aos grãos. Foram avaliados três tipos diferentes de vermiculita: média, fina e superfina; referente a granulometria das partículas do argilomineral.

**Figura 6 - Representação dos fardos de vermiculita adquiridos**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

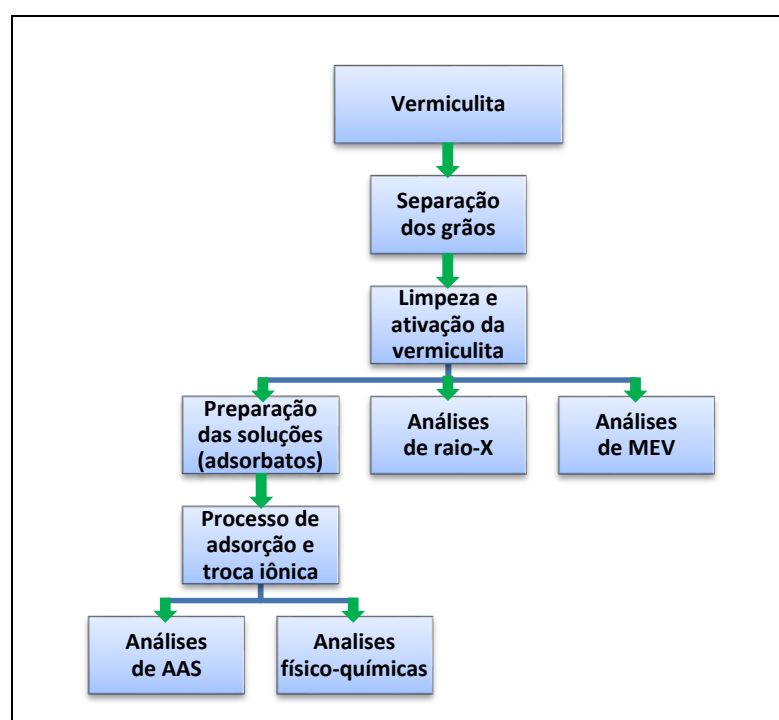
Após informações técnicas sobre banco de dados das propriedades da vermiculita, repassados pela empresa, bem como, testes preliminares de pH, condutividade elétrica, sólidos totais dissolvidos (STD) e absorção de água, entre as três diferentes granulometrias do mineral com água, as quais são próximas; optou-se

então, por continuar os estudos, na perspectiva de remoção de íons metálicos presentes em soluções, com a vermiculita classificada com o tamanho “médio” dos grãos, a qual ficou denominada para esse trabalho de VM.

A escolha de realizar os procedimentos experimentais da pesquisa com a vermiculita de tamanho médio, ocorreu também em função da dificuldade do manuseio com partículas diminutas, no que concerne a passagem de grãos por malhas adotadas nos meios reacionais preliminarmente testados, além da quantidade de pó e outros detritos intrínsecos por saca do produto serem bem maior para as vermiculitas denominadas de finas e superfinas.

Os procedimentos adotados estão resumidamente expostos no fluxograma da Figura 7, que direciona os caminhos rotacionais do produto inicial, até as análises finais no argilomiral e nos permeados.

**Figura 7 - Fluxograma dos procedimentos com a vermiculita**



Fonte: SILVA, H.C., 2018

### 2.1.1 Homogeneização dos grãos

Inicialmente foi realizada a separação dos grãos, sendo executada por peneiração, com abertura da malha de 2,0 mm, cuja finalidade era melhor

parametrizar os grãos com relação e restrição aos tamanhos menores, além do inconveniente pó gerado. Apenas os grãos superiores retidos na peneira foram usados no processo.

### **2.1.2 Comparação do tamanho dos grãos da vermiculita expandida e *in natura***

Vinte amostras de grãos de vermiculitas de tamanho médio foram tomadas como amostragem casuais em diferentes pontos da embalagem, em dois lotes diferentes (sendo 10 em cada lote), e dimensionadas com um paquímetro. De forma análoga, foi aferida também grãos estéreis (*in natura*), extraídos da mesma mina, para a comparação dos tamanhos dos grãos, frente a capacidade de expansão térmica, mediante a aplicação de aumento brusco de temperatura até 1.100,0°C.

### **2.1.3 Limpeza e ativação da vermiculita (VM)**

Foi proposto um protocolo experimental para a remoção de impurezas contidas nos grãos de vermiculita, existente nos recipientes (sacas) adquiridos; bem como, ativação das partículas do argilomineral conforme ilustrado no fluxograma da Figura 8.

A codificação usada para comparação dos seis tratamentos aplicados na tentativa de remoção de cátions metálicos com as amostras de VM foi:

$V_0$  = Vermiculita expandida (peneirada com malha 06 - abertura de 3,3mm);

$V_1$  = Vermiculita obtida do processo  $P_1$ ;

$V_2$  = Vermiculita obtida do processo  $P_2$ ;

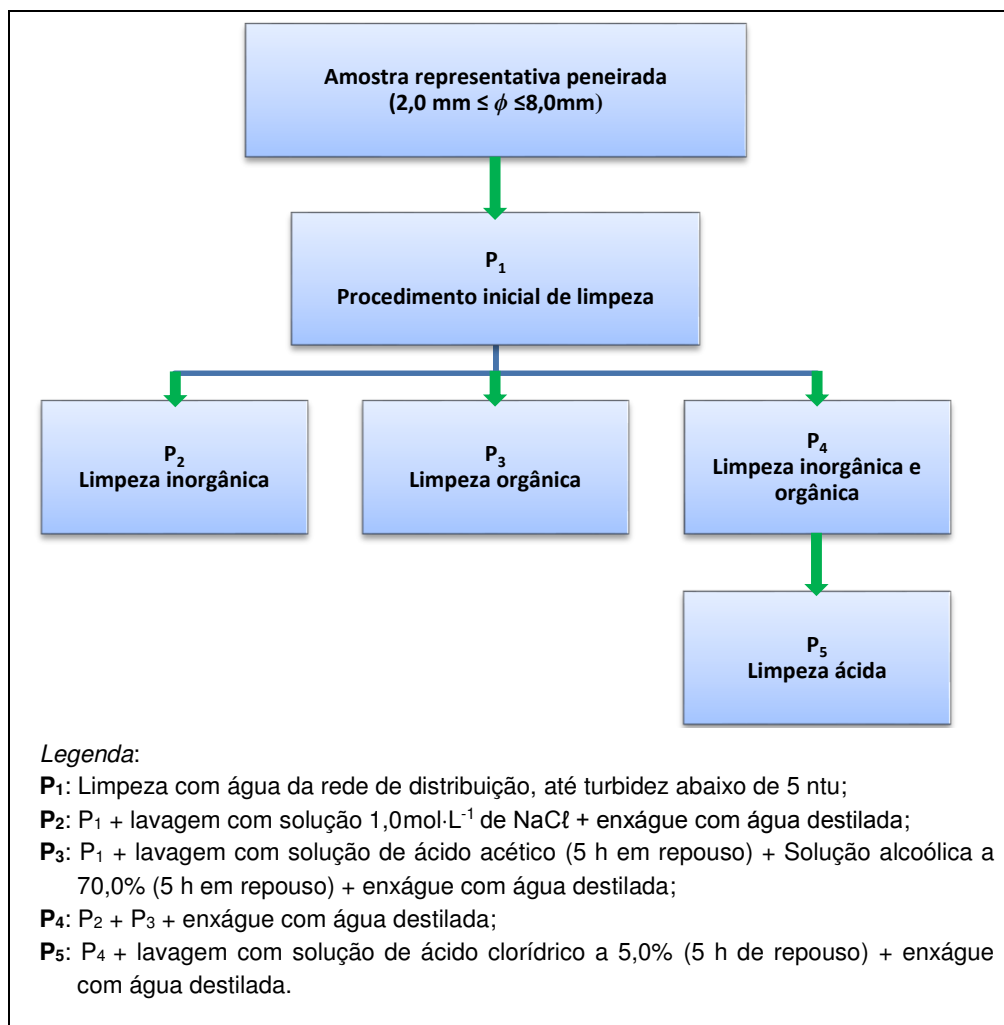
$V_3$  = Vermiculita obtida do processo  $P_3$ ;

$V_4$  = Vermiculita obtida do processo  $P_4$ ;

$V_5$  = Vermiculita obtida do processo  $P_5$ .

Em seguida, cada sobrenadante foi separado do material sedimentado, onde, o material sólido úmido, foi secado numa estufa a uma temperatura de 50,0°C ± 1,0 durante 48 h, até apresentar um resíduo seco e uniforme no cadinho de porcelana. Após essa etapa, o material já estava pronto para a realização do processo de adsorção e troca iônica. Amostras dos grãos também foram coletadas para avaliação por meio de microscopia eletrônica de varredura - MEV.

Figura 8 – Fluxograma proposto para a limpeza e ativação da VM.



Fonte: SILVA, H.C., 2018.

#### 2.1.4 Análises microscópicas com as partículas de vermiculita

Foram realizadas análises de difração de raio-X com a vermiculita *in natura* e expandida; bem como, análises de microscopia eletrônica de varredura com a vermiculita após os tratamentos de limpeza.

##### 2.1.4.1 Análise de Difração de Raios-X (DRX)

As amostras de vermiculita *in natura* e expandida foram caracterizadas por difração de raio-X, usando o equipamento SHIMADZU modelo 6000, trabalhando com uma diferença de potencial no tubo de 40,0 kV e uma corrente elétrica de 30,0 mA,

com radiação  $CuK\alpha$  de 1,54 Å. A varredura foi feita na faixa de  $2\theta$  de 1,7 a 40°, com escala de 2.000 a 60.000  $cm^{-1}$ ; onde a velocidade de varredura foi de  $2^\circ min^{-1}$ , com passo de amostragem de  $0,02^\circ s^{-1}$ . A análise foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais, do Departamento de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de Campina Grande - UFCG.

Dentre as várias técnicas de caracterização de argilominerais, a análise de DRX é importante para identificar a cristalinidade do material, bem como, é possível determinar se ocorreu expansão ou contração do espaço interlamelar, após tratamentos realizados com o argilomineral.

A difração de raio-X foi interpretada pela Lei de Bragg, através da Equação (1), a qual estabelece a relação existente entre o ângulo de difração e a distância entre os planos que a originam, sendo restritamente característico de cada fase cristalina.

$$d = \frac{n \cdot \lambda}{2 \sin \theta} \quad (1)$$

Onde:

$d$  : distância interplanar (Å);

$\theta$  : ângulo de difração;

$\lambda$  : comprimento de onda dos raios-X incidentes;

$n$  : número inteiro referente ao plano.

#### 2.1.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As medidas de microscopia eletrônica de varredura, permitem obter dados sobre a morfologia das partículas, existentes em amostras de vermiculita expandida, antes e após tratamentos de limpeza/ativação.

O equipamento usado foi o microscópio Jeol JSTM – 300 do Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACOM), do Departamento de Química da Universidade Federal da Paraíba - UFPB, onde as amostras foram recobertas com uma fina camada de ouro e carbono por metalização, em um instrumento de Plasma *Science*.



### 2.1.5 Preparação das soluções adsorbatos

As soluções provenientes de sais contendo íons metálicos de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , foram preparadas separadamente, utilizando os sais expostos na Tabela 6. Quantidades apropriadas de cada sal, foram dissolvidas com água destilada, para compor 1,0 litro de solução, de concentrações finais de  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ .

**Tabela 6 - Sais utilizados para a preparação das soluções contaminantes.**

Reagentes salinos utilizados		
Nomenclatura	Fórmula	Marca
Cloreto de cromo (III) hexa hidratado	$\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Dinâmica Química Contemporânea LTDA
Nitrato de cobre (II) tri hidratado	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Dinâmica Química Contemporânea LTDA
Nitrato de chumbo (II)	$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	Impex reagentes analíticos LTDA

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Essa concentração supracitada das soluções, foi estabelecida com alusão a valores ainda maiores ao praticado em outros trabalhos da área, que investigaram a capacidade de remoção de substâncias tóxicas por vermiculitas, e as interações dessa argila com íons metálicos, como: Abollino *et al.* (2008), Alves (2009), Wanderley (2009), Silva (2011), Santos (2012), que dispuseram de concentrações de  $1,0 \cdot 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  a  $1,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ . Além do trabalho de Janegitz *et al.* (2007), onde foram adicionadas separadamente diferentes soluções de  $5,0 \cdot 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  a  $1,0 \cdot 10^{-1} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  em quitosana, com analogia às altas concentrações monitoradas em efluentes industriais, durante estudos para remoção dos íons metálicos de águas residuárias.

### 2.1.6 Testes de bancada para comprovação da adsorção e troca iônica

Essa etapa essencial do trabalho, consiste na realização de testes de bancada, visando a comprovação e eficácia da teoria proposta para adsorção e troca iônica, bem como, um estudo preliminar de qual a metodologia prosseguir no que se refere ao tratamento dado a vermiculita antes de receber o adsorbato, para a percolação dos componentes solúveis pelo material poroso.

Para o avaliar o estudo, foram realizadas as análises de espectroscopia de absorção atômica e análises físico-químicas.

### 2.1.6.1 Processos de adsorção e troca de íons

A metodologia proposta para o processo adsorptivo inicial, consistiu na adição de 10,0 g de grãos das matrizes de vermiculita expandida, a 80,0 mL de solução sintética em um *erlenmeyer*. Isso para cada tratamento ( $V_0$ ,  $V_1$ ,  $V_2$ ,  $V_3$ ,  $V_4$  e  $V_5$ ) com, respectivamente, cada componente salino, separadamente, contendo os íons de  $Cr^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$  e  $Pb^{2+}$ .

Todos meios reacionais foram codificados, e em seguida colocados um laque de papel filme auto aderente de policloreto de vinila para evitar perdas, ou mesmo minimizar, a evapotranspiração. Em seguida, os recipientes foram colocados em uma mesa agitadora, iniciando o processo com  $20,0 \pm 1,0$  rotações por minuto (Figura 9) nos primeiros 30 minutos; aumentando para  $70,0 \pm 2,0$  RPM até transcorridos 4h30min, e retornando para  $20,0 \pm 1,0$  RPM nos 30 minutos finais. O sistema foi mantido sob temperatura constante de  $22,0 \pm 1,0^\circ C$  durante as 5 horas de operação.

**Figura 9 - Lixiviação nos testes de bancada**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

A gravura demonstra os primeiros testes (bancada) para o processo de troca iônica/adsorção da vermiculita com soluções metálicas salinas, cujos dados

experimentais são muito importantes no desenvolvimento de reatores para o processo de remoção de metais em águas contaminadas.

Conforme apresentado na Figura 10, após o final da agitação, os recipientes foram deixados em repouso por 1 h. O líquido decantou e foi sifonado (10.a), a massa foi separada do restante do líquido por meio de filtração com papel de filtro com malha de 200 microns (10.b).

**Figura 10 - Processo de separação: vermiculita / solução salina**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

A massa úmida (10.c) foi pesada, e após a etapa de secagem em uma estufa sob a temperatura de 50°C durante 24 h, cada massa foi pesada novamente.

### 2.1.6.2 Avaliação da remoção dos contaminantes

As análises preliminares foram realizadas em Laboratórios da Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) - *Campus I*, em Laboratórios do Departamento de Química da Universidade Federal da Paraíba (UFPB) - *Campus I*, além de Laboratórios do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba (IFPB) - *Campus Cabedelo*.

### 2.1.6.2.1 Análise Espectrométrica por Absorção Atômica (EAA)

Foram realizadas análises em duplicata por meio da técnica de Espectroscopia por Absorção Atômica, pelo método da chama, nas soluções sintéticas preparadas de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  (denominadas de soluções mãe ou soluções precursoras), e em seguida, nos permeados do processo adsorptivo com as matrizes de vermiculita (VM), oriundos dos tratamentos  $V_0$ ,  $V_1$ ,  $V_2$ ,  $V_3$ ,  $V_4$  e  $V_5$ , totalizando 42 leituras.

Cada leitura das amostras foi avaliada em triplicata com intervalos de 5,0 s, no modo automático. O equipamento utilizado foi o espectrômetro de absorção atômica, marca Shimadzu, modelo AA - 6300, com correção do *background* por lâmpada de deutério. Acetileno ultra puro foi utilizado como gás de fluxo interno e o ar comprimido na condição de gás oxidante. Para obtenção da curva analítica foram injetadas quatro soluções padrões de concentrações diferentes. Na amostra em branco foi utilizada água destilada. Os procedimentos experimentais ocorreram nas dependências do Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACOM) da Universidade Federal da Paraíba - UFPB.

### 2.1.6.2.2 Análises físico-químicas

Foram avaliados quatro parâmetros físico-químicos nas soluções precursoras e permeados, para conhecer o comportamento real da interação dos adsorbatos com a vermiculita expandida, quais sejam: pH, cor, turbidez e condutividade elétrica. As análises foram realizadas nos laboratórios de Química e Meio Ambiente, do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba (IFPB) - *Campus Cabedelo*, usando as metodologias descritas no *Standard Methods* (APHA, 2012).

## 2.2 Resultados e Discussões

O argilomineral vermiculita, por ser lamelar com empilhamento de camadas, permite reações de modificação e apresenta boa reatividade em meio aquoso com sais, especialmente por causa da presença de grupos hidroxilados no espaço interlamelar e na superfície.

Quando colocada em solução, um sistema heterogêneo foi constituído, no qual o equilíbrio ocorreu na interface sólido-líquido, onde os cátions livres na região interlamelar podem ser trocados pelos cátions presentes do adsorbato.

Nesse sentido, a intenção nessa fase do trabalho foi obter informações sobre as características da vermiculita expandida, sem e com tratamentos de ativação; bem como, suas adsorções aliadas às trocas iônicas com soluções sintéticas produzidas oriundas de sais inorgânicos de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ . Os resultados inerentes aos grãos da matriz porosa e aos sobrenadantes estão apresentados a diante.

### 2.2.1 – Caracterização da vermiculita

#### 2.2.1.1 Tamanho dos grãos antes e após a expansão térmica

As palhetas de vermiculita de granulometria média (VM) foram comparadas (Figura 11) na fases crua (*in natura*), e expandidas, após o aquecimento, sob gradiente de temperatura aplicado. O início da expansão é notado de forma ameno quando o forno atinge a temperatura próximo a  $400,0^{\circ}\text{C}$ , onde se torna mais evidente quando atinge  $600,0^{\circ}\text{C}$ ; e é ainda mais acentuado, quando rapidamente aquecidas a patamares mais elevados, no gradiente de  $900,0^{\circ}\text{C}$  a  $1.100,0^{\circ}\text{C}$ , que ofoi a faixa limite utilizada.

As partículas avaliadas apresentaram a média de  $0,5 \pm 0,1$  mm para vermiculita *in natura* e cerca de  $5,8 \pm 2,0$  mm para a vermiculita esfoliada em 2 lotes analisados. A expansão variou de 7 a 20 vezes, em relação ao tamanho da vermiculita expandia com a vermiculita crua, considerando as faces laterais, ou seja, na direção perpendicular à clivagem dos planos.

**Figura 11 – Comparação entre grãos de vermiculita expandida e crua**

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Esse fato é evidenciado também em pesquisas de outros autores, como Ugarte *et al.* (2008), que relatam que a “vermiculita pura” pode expandir até 30 ou 40 vezes o seu volume original, no entanto, a vermiculita comercializada na forma natural expande, em média, de 8 a 12 vezes. Essa expansão pode ser explicada em função do aquecimento do argilomineral, onde a água presente entre as palhetas se transforma em vapor e a pressão gerada faz com que as placas se expandam em ângulos retos com as clivagens.

Em estudo com vermiculitas oriundas da Mina Cerrado-III, da empresa Brasil de Minérios Ltda, Silva (2006), cita que o tamanho médio entre as palhetas de vermiculita, era cerca de 8,0 mm para a esfoliada enquanto que a crua ficou com 0,8 mm. É possível que fatores ligados a um maior ou menor valor desta ocorrência (expansão) sejam a presença de impurezas, assim como as características físico-químicas do argilomineral, e principalmente a quantidade de moléculas de água livre ligadas à estrutura cristalina.

De acordo com Ugarte e Mont (2005, 2006), esse fenômeno de esfoliação ou expansão, reflete diretamente no argilomineral, fazendo com que a vermiculita aquecida tenha baixa densidade, maior área superficial, aumento de porosidade, carga superficial (negativa) e elevada capacidade de troca catiônica.

Sobre as temperaturas observadas durante a expansão; conforme Santos e Navajas (1981), Myers (1999), Silva (2010), a água retirada até 150,0°C é reversível, ou seja, pode ser reabsorvida a partir da umidade do meio ambiente e não causa esfoliação. Já a água removida em torno de 260,0°C, é responsável pela esfoliação da vermiculita, enquanto que a água presente nos grupos hidroxilas presentes é removida a partir de 800,0°C.

Ainda sobre a expansão, autores como Deer, Howie e Zussman (1992), destacam que a vermiculita não esfolia se a água é retirada lentamente, até cerca de 250,0°C, quando ela é aquecida lentamente desidrata-se, ocasionando a contração da sua estrutura. Opostamente a isso, Araújo (2014), cita o incomum fenômeno de esfoliação que acontece na vermiculita quando ela é aquecida repentinamente a um valor de cerca de 300,0°C ou maior, que é devido a rápida geração de vapor que não pode escapar sem deformar e separar a estrutura lamelar.

Portanto, é correto afirmar que o processo de expansão ocorrido com a vermiculita desse estudo, foi irreversível, principalmente, após o aquecimento em temperaturas próximas de 1000,0°C; o qual, proporcionou uma grande saída de água presentes na estrutura da vermiculita, inicialmente nos espaços interlamelares e nos poros, em seguida, presentes nos grupos hidroxilas, ocasionando a realização de um trabalho de expansão, observado pelo aumento volumétrico dos grãos.

### **2.2.1.2 Difração de raios-X (DRX)**

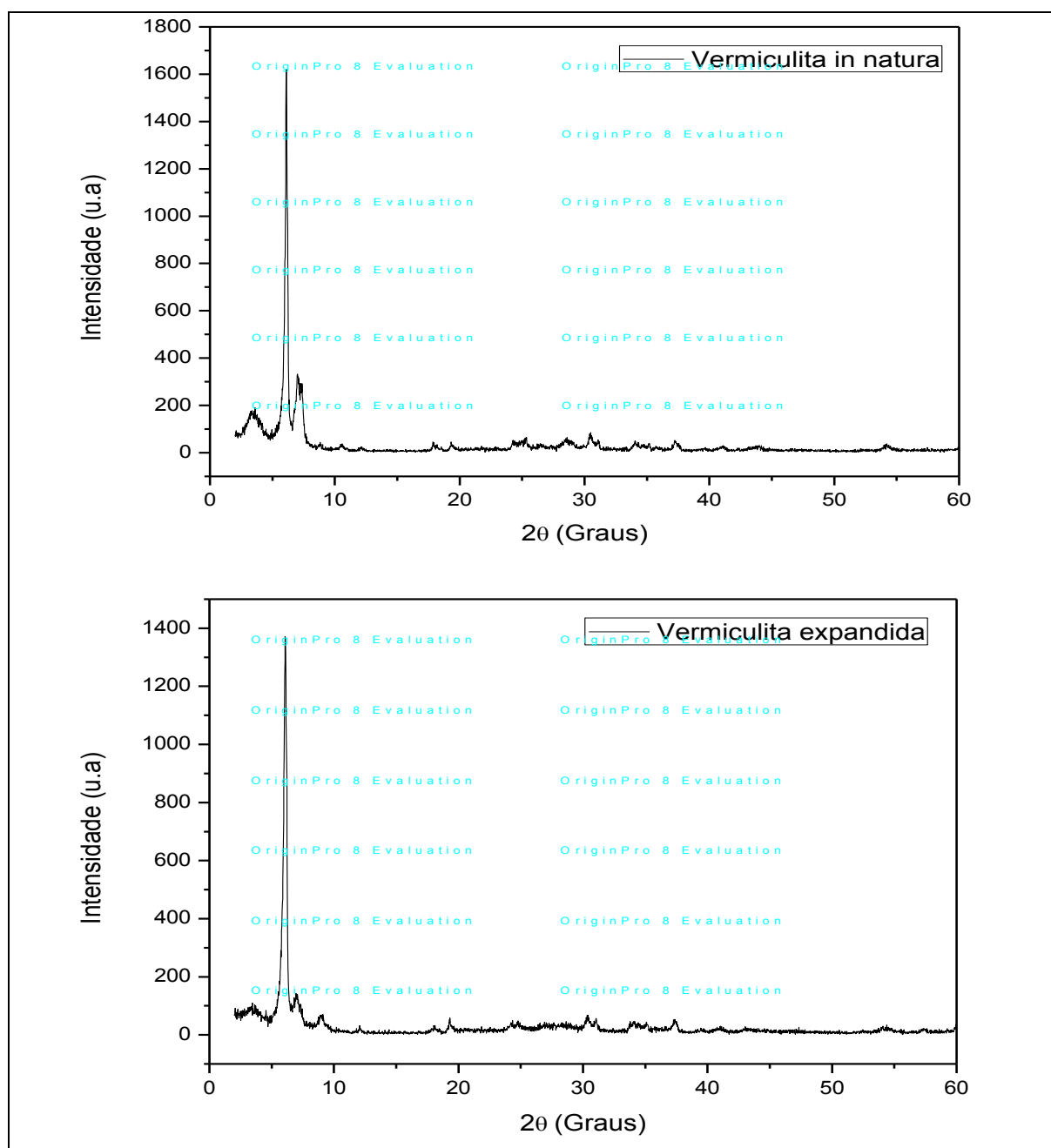
Analisando os difratogramas da Figura 12, relativo às amostras de vermiculitas, fica comprovado que o valor do pico característico de  $2\theta$ , corresponde ao ângulo de Bragg, foi de 6,120 com intensidade de 1.620,0 u.a. (valor do fluxo de energia por unidade de área por unidade de tempo), para a vermiculita natural, enquanto que para a vermiculita expandida foi de 6,080 com intensidade de 1.372,0 u.a.

É importante frisar que, de acordo com os dados da literatura, por meio da ficha catalográfica dos minerais (sob número de 77-0022), é peculiar ao mineral vermiculita apresentar pico máximo característico de 6,157°. Fato este, que comprova que o material usado é realmente o argilomineral vermiculita, pois não existe diferença significativa entre os picos obtidos e o referencial. Constata-se também, que as

amostras não apresentam impurezas consideráveis, visto que, não apresentam outros picos elevados na região característica.

Percebe-se, de maneira mais enfática, que na forma natural a vermiculita apresenta maior grau de cristalinidade, devido a obtenção de maior intensidade no eixo; embora possa haver leve presença também de impurezas neste tipo, ocasionando diminutos picos limítrofes ao pico característico máximo alcançado.

**Figura 12 – Difratoograma de raios-X na vermiculita *in natura* e expandida**



Fonte: SILVA, H. C., 2018



As distâncias interplanares das superfícies nas vermiculitas analisadas, referentes ao pico característico, foram calculadas e estão dispostas na Tabela 7.

**Tabela 7 – Distâncias interplanares nas vermiculitas**

Superfície	Plano	2 $\theta$ (Graus)	d (Å) ( $n \cdot \lambda / 2 \sin \theta$ )
Vermiculita <i>in natura</i>	001	6,120	14,44
Vermiculita expandida	001	6,080	14,53

Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Constata-se que mesmo após submetida ao tratamento térmico, a estrutura da vermiculita expandida ainda mantém a cristalinidade, com valores referentes a distância interplanar e ângulo de Bragg próximos aos da amostra de vermiculita *in natura*.

Outros picos foram notados após o primeiro pico característico, sendo de baixas intensidades de unidade de área em:  $2\theta = 12,10$ ;  $17,86$ ;  $24,78$  e  $31,08$ , para vermiculita *in natura*, e respectivamente,  $2\theta = 12,06$ ;  $18,12$ ;  $24,34$ ;  $30,38$  para a vermiculita expandida, o que pode levantar a hipótese sobre a existência de traços de minérios, aglutinados na forma de impurezas, ou mesmo, oscilações geradas pelo próprio equipamento durante o procedimento.

Observa-se que os resultados estão mais próximos aos de referência expostos na ficha catalográfica, que os descritos por outros trabalhos, cujos autores caracterizaram vermiculitas naturais extraída no estado da Paraíba, ao exemplo de Silva Jr. (2001), onde o pico característico em  $2\theta$  foi  $6,59$ , com uma distância interplanar de  $13,40 \text{ \AA}$ , além de dois picos de baixa intensidade em  $2\theta$ , de  $18,81$  e  $21,52$ . Esse autor relata também a existência de mais picos menores em  $2\theta$ , de  $25,05$ , além de  $7,48$  e  $31,37$ , que representam pequenas quantidades de impurezas de quartzo e de sepiolita, respectivamente. Nesse estudo, ficou comprovado a diminuição do espaçamento basal, em relação a vermiculita expandida, pois a água liga-se mais fracamente que as hidroxilas ao íon  $\text{Mg}^{2+}$ .

No trabalho de Oliveira (2008), o primeiro pico característico correspondente a  $2\theta$  foi  $6,28^\circ$ , equivalente a uma distância interlamelar de  $14,06 \text{ \AA}$ ; os demais picos foram característicos da vermiculita. Vermiculitas estudadas por Silva e Valdiviezo (2009), apresentam picos nas seguintes posições:  $2\theta = 5,99$  ( $14,70 \text{ \AA}$ ),  $2\theta = 18,41$

(4,82 Å),  $2\theta = 24,82$  (3,62 Å), e  $2\theta = 37,56$  (2,39 Å), que se referem a vermiculita na sua forma isolada, e outros picos nas posições:  $2\theta = 6,90$  (12,98 Å),  $2\theta = 30,97$  (2,89 Å), e  $2\theta = 60,11$  (1,53 Å), os quais podem ser definidos com a presença de biotita ou a interstratificação de vermiculita com biotita.

No estudo comparativo de organovermiculitas utilizando vermiculita natural e expandida, descrito por Silva *et al.* (2012), a vermiculita natural apresentou picos característicos com distância interplanar de 14,46 Å, ou seja, semelhante ao presente trabalho. Já a vermiculita expandida, apresentou distância interplanar de 14,33 Å, onde esses autores ressaltam que após o aquecimento, o mineral vermiculita sofre um colapso na distância interplanar basal devido a saída de moléculas de água adsorvidas anteriormente. Porém em algumas vermiculitas não ocorrem esse colapso completamente, isto se deve a presença de alguns complexos no espaço interlamelar que não são retirados completamente e após o aquecimento não ocorre a diminuição da distância interlamelar, como é o caso da distância aferida de 14,53 Å do presente trabalho.

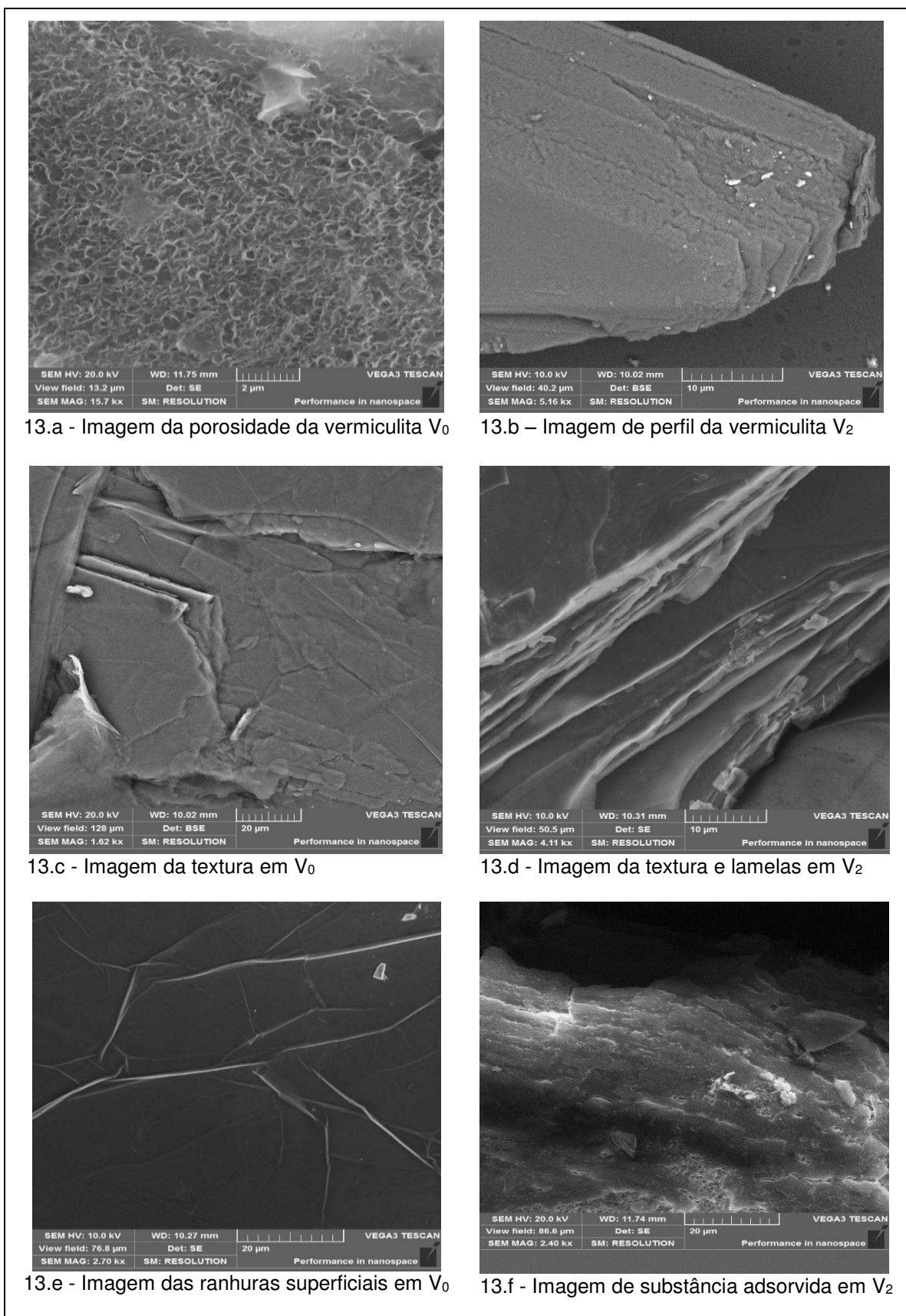
Os resultados para o primeiro pico característico, são matematicamente iguais com os de Barros *et al.* (2016), que caracterizou amostra de vermiculita originada do estado de Goiás, onde o pico característico do ângulo de difração ( $2\theta$ ) é  $6,12^\circ$ , correspondente a espaçamentos interplanares de 14,44 Å, respaldando que a amostra é constituída predominantemente por mineral vermiculita, conforme mencionado em Bergaya e Lagaly (2013) - Handbook of Clay Science.

### 2.2.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para a sondagem intrínseca da morfologia e textura relativa aos grãos das vermiculitas expandidas, com a matriz usada em  $V_0$  (peneirada) e também após processo de ativação, foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura, cujo artifício é a ampliação das imagens, conforme a Figura 13.

A comparação foi realizada com os grãos oriundo da limpeza inorgânica ( $V_2$ ), pois apresentaram os maiores valores em relação ao desempenho da remoção (discutidos a diante), cuja textura e morfologia são similares as demais amostras que passaram por processo de limpeza/ativação.

## Figura 13 – Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

A estrutura lamelar da vermiculita exhibe forma compacta, cujo arranjo espacial demonstra que as folhas estão dispostas em blocos de camadas sobrepostas, o que realmente é típico do material pertencente aos argilominerais, classificado como filossilicato.

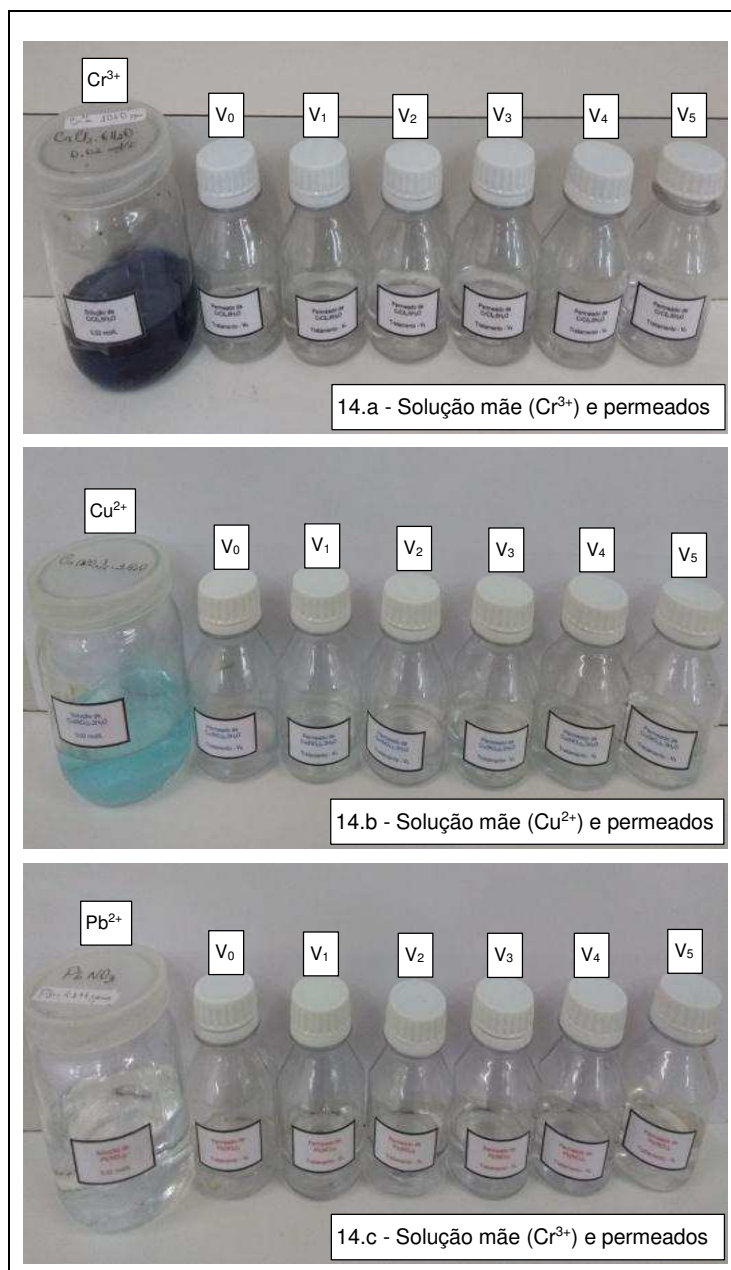
Observou-se em **13.a** e **13.b**, a presença de superfície porosa existentes em sólidos com alta área superficial, semelhante às micas, evidenciando a disposição para processos adsorptivos. Com o aumento da visualização referente às lamelas em **13.c** e **13.d**, verifica-se a formação de pacotes de folhas paralelas com a existência de espaços vazios, disponíveis para a coexistência de agregados durante fisissorção e quimissorção.

Após um maior efeito de aproximação das imagens, detecta-se a presença de ranhuras em todas as superfícies dos materiais estudados, conforme aparece em **13.e**. Fica discernido que não há alteração na morfologia referente a parte estrutural da vermiculita com os tratamentos de ativação, todavia, observa-se em **13.f** a presença de compostos adsorvidos por fisissorção, na superfície da vermiculita após o tratamento de modificação com a limpeza inorgânica ( $P_2$ ); no entanto, é importante lembrar que esse processo é reversível, podendo o aglomerado de partículas ser removido, ou mesmo ser permutado por outros íons com afinidade química semelhantes.

As estruturas retratadas são semelhante as analisadas por Avelino (2009), onde no estudo supracitado, se estabelecia a comparação de vermiculitas passadas por tratamentos organofuncionais com a vermiculita precursora natural, diante do qual, foi observado que o empilhamento de placas lamelares era mantido.

### **2.2.2 Análises com os líquidos permeados após adsorção nos testes de bancada**

Todas as amostras das soluções ensaiados no processo de adsorção e troca iônica foram avaliados, por meio de análises de espectroscopias por absorção atômica e análises físico-químicas, iniciando com as soluções sintéticas precursoras, denominadas de soluções mães, e em seguida, seus permeados após tratamentos específicos, conforme dispostos Figura 14.

Figura 14 – Imagens dos permeados de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ 

Fonte: SILVA, H.C.; LABDES, 2018.

Para os sais de cromo (III) e de cobre (II), eram sensorialmente perceptíveis as mudanças ocorridas nos permeados em relação às soluções iniciais (precursoras), principalmente no tocante ao aspecto visual da coloração. Entretanto, essa observação não ocorreu com os permeados de chumbo (II), já que sua solução, embora saturada, tem caráter translúcido, portanto, somente podem esboçar resultados significativos quando aferidos por meio dos procedimentos experimentais adequados.

### 2.2.2.1 Espectroscopia por Absorção Atômica (EAA)

Como a unidade usada na superfície de resposta do equipamento de EAA, é expressa em partes por milhão, é conveniente estabelecer a conversão da unidade das soluções precursoras dos adsorbatos, preparadas a  $2,5 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , a qual corresponde respectivamente, a  $6662,5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de cloreto de cromo, sendo  $1300,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  dos íons  $\text{Cr}^{3+}$ ;  $6037,5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de nitrato de cobre, para  $1587,5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  dos íons  $\text{Cu}^{2+}$ ; e  $8280,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de nitrato de chumbo, perfazendo  $5180 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  dos íons  $\text{Pb}^{2+}$ .

Com os procedimentos de leitura e repetições pelo espectrômetro, observou-se que não houve diferença significativa ao nível de 5,0% de significância, entre o valor calculado das soluções preparadas e suas consequentes absorbâncias detectadas, para os cátions de  $\text{Cr}^{3+}$  com  $1249,61 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  e de  $\text{Cu}^{2+}$  com  $1628,74 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ; no entanto, houve uma pequena divergência em relação aos cátions detectáveis de  $\text{Pb}^{2+}$ , cujo valor da média ficou em  $4533,40 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ . Essa diferença entre o esperado (calculado) e o obtido para o metal chumbo é atribuída em função de um possível menor grau de pureza do sal inorgânico, ou ainda, ha uma possível anomalia durante a preparação e diluição da solução.

Os valores tomados como referência para a pesquisa são os gerados pelo *software* do equipamento de absorção atômica, pois têm mais lastro tecnológico frente as espécies existentes no fluido que são detectadas pelo espectro de emissão de ondas.

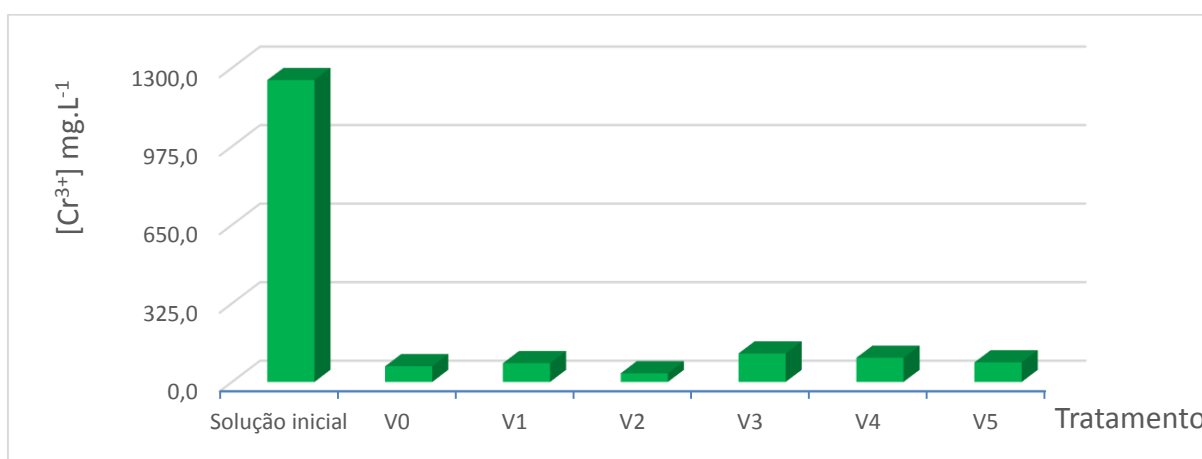
É importante citar que as soluções descritas representam quantitativamente, valores superiores a outros trabalhos da área, os quais podemos citar as pesquisas de Silva (2011), cuja faixa de concentração foi entre  $20,0$  e  $1.000,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de  $\text{Pb}^{2+}$ , e Hashem, *et al.* (2015), com soluções de metal pesado de  $\text{Pb}^{2+}$  e  $\text{Cd}^{2+}$  ( $100,0$ ;  $500,0$ ;  $1.000,0$  e  $3.000,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ) na remoção de efluentes sintéticos. E ainda maiores que França e Arruda (2006), com  $200,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de  $\text{Cu}^{2+}$ , Badawy *et al.* (2010),  $180,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cr}^{3+}$ ; além de Kebabi (2017) com  $300,0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$  de cátions tóxicos a serem removidos de soluções sintéticas.

Esperava-se que ao realizar tratamentos de ativação na vermiculita, houvesse sempre maior facilidade na troca dos cátions durante o processo de adsorção, pois conforme citado na literatura, diferentes trabalhos sugerem que a limpeza do material seguido de ativação favorece o fenômeno adsortivo e de troca iônica na vermiculita.



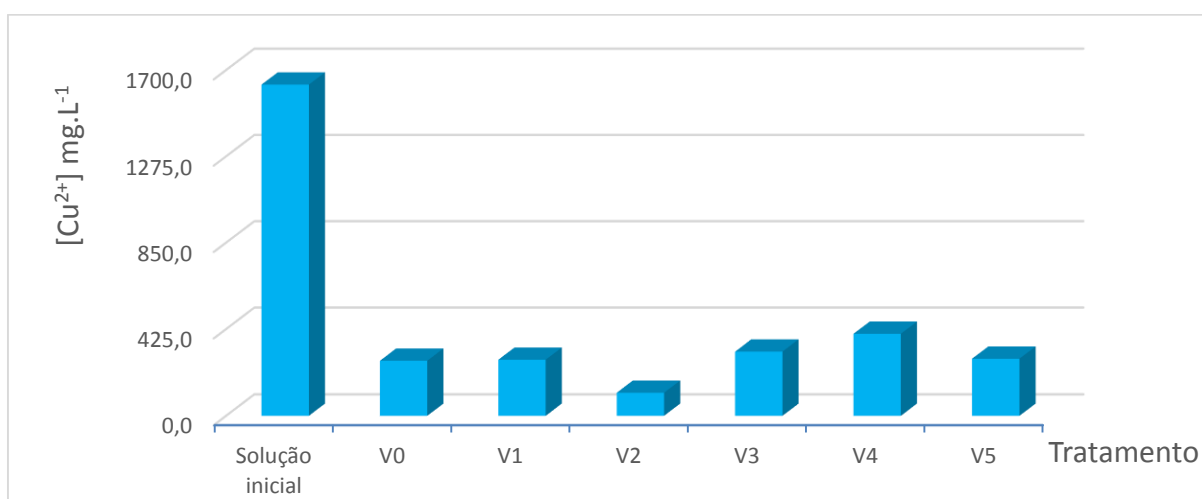
Realmente em todos os permeados dos sais, o maior teor de extração foi nas alíquotas do tratamento V<sub>2</sub>, o qual foi realizado a limpeza/ativação inorgânica com solução saturada de NaCl, porém, as amostras de vermiculita V<sub>0</sub> (apenas peneirada), tiveram os segundos melhores valores absolutos; ou seja, em todos os casos V<sub>0</sub> foi maior, ou mesmo não apresentou diferenças estatísticas aos demais tratamentos de ativação. Os resultados estão dispostos nas Figuras 15, 16 e 17.

**Figura 15 – Análises de EAA para íons de Cr<sup>3+</sup>**

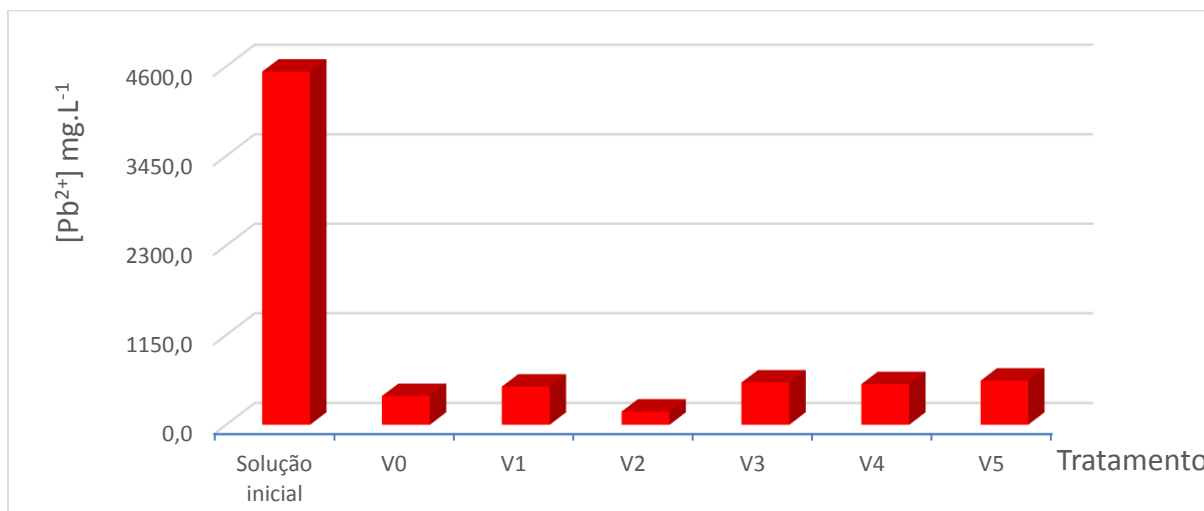


Fonte: SILVA, H. C., 2018.

**Figura 16 – Análises de EAA para íons de Cu<sup>2+</sup>**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 17 – Análises de EAA para íons de  $Pb^{2+}$ 

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Com o experimento de adsorção e troca iônica, foi possível reduzir a concentração de  $Cr^{3+}$  no sal, de  $1.249,61 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para  $36,15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; obtendo a maior eficiência em V<sub>2</sub>. Esse fato foi verificado também nos sais de  $Cu^{2+}$ , havendo remoção de  $1.628,74 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para  $113,07 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; enquanto que, a redução máxima nos sais de  $Pb^{2+}$  foi de  $4533,40 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  a  $168,54 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para o mesmo tratamento V<sub>2</sub>.

Com a elucidação desses dados, constata-se que o uso da vermiculita expandida para a remoção dos três cátions de soluções sintéticas, nas quantidades descritas, foram sistematicamente:  $Cr^{3+} > Pb^{2+} > Cu^{2+}$ , como se observa na Tabela 8.

Tabela 8 - Eficiência da remoção nos permeados salinos em função dos tratamentos

Tratamento	Eficiência (%) do processo		
	$Cr^{3+}$	$Cu^{2+}$	$Pb^{2+}$
V <sub>0</sub>	94,78	83,42	91,89
V <sub>1</sub>	93,76	83,13	89,22
V <sub>2</sub>	97,11	93,06	96,28
V <sub>3</sub>	90,54	80,68	88,07
V <sub>4</sub>	91,97	75,32	88,53
V <sub>5</sub>	93,51	82,83	87,53

Fonte: SILVA, H. C., 2018.



Entretanto, é de suma importância enfatizar, que quando se avalia a quantidade cátion metálico removida por grama de adsorvente (vermiculita), obtém-se:  $Pb^{2+} > Cu^{2+} > Cr^{3+}$ . Esse fato ocorreu com os permeados em todos os tratamentos. Portanto, é possível deduzir que, quanto maior as concentrações iniciais, maior também a adsorção por “grama de vermiculita”, o que pode ser explicado pelo aumento na força motriz: quanto maior o gradiente de concentração dos cátions, maior a probabilidade desses íons atingirem os sítios ativos da vermiculita. Fato semelhante foi também observado no trabalho de França e Arruda (2006).

Apesar de alto percentual de eficiência nos processos, em nenhum dos resultados dessa etapa, foi atingido o limite máximo permissível pela legislação, conforme a resolução do CONAMA (2011), cujos padrões para lançamento de efluentes são de:  $1,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $1,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , e  $0,5\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , respectivamente, para sais contendo  $Cr^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$  e  $Pb^{2+}$ .

A redução dos contaminantes aos níveis permissíveis pela legislação vigente, não era objetivo nessa fase operacional, onde se almejava primordialmente investigar o comportamento dos permeados frente a vermiculita expandida e seus tratamentos. Outrossim, até poderia ser reduzido para essas concentrações diminutas à luz dos efluentes, caso fosse realizado algum pré-tratamento com os adsorbatos devido as altas concentrações iniciais.

Em trabalhos da área dispostos na literatura, enfatiza-se o de França e Arruda (2006), que investigou a adsorção de íons  $Cu^{2+}$  em vermiculita expandida dos estados da Paraíba e Goiás, ativada com solução de  $1,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de NaCl e também sem ativação. Nos resultados preliminares, onde foram utilizadas 5,0 e 10,0 gramas de vermiculita em 1,0 L de uma solução de  $200,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de cobre a temperatura ambiente, mantida sob agitação controlada e constante durante 120 minutos; a eficiência de adsorção desse metal foi da ordem de 50,0% para vermiculita natural e 65,0% para a ativada. Em outras etapas do trabalho, com amostras de 100,0 mL em béqueres, as maiores eficiência alcançadas foram na faixa de 80,0 a 90,0 % para as maiores concentrações, próximas a  $400,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Todavia, a eficiência tornava a diminuir entre concentrações menores de  $25,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  a  $100,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Os autores, França e Arruda (2006), citam ainda, que a capacidade de saturação é de  $30,0\text{mg}\text{ Cu}^{2+}$  para cada 1,0 g de vermiculita ativada. Com efeito comparativo, na atual pesquisa, foram usadas as proporções de  $13,03\text{mg}$  de  $Cu^{2+}$

para cada 1,0 g de vermiculita, e nos demais experimentos, foram de 10,00 mg e de 36,27 mg, respectivamente, de  $\text{Cr}^{3+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  por grama de vermiculita, situação que proporciona uma maior quantidade de sítios e poros na superfície do argilomineral para atrair e permutar cátions com os metais contaminantes.

Em relação ao chumbo, embora nossas soluções consistirem em maiores concentrações, ainda apresentaram valores próximos ou até melhores, que os encontrados no trabalho de Silva *et al.* (2011), com remoção de íons  $\text{Pb}^{2+}$  de efluentes sintéticos através de adsorção em vermiculita revestida com quitosana; onde soluções contaminadas foram usadas na faixa de 20,0 a 1.000,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  com percentual de 79,07% a 92,65%, em temperaturas 30°C; e percentual de 80,11 a 94,58% quando submetidas a 40°C. Já a vermiculita expandida, mas sem tratamento, apresentou média de adsorção foi de 72,12% submetida a 30°C e de 77,40% a 40°C.

Em pesquisa com vermiculita como permutador para íons de  $\text{Cr}^{3+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$ , Badawy *et al.* (2010), estudaram a sorção dos sais metálicos por vermiculita, em função das suas concentrações. As soluções aquosas foram mantidas sob agitação em temperatura de 25°C durante 24 h, variando as concentrações iniciais de íons metálicos de 10,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  a 180,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , mantendo todos os outros parâmetros constantes, e utilizando adsorvente de 2,5  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Os valores obtidos foram próximos a 98,0% com 10,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , diminuído continuamente até 20,0% com 180,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Portanto, foi necessário diminuir a concentração do adsorbato, para melhorar a eficiência da remoção.

É imprescindível mencionar, que as proporções dos sais usados para investigação nesta etapa da pesquisa (tese), em comparações estequiométricas com as referências citadas, convergiram para resultados mais expressivos, em face da eficiência, quando observada a relação da massa do adsorvente *versus* concentração dos metais estudados.

Buscando unir praticidade e economia, atreladas a diminuição de usos de mais produtos químicos secundários que geram, consecutivamente, mais resíduos, estabelecemos nesse contexto, que todos os experimentos posteriores para este estudo, quando usados em maior escala, sejam procedidos com a vermiculita expandida denominada de  $V_0$ . Dessa forma, as matrizes de vermiculita usadas em maior escala, passarão apenas por processo de tamisação, para uniformização dos

grãos, sem demandar produtos químicos para ativação, nem tampouco ser necessário disponibilidade de tempo para secagem da massa.

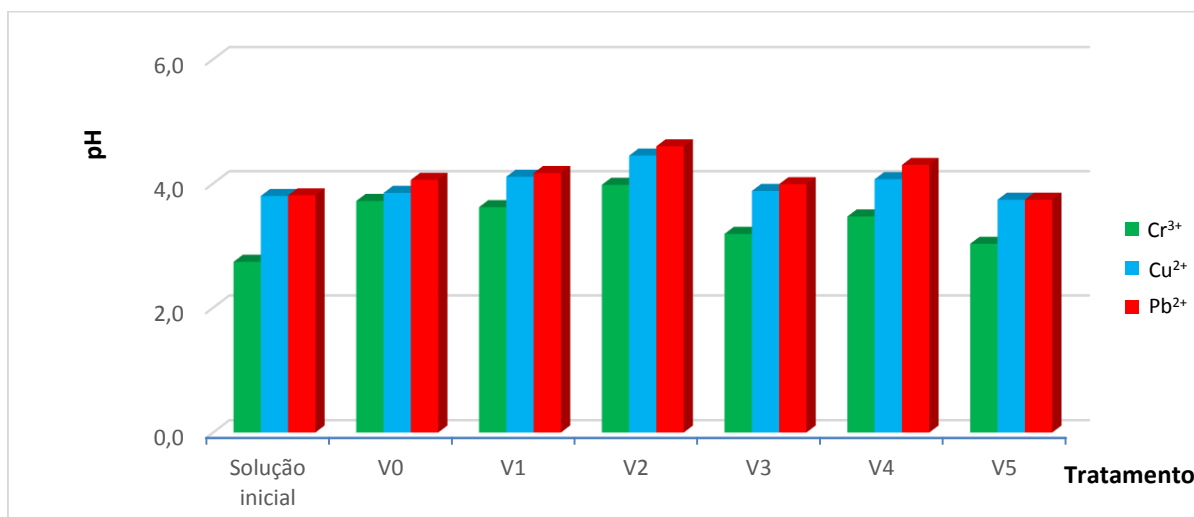
### 2.2.2.2 Análises físico-químicas

Ocorreram pequenas variações de pH entre as soluções concentradas iniciais (precursoras) e seus permeados respectivos, oriundos dos processos adsorptivos e trocas iônicas, continuando com caráter ácido, como ilustra a Figura 18.

Tanto nas soluções precursoras, como em todos os permeados, os sais contendo  $\text{Cr}^{3+}$  tiveram sempre menores pH, enquanto que os sais contendo  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , não apresentaram diferenças estatísticas entre si ao nível de 5,0% de significância, para os sobrenadantes derivados dos processo de ativação e principalmente entre as soluções precursoras.

Por conseguinte, a literatura apresenta que o argilomineral vermiculita, tem melhor desempenho, quando a adsorção e troca iônica são processadas em meios neutros e principalmente meios alcalinos.

**Figura 18 – Variação do pH em função dos tratamentos.**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Em estudo realizado por Pedro e Melamed (2002), utilizando vermiculita para retenção de  $\text{Cu}^{2+}$ , foi notado que a otimização da retenção desse íon metálico ocorre acima do pH da espécie hidrolisada ( $\text{pH}=7,3$ ). Os autores concluíram que o

decréscimo natural do pH de equilíbrio do sistema é fator determinante na diminuição do poder de retenção do  $\text{Cu}^{2+}$  na vermiculita e nos demais minerais estudados.

Fato semelhante foi comprovado por Oliveira (2008), que estudou isotermas por troca iônica de  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  e  $\text{Zn}^{2+}$  com vermiculita; cuja variação de pH aplicada foi na escala de 0,5 a 9,0; sendo o meio alcalino com valor máximo (pH=9,0) onde eram encontradas as maiores adsorções de cátions por grama de vermiculita, havendo linearização em alguns casos e variações inconstantes em outros, em pH de 0,5 até 5,5, com ascendência acima de 5,5 até 9,0.

Em suma, destaca-se que o aumento de pH favorece os processos de troca iônica contendo íons metálicos, no qual, a espécie dominante é o cátion livre com presença de íons ou complexos hidroxos e em alguns casos com formação de hidróxido solúvel. Em pH baixos, como os observados nessa pesquisa, ocorre uma maior presença de íons hidrônio, que também competem pelos sítios na permuta iônica.

Portanto, a eficiência do processo proposto, poderia ser ainda maior, se houvesse a limpeza alcalina para ativação, ou mesmo adicionadas compostos suporte para a vermiculita com caráter básico, objetivando o aumento de pH das soluções, desde que, não fosse introduzido complexos que competissem com os cátions metálicos pelos sítios ativos na vermiculita.

Ainda relativo ao pH, todos os permeados produzidos no trabalho devem ser tratados previamente, mediante a um possível lançamento em redes coletoras ou em corpos hídricos, pois eles apresentam valores abaixo do limite mínimo permissível pela legislação vigente, cuja margem obedecida é entre 5,0 e 9,0.

Há uma carência de dados na literatura para os parâmetros de turbidez, condutividade elétrica e cor; relativos a utilização de vermiculita como meio adsorvente. Todavia, esses critérios foram estudados para auxiliarem na caracterização do processo, cujos dados, quando coletados preliminarmente, podem diminuir os custos, em casos mais acentuados, no tocante às análises mais específicas como as de espectroscopias por absorção atômica.

Em relação a esses três parâmetros, à luz da resolução nº 430 do CONAMA (2011), que complementa e altera a resolução nº 357/2005, observa-se que no tocante ao que dispõe sobre padrões e condições para lançamento de efluentes líquidos gerados por fontes poluidoras e efluentes não sanitários, somente poderão

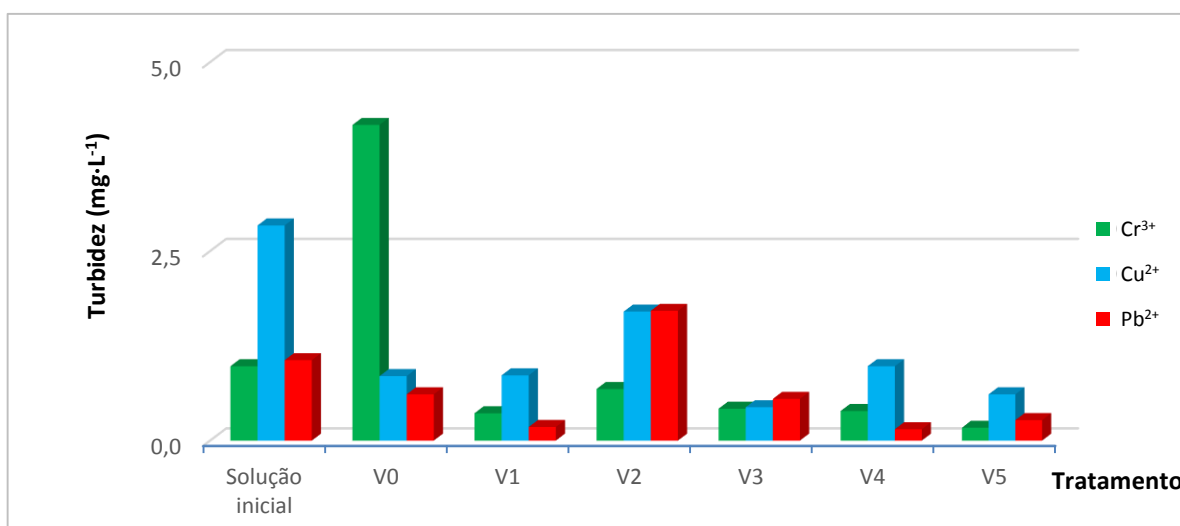
ser lançados diretamente no corpo hídrico, desde que obedecemos seguintes condições e padrões:

- ▶ Sólidos suspensos totais (turbidez): até  $100,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ;
- ▶ Cor aparente: presença de corantes e pigmentos virtualmente ausentes;

A turbidez é um termo aplicado à matéria suspensa de qualquer natureza presente na água. Essa é uma característica devido à presença de partículas suspensas na água com tamanho variado desde suspensões grosseiras até os coloides, dependendo do grau de turbulência.

Os resultados para o critério de turbidez nos permeados decantados, foram satisfatórios em todos os tratamentos, ficando bem abaixo do permitido para lançamento de efluentes de fontes poluidoras, conforme exposto na Figura 19.

**Figura 19 – Variação da turbidez em função dos tratamentos**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

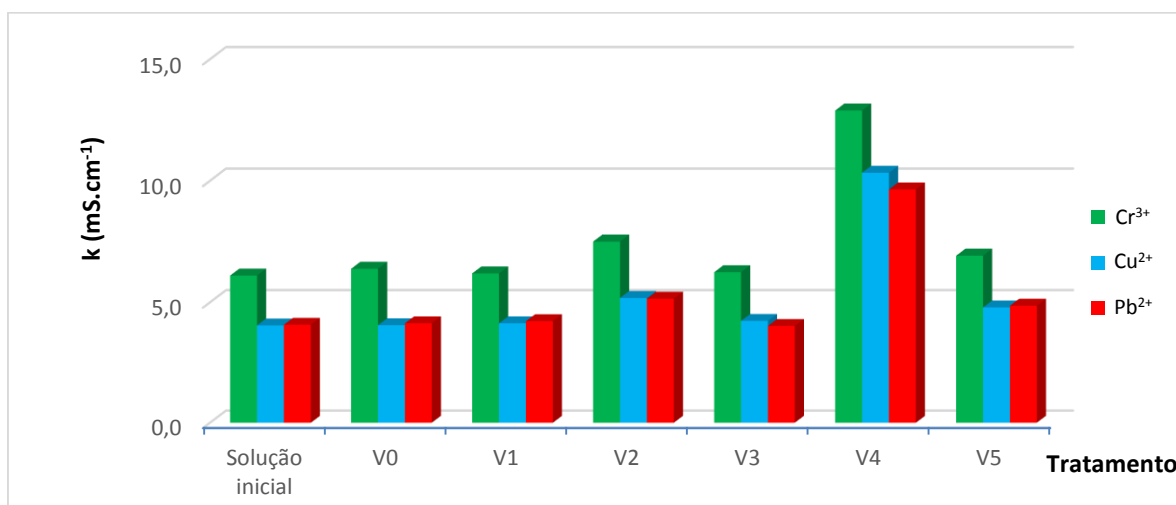
É importante ressaltar, que os dados obtidos, conseguem, inclusive, ficar dentro dos parâmetros de potabilidade de “água tratada”, com fulcro na portaria nº 2.914/2011 do Ministério da Saúde, que estabelece os procedimentos e as responsabilidades relativas ao controle e à vigilância da qualidade da água para o consumo humano e seu padrão de potabilidade, onde a normativa infere turbidez até  $5,0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Em relação as condutividades elétricas demonstrado na Figura 20, observa-se que são estatisticamente semelhantes entre cada cátion da solução precursora com seus derivados, respectivamente, em V<sub>0</sub>, V<sub>1</sub> e V<sub>3</sub>. Outra característica peculiar é que

em todas as soluções, com exceção do tratamento V<sub>4</sub>, os valores obtidos para o cobre e chumbo não apresentam diferenças significativas ao nível de 5,0% de variância.

A condutividade elétrica não tem limites estabelecidos na legislação, mas em comparação com águas salobras com valores próximos de 1.500,0  $\mu\text{S}$ . Destaca-se que a condução de eletrólitos permaneceu alta, com valores entre 4,0 mS e 12,5 mS, devido ao teor inicial de cada metal ser bastante elevado.

**Figura 20 – Variação da condutividade elétrica em função dos tratamentos.**

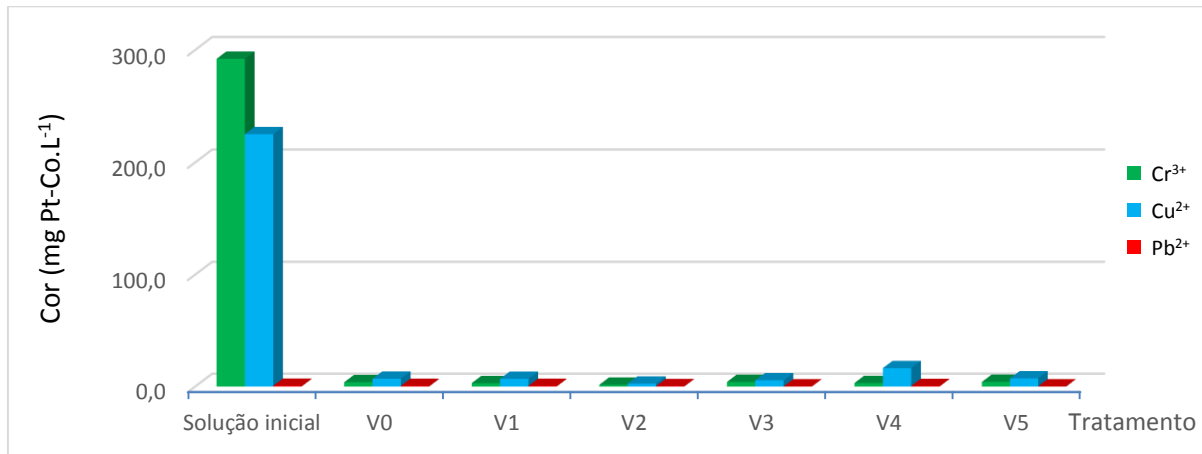


Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Os valores gerados no permeado de V<sub>4</sub>, praticamente dobraram em relação aos demais. A hipótese para este fenômeno, é que a lavagem com água destilada após o tratamento com ácido acético e cloreto de sódio, não tenha ocorrido de forma eficaz.

A explicação para os altos valores encontrados em todos os permeados, é que já havia alta presença de cátions metálicos nas soluções iniciais. Se supõe que durante os mecanismos de trocas iônicas, parte desses cátions bi e trivalentes, foram permutados com outros cátions, ainda mais solúveis, que outrora estavam presentes da vermiculita, ficando em seguida, dispersos/dissolvidos na solução sobrenadante.

A presença de substâncias dissolvidas ou em suspensão, dependendo da quantidade e da natureza do material presente pode contribuir com a cor do meio. Com aspecto visual, designado pelo parâmetro de cor das soluções (principalmente de Cr<sup>3+</sup> e Cu<sup>2+</sup>), ficou discernido, pelo exposto na Figura 21, que haveria grande teor de extração dos íons poluentes pela técnica adsortiva usada, necessitando, pois, de comprovação quantitativa para o embasamento.

**Figura 21 – Variação da cor em função dos tratamentos.**

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

No contexto geral, percebe-se que os valores das soluções sintéticas precursoras estavam elevadas, comparadas realmente a efluentes industriais que muitas vezes são descartados de forma desordenada.

Cita-se nesse contexto, Mella (2013), que buscando a redução de cromo em banhos residuais; caracterizou o efluente bruto do banho de curtimento, o qual apresentou os seguintes valores: cromo total = 2.000,0 mg·L<sup>-1</sup>; pH = 4,07; condutividade elétrica = 71,91 mS; turbidez = 14,56 mg·L<sup>-1</sup>. A recuperação foi possível devido a tratamentos preliminares e com a precipitação química, havendo adição de hidróxido de sódio, seguida de eletrocoagulação. Os melhores resultados referentes a eficiência do processo foram com pH acima de 8,5; além disso, houve a formação de hidróxidos de cromo na faixa de pH de 8,0 a 11,0.

A alta concentração de sais presentes em efluentes da indústria têxtil, é muito comum para melhor fixação dos corantes nos tecidos. Nesses sais, há a presença de altos valores de cátions metálicos tóxicos (ou pesados), como cobre, cromo, chumbo, cádmio, níquel e zinco, dentre outros.

Os parâmetros físico-químicos podem ser comparados ainda com os de Chagas (2009), que caracterizou efluentes têxteis de indústrias do agreste Pernambucano, ao qual cita-se os seguintes parâmetros e valores detectados: pH de 4,94 a 9,44; turbidez de 16 a 807 mg·L<sup>-1</sup>; e cor de 101 a 902 mg Pt-Co·L<sup>-1</sup>. Gusmão (2014), encontrou valores com médias de 7,8 para pH, e de 4.996,0 mS para condutividade elétrica, em efluentes da indústria têxtil no estado de Minas Gerais.

### 2.3. Conclusões

O material argiloso foi caracterizado como vermiculita, por meio de análise com raio-X. O pico característico de  $2\theta$ , corresponde ao ângulo de Bragg de  $6,120^\circ$  com intensidade de 1.620,0 de unidade de área (u.a.) e uma distância interlamelar de 14,44 Å, ficou evidenciado para a vermiculita *in natura*, enquanto que para a vermiculita expandida foi de  $2\theta = 6,080^\circ$  com intensidade de 1.372,0 u.a. e distância interlamelar de 14,53 Å. Dessa forma, há singularidade entre a vermiculita expandida e a vermiculita *in natura*, com grau elevado de cristalinidade, comparado com a ficha catalográfica dos minerais sob número de 77-0022, cujo pico característico do mineral vermiculita é  $6,157^\circ$  em  $2\theta$ .

Esses dados indicam que a estrutura não foi modificada, apenas aumentou os espaços vazios, deixadas pela saída de água da matriz durante a esfoliação, resultando num material adequado para processos envolvendo adsorção e troca iônica.

Constatou-se que a vermiculita comercial utilizada, apresentou estrutura peculiar aos argilominerais, com lamelas compactas e organizadas em camadas sobrepostas. A morfologia não foi alterada com os tratamentos de limpeza e ativação, cuja estrutura dos grãos exibiu ranhuras nas superfícies, com espaços vazios entre as folhas paralelas, necessários durante os processos de fisissorção e quimissorção.

A expansão térmica proporcionou uma variação de 7 a 20 vezes, em relação ao seu volume original, na direção perpendicular à clivagem dos planos, quando comparado tamanho da vermiculita expandida com a vermiculita crua.

Nos testes de bancada realizados, observou-se uma remoção dos cátions metálicos tóxicos, presentes nas soluções; cujos valores, indicam eficiência no processo adsorptivo e de troca iônica entre 90,54 a 97,11% para o  $\text{Cr}^{3+}$ , 75,32 a 93,06% para o  $\text{Cu}^{2+}$ , e de 87,53 a 96,28% para o  $\text{Pb}^{2+}$ . As remoções mais eficientes foram evidenciadas com  $V_2$  (tratamento inorgânico), ficando  $V_0$  (sem ativação) logo em seguida com resultados superiores aos demais tratamentos. A ordem de remoção do cátion metálico por grama de vermiculita, foi:  $\text{Pb}^{2+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Cr}^{3+}$ .

Relativo aos parâmetros físico-químicos analisados, constatou-se uma redução significativa para o parâmetro cor, relativo ao cromo e o cobre, fato que está diretamente ligado a existência de cátions metálicos de transição dispersos no meio. Indutivamente, afirma-se que houve permuta com íons dispostos na matriz argilosa.



O pH teve um leve aumento, devido ao caráter neutro da vermiculita, em contraponto às altas concentrações salinas de caráter ácido, onde a eficiência de cada processo, poderia ser ainda maior, caso o pH das soluções salinas estivessem com caráter alcalino ou mesmo neutro. A turbidez, não apresentou linearização homogênea durante o processo, devido a possíveis cisalhamentos de grãos durante a agitação do meio. A condutividade elétrica, manteve-se sem maiores variações, pois a medida que o adsorbato perdia um cátion para a vermiculita, concomitantemente, recebia outro(s) cátion(s) no processo de permuta.

O processo adsorptivo proposto, coloca-se como uma forte alternativa de tratamento de efluentes poluídos com cátions tóxicos, comparado aos processos tradicionais, como precipitação química, eletrodeposição e separação por membranas, em função dos altos índices de remoção obtidos, além de ser capaz de apresentar menor custo operacional por unidade, devido a matriz vermiculita.

---

---

## **CAPÍTULO III**

### **Desenvolvimento de protótipo para o meio reacional**

---

---

### **3.1 Materiais e Métodos**

Após comprovação experimental, por meio dos testes de bancada, que a vermiculita se comportava como um material de elevado desempenho no tocante seletividade, quanto à remoção de cátions salinos tóxicos; foi iniciada a investigação para a elaboração de um sistema de filtração, cujo reator, ou conjunto deles, pudesse(m) operar com volumes reais para o atendimento de demandas, que precisem tratar antes de descartar volumes próximos a 200,0 L de rejeito, contendo metais tóxicos em concentrações elevadas, apresentando valores de equilíbrio com cerca de cem vezes acima dos limites permissíveis pelas normativas vigentes.

O objetivo na seção do presente trabalho, que compreendeu o período de 20 meses, foi o planejamento, construção, instrumentação e validação de uma unidade para a filtração de compostos salinos sintéticos, com analogia a efluentes industriais; onde o fluido deve percolar leitos de vermiculita expandida, realizando processos adsortivos e de troca iônica, que permitam a minimização da concentração no permeado gerado.

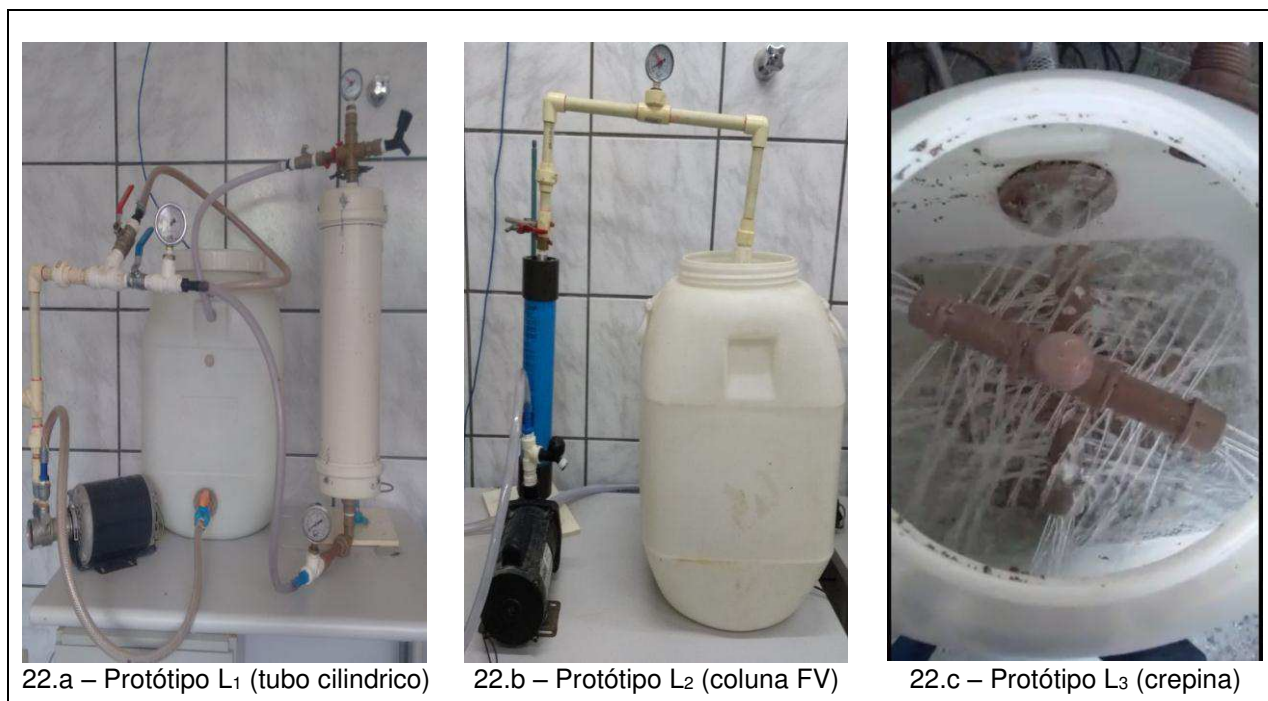
Todas os procedimentos experimentais foram realizados no laboratório de referência em dessalinização - LABDES, do Departamento de Engenharia Química, da Universidade Federal de Campina Grande – Campus I.

#### **3.1.1 Desenvolvimento dos protótipos alternativos preliminares**

Três protótipos foram inicialmente desenvolvidos para percolação supracitada, os quais foram testados para o fluido de água tratada pela companhia de operação e distribuição local, juntamente com soluções contendo corantes comestíveis, em leitos de vermiculita expandida com granulometria média (VM). Tais sistemas não tiveram êxitos para a finalidade do projeto.

Os protótipos estão dispostos na Figura 22, e em seguida são realizadas breves descrições sobre os equipamentos e funcionamento dos sistemas operacionais.

**Figura 22 - Representações dos protótipos desenvolvidos para percolação do fluido em leitos de vermiculita - VM**



Fonte: SILVA, H. C.; LABDES, 2018.

- **Protótipo LD<sub>1</sub>:** O primeiro sistema desenvolvido no LABDES era composto com um tubo cilíndrico de 15,0cm de diâmetro e 56,5cm de comprimento provenientes de policloreto de vinila (pvc). O sistema possuía três manômetros para o controle das pressões nas fases do processo. O líquido concentrado entrava na coluna vertical pela parte inferior e o permeado tinha como saída a área limítrofe à borda (superior). A parte superior era fechada com adaptação compatível, carregados por *o'ring*, onde 4 parafusos de aço inoxidável sextavados, davam suporte para a vedação na parte superior e 3 parafusos semelhantes na parte inferior. Alguns experimentos transcorreram com águas e com traçadores, como solução saturada de NaCl e corantes. A força motriz era gerada por uma bomba centrífuga de 1,0 HP.
- **Protótipo LD<sub>2</sub>:** A principal modificação em relação ao protótipo antecessor, foi a introdução de uma coluna de fibra de vidro (FV), que representa um vaso resistente a pressões elevadas, usado para acomodar membranas em equipamentos de filtração por osmose reversa. O recheio de vermiculita expandida era inserido na coluna, a qual estava conectada na parte inferior com

um tanque de 200,0 L, e após o acionamento da bomba de 1,0 HP, direcionava o permeado para um recipiente com capacidade de 55,0 L, que tinha uma conexão para o reciclo do fluido e outra para a coleta do sobrenadante.

- **Protótipo LD<sub>3</sub>**: Recipiente com capacidade máxima de 55 L, no qual está inserido uma “crepina” (drenos distribuidores para elementos filtrantes), elaborada com tubulações (porções de canos) de 3/4”, fixadas na parte inferior com uma haste central de 70 cm. Essa haste (eixo) apresentava 96 furos distribuídos uniformemente e era cortada perpendicularmente por 5 hastes secundárias (21,5 cm), fixadas em posições diferentes, de forma que nenhuma ficava paralela a outra. Cada haste secundária apresentava um tampão (*cap* soldável de pvc) em cada lado com 6 furos. A primeira e segunda hastes inferiores eram compostas por 66 furos (cada), a terceira e quarta paralelas por 62 furos (cada), e a quinta paralela (superior) possuía 56 furos. Os furos foram feitos com brocas de precisão apresentando 1,0 mm, e eram dispostos em todas as direções da superfície da tubulação. A crepina perfazia um total de 404 orifícios, sendo interligada na parte inferior com o tanque de alimentação (capacidade de 230,0 L) e emitia o fluido sobrenadante pela parte superior, onde havia duas saídas circulares, uma de 3/4” outra e 1,5” ambas com telas de alta resistência com malhas de 5,0 mm. Essas zonas de escape eram conectadas a um recipiente de 55,0 L, que permitia o reciclo com o tanque de alimentação e onde eram coletadas as alíquotas para análises.

### 3.1.2 Desenvolvimento do protótipo final (*SATIFIC*)

A construção definitiva da unidade piloto denomina de “Sistema para Adsorção e Troca Iônica com Filtro e Crepina – *SATIFIC*”, foi dividida nas seguintes etapas:

- ▶ Construção da célula metálica, que compreende a base de sustentação dos sistemas filtrantes, integrando todos os periféricos do protótipo;
- ▶ Adequação de vasos poliméricos oriundas dos recipientes de filtros de piscina na célula metálica, e fixação dos meios reacionais que compõem o sistema para operação em de baixa vazão;

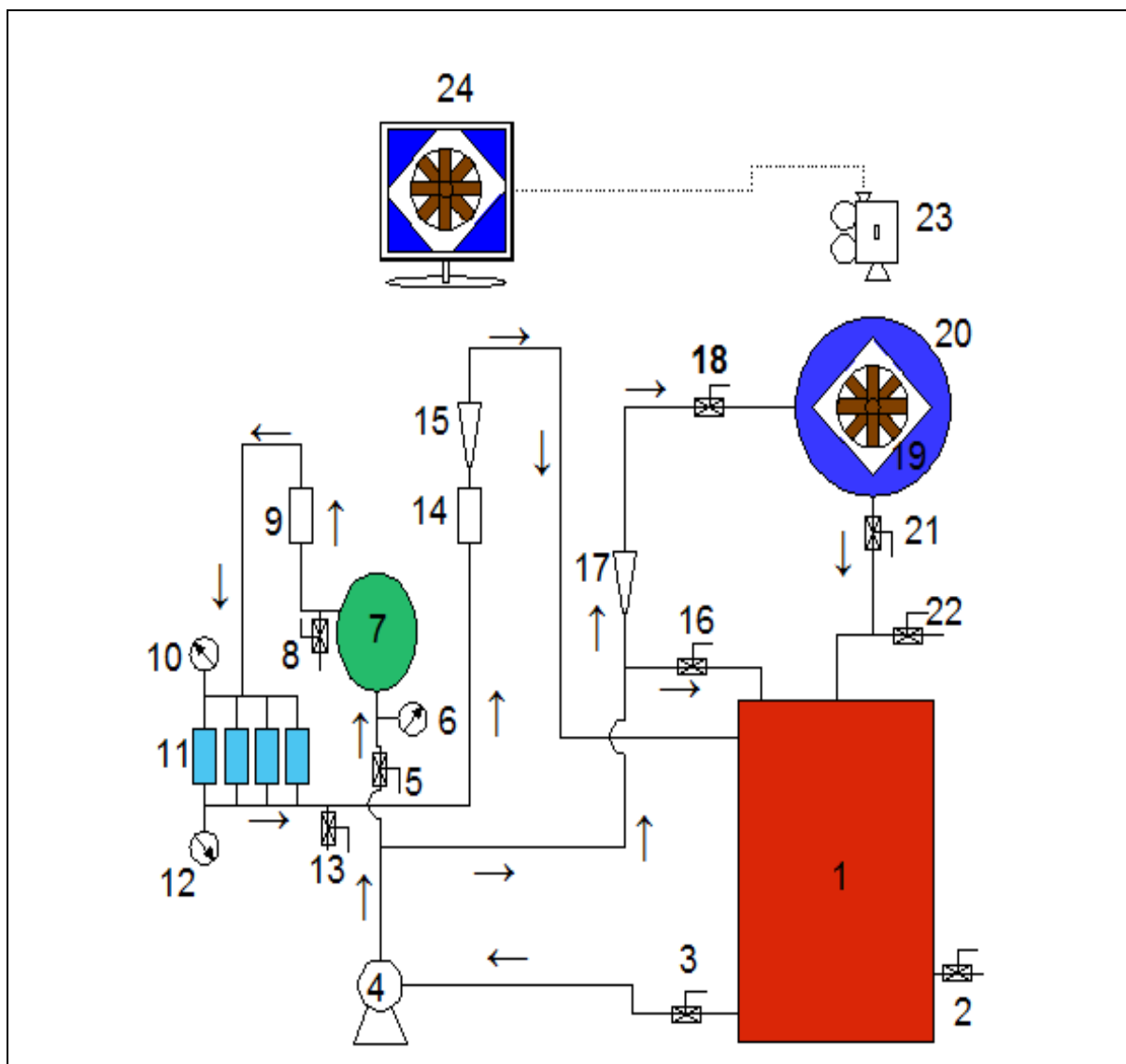
- ▶ Desenvolvimento de uma crepina semelhante a desenvolvida para o protótipo LD<sub>3</sub> (para compor o sistema de maior vazão), no interior de um recipiente com capacidade de 45,0 L, sendo este, adaptado ao interior de outro recipiente com capacidade de 100,0 L.
- ▶ Desenvolvimento e adaptações do sistema de tubulações e demais conexões por onde circula o fluido para atender as especificações de projeto;
- ▶ Instalação de rotâmetros para controlar a vazão do fluido nos sistemas de baixa e alta vazão;
- ▶ Instalações de manômetros para aferir a pressão nos sistemas;
- ▶ Instalações de pontos de coletas do fluido;
- ▶ Instalação da rede elétrica para bomba centrífuga e câmara de monitoramento da crepina no interior do recipiente.

O módulo final para o processo extrativo proposto para esse trabalho, trata de um sistema misto, elaborado para um leito de jorro fluidizado, com o líquido adentrando na parte inferior para cada etapa e saindo pela(s) parte(s) superior(es), provocando movimentos frenéticos dos líquidos (adsorbatos) que entram em contato com as partículas de vermiculita em cada fase dos sistemas.

O protótipo é composto de dois sistemas (ou fases). No primeiro sistema a vazão era baixa e controlada para  $3,5 \pm 0,3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ . No segundo sistema a vazão era considerada alta e controlada para  $45,0 \pm 2,0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ . Os permeados das duas fases se encontravam no tanque de alimentação, de onde passavam por reciclo.

A representação esquemática do protótipo SATIFIC está demonstrada na Figura 23, onde aparece os caminhos rotacionais percorridos pelos adsorbatos durante o processo de percolação do fluido pelos dos grãos do argilomineral usado.

Figura 23 - Representação das etapas do protótipo final (SATIFIC) desenvolvido.



Fonte: SILVA, H. C., 2018; LABDES, 2018.

As etapas do equipamento são as seguintes:

- 1 ► Tanque de Alimentação do sistema (capacidade de 220 litros);
- 2 ► Ponto de coleta de amostras para a alimentação;
- 3 ► Válvula que controla a liberação do fluxo para a bomba;
- 4 ► Bomba centrífuga, de marca Dancor (1,0HP de potência);

#### **Sistema 1 - de baixa vazão (até 15 L.min<sup>-1</sup>)**

- 5 ► *By-pass* para controlar a vazão de água no sistema de filtros;
- 6 ► Manômetro na entrada do sistema 1 (faixa de 0 a 4 bar; 0 a 60 psi);

- 7 ► Filtro inicial (denominado de filtro seletor), onde fica o **“leito A”**, cujo reator é um tanque (botijão) de um filtro comercial usado em piscinas. Características: marca Dancor, série DFR, com capacidade de 18,0 L, desenvolvido com material termoplástico; enquanto que os sistemas internos de distribuição, de drenagem e as válvulas seletoras de seis posições (testar, pré-filtrar, filtrar, drenar, recircular, retrolavar) mais a posição livre, são produzidas em termoplásticos industriais com fibra de vidro. A carga de areia (recomendável para o produto) foi removida para a adição de vermiculita expandida.
- 8 ► Ponto de coleta pós filtro seletor inicial;
- 9 ► Filtro em branco 1 (vaso usado em filtro polimérico para tratamento de água). Permite visualizar se há problemas quanto a passagem de partículas de vermiculita após o filtro inicial, evitando incrustações posteriores nos dutos (mangueiras) e demais compartimentos do sistema 1;
- 10 ► Manômetro na entrada dos filtros em paralelo (faixa de 0 a 4,0 bar; 0 a 60,0 psi);
- 11 ► Conjunto de filtros pequenos, denominados de filtros em paralelo, onde fica o **“leito B”**: composto por 4 vasos poliméricos, com capacidade de 1.450,0 mL por recipiente, fabricados em polipropileno azul/transparente, de 10" x 2,5", conexão rosca de 1/2", vedação com *oring* à prova de vazamentos;
- 12 ► Manômetro na saída dos filtros em paralelo (faixa de 0 a 4,0 bar; 0 a 60,0 psi);
- 13 ► Ponto de coleta pós sistema de filtros;
- 14 ► Filtro em branco 2, permite visualizar se há problemas de passagens de partículas de vermiculita, pós filtro em paralelo, evitando incrustações posteriores no sistema;
- 15 ► Rotâmetro com capacidade de aferição de 4,0 L·min<sup>-1</sup>, para controlar a vazão da primeira fase (sistema 1), nos denominados filtros de baixa vazão;  
Em seguida, o líquido permeado é direcionado para o tanque de alimentação.

### **Sistema 2 - de alta vazão (até 70 L/min)**

- 16 ► Válvula *by-pass* para controlar concomitantemente a vazão do líquido no tanque com a crepina e o retorno para o tanque de alimentação;
- 17 ► Rotâmetro com capacidade de 60,0 L·min<sup>-1</sup>, para aferir a vazão da segunda fase, ou seja, no tanque/crepina;
- 18 ► Válvula de controle da entrada para o sistema de crepina;



- 19 ► Tanque crepina, onde fica o **“leito C”**; semelhante ao descrito no protótipo LD<sub>3</sub>; porém, com modificação nos compartimentos de saída. Apresentava quatro saídas composta por uma tela de malha 40 com alta resistência, fixada com 6 parafusos de aço inoxidável, perfurado sobre travas paralelas, intermediárias entre a tela e o recipiente, travadas por arroelas também de de aço inoxidável;
- 20 ► Tanque (capacidade de 100,0 L) onde o recipiente da crepina está inserido e que recebe o líquido permeado;
- 21 ► Válvula que controla a saída do fluxo permeado do tanque no sistema 2;
- 22 ► Ponto de coleta pós sistema crepina;
- 23 ► Câmera fixada no plano com visão na direção perpendicular (de cima para baixo) à crepina;
- 24 ► Monitor pelo qual permite a visualização em tempo real sobre quaisquer fenômenos relativo a turbulência entrópica gerada em todas as direções sobre a massa de VM e líquido fluidizados no reator.

O sistema começa a operar a partir do momento que a válvula (3) é aberta e a bomba (4) é acionada, permitindo o bombeamento do fluido armazenado no tanque de alimentação (1), que passa pelo *by-pass* (5) e válvula, onde a vazão é controlada de forma que a pressão seja reduzida, evitando o esmagamento das partículas do *leito (A)* seguinte. Posteriormente, o fluido é encaminhado para este filtro seletor (7), e então passa para os filtros em paralelo (4 copos de filtros) do *leito (B)*, retornando em seguida para o tanque de alimentação.

Em seguida inicia-se a liberação do fluido para o sistema 2, com maior vazão. Primeiramente a válvula (18) de controle da entrada para a crepina é liberada, e a vazão é controlada por meio do *by-pass* (16), sendo aferido com o rotâmetro (17). O líquido então encontra a crepina (19), onde é exaurido na forma de chuveiro, em todas as direções contra o *leito (C)*, com a massa de vermiculita VM, proporcionando agitações desordenadas. Após a difusão e percolação na parte inferior e no meio do recheio, o líquido sai pela parte superior, sendo aparado num tanque maior (20) com capacidade de 100,0 L, onde, após a abertura da válvula (21), o líquido é devolvido para o tanque de alimentação (1), havendo o reciclo.

### 3.1.3 Caracterização do protótipo desenvolvido - SATIFIC

Para caracterizar o módulo, foi realizado o dimensionamento de massas de vermiculita para cada leito (**A** - filtro seletor, **B** filtros em paralelo, e em **C** - recipiente da crepina); com procedimentos experimentais usando o artifício do “Tempo de Residência” para aferir o tempo gasto para as partículas dos líquidos percorrerem os sistemas e interagirem com o material poroso, ora sendo adsorvido pela interface e poros, e ora sendo permutado com íons nos sítios ativos da matriz. A superfície de resposta para a avaliação, é delimitada pelas seguintes variáveis: as massas aplicadas nos leitos, as características estruturais e morfológicas do adsorvente e as vazões aplicadas nos sistemas.

Também foram verificadas as variáveis de temperatura e pressão durante operações em bateladas com duração 24 h.

#### 3.1.3.1 Planejamento das quantidades mássicas de VM aplicada em cada leito

Três diferentes quantidades de vermiculita VM foram adicionadas aos recipientes reacionais do protótipo SATIFIC (Tabela 9), com a função de ser o meio adsorvente; de modo que a massa contida nos sistemas 1 e 2 fossem sempre iguais.

As quantidades de massas de VM usadas em cada parte do sistema, foram sistematizadas para aumentos gradativos, de duas e três vezes, no tocante a quantidade na carga do(s) leito(s) em relação a  $m_1$ .

**Tabela 9 - Quantitativo de massas aplicadas em cada parte do protótipo**

Protótipo SATIFIC					
Descrição da massa	Massa Total	Sistema 1 – baixa vazão			Sistema 2 – alta vazão
		Filtro seletor (g) ♦leito A	Vaso polimérico (g)	Σ vasos em paralelo (g) ♦leito B	Recipiente com a crepina (g) ♦leito C
$m_1$	1.400,0	500,0	50,0	200,0	700,0
$m_2$	2.800,0	1.000,0	100,0	400,0	1.400,0
$m_3$	4.200,0	1.500,0	150,0	600,0	2.100,0

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Em todos os experimentos, após o acionamento da bomba centrífuga, o módulo piloto - SATIFIC foi manipulado de forma que a vazão de alimentação do sistema 1 (filtros) operasse com  $3,5 \pm 0,3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , enquanto que para o sistema 2 (crepina) permanecia com  $45,0 \pm 2,0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ .

### 3.1.3.2 Variação de temperatura e pressão no equipamento.

A temperatura interna da bomba centrífuga, gerada pela força eletromotriz dos dispositivos, foi verificada por meio de um termômetro digital com mira laser com captação por infravermelho na faixa de medição entre  $-50,0^{\circ}\text{C}$  e  $+1.850,0^{\circ}\text{C}$ , *Scan Temp 1000*, da marca Incoterm. Essa temperatura foi aferida durante 24 h por orifícios de entrada/saída de ar da bomba, a cada intervalo de 1 h. As temperaturas em alíquotas coletadas nas saídas de cada parte dos sistemas (filtro seletor, filtros em paralelo, crepina, e tanque de alimentação), também foram determinadas nos mesmos intervalos de tempo, as quais foram medidas com outro termômetro digital de ponta rígida.

As medições de pressões também foram avaliadas em cada sistema, pelos manômetros instalados no equipamento, com o intuito de avaliar as variações físicas durante a operação.

### 3.1.3.3 Distribuição dos tempos de residência nos leitos

A técnica experimental utilizada para estudar a distribuição de tempos de residência do fluido no equipamento, foi a de estímulo-resposta, que consiste em injetar um traçador em um dispositivo existente na entrada do equipamento, e conseqüentemente, observar as concentrações do traçador nas amostras coletadas no compartimento de saída de cada sistema.

A injeção foi executada na forma de pulso, que consiste em uma técnica de rápida injeção do traçador no fluido, e que usa numerosos pontos experimentais para determinar a distribuição do tempo médio de residência.

O traçador salino empregado foi o cloreto de sódio (NaCl), de grau analítico, da marca Vetec. A cada etapa operacional, era injetado um pulso de 60,0 mL (volume) do traçador, por meio de uma seringa, com concentração de  $50.000,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . O fluido

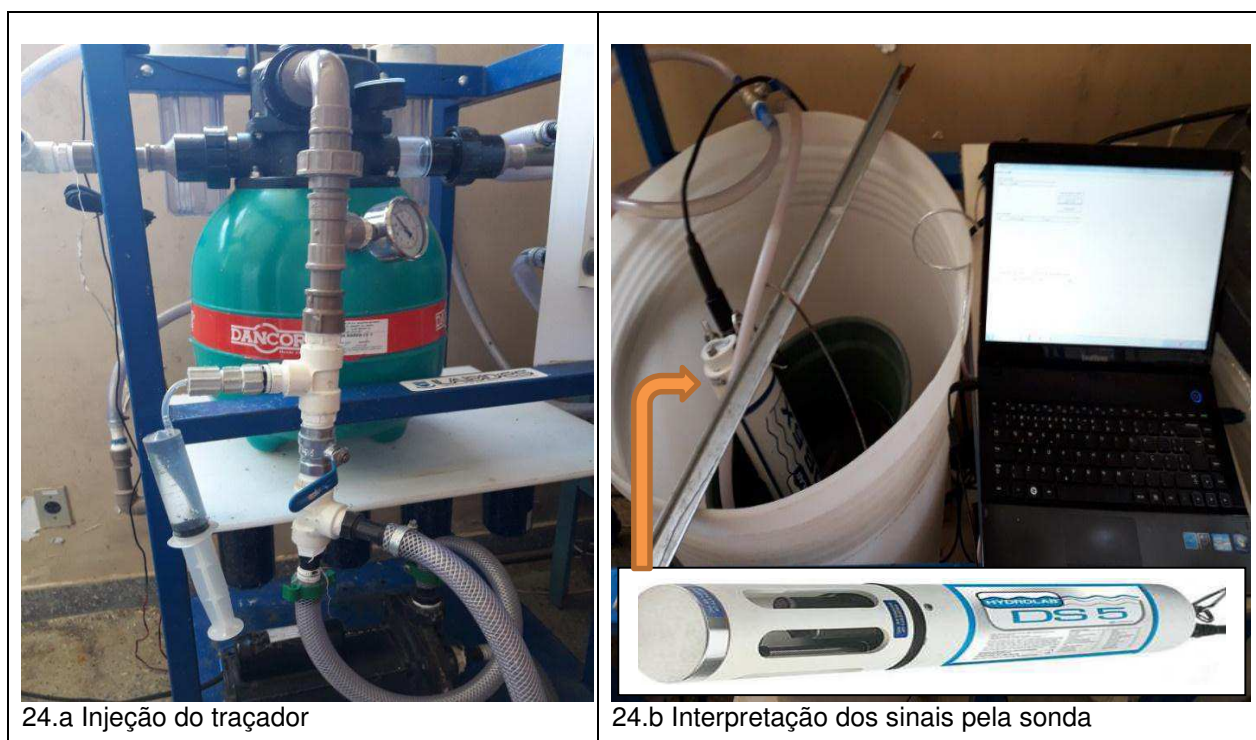
utilizado como solvente da solução foi água desmineralizada que apresentou inicialmente baixos valores de cloreto de sódio, com valores entre  $35,0 \mu\text{S}$  e  $70,0 \mu\text{S}$ .

Para a leitura no experimento, foram realizadas inicialmente os testes com um condutivímetro de bancada, e posteriormente todos os ensaios foram repetidos duas outras vezes (com três observações em cada), por meio de uma sonda multiparâmetros da marca Hydrolab, modelo DS5.

A sonda era interligada a um *notebook*, no qual, os dados obtidos eram coletados e armazenados em tempo real, pelo *software Hydras 3 LT*, onde foi programada a leitura dos dados a cada intervalo de tempo de dez segundos, para a detecção da condutividade elétrica no fluido. Em seguida, os dados foram exportados para o programa *Excel*, evitando anotações ou filmagens.

Os experimentos foram realizados com as massas  $m_2$  e  $m_3$ , nos sistemas 1 e 2, separadamente, bem como, no módulo completo que compõe o protótipo. A Figura 24 apresenta imagens realizadas durante a averiguação dos tempos de residência.

**Figura 24 - Imagem dos ensaios do tempo de residência**



Fonte: SILVA, H. C.; LABDES, 2018.

Para a determinação do tempo médio de residência, o principal parâmetro característico do sistema é o tempo transcorrido, em média, entre a entrada e a saída de um elemento material que percorre o sistema de volume  $V$  do reservatório sob vazão  $Q$ . O tempo médio ( $\bar{t}$ ) de residência do fluido em cada sistema (sistemas 1 e 2) e no protótipo como um todo, foi definido conforme mostra a Equação 2.

$$\bar{t} = \frac{V}{Q} \quad (2)$$

Foi delimitada a injeção de um pulso de traçador para um sistema de uma única entrada e uma única saída sem dispersão, ou seja, somente o escoamento transporta material do traçador através das fronteiras do sistema.

Para o intervalo de tempo  $\Delta t$  suficientemente pequeno tal que a concentração do traçador  $C(t)$ , entre os tempos  $t + \Delta t$  seja essencialmente constante, a quantidade de traçador  $\Delta N$  que sai do sistema entre os tempos  $t$  e  $t + \Delta t$  é:

$$\Delta N = C(t) \cdot v \cdot \Delta t \quad (3)$$

Onde  $v$  = Vazão volumétrica do efluente ( $L \cdot \text{min}^{-1}$ ).

Dividindo-se a Equação 3 pela quantidade total de material que foi injetado no sistema,  $N_0$ , obtém-se:

$$\frac{\Delta N}{N_0} = \frac{v \cdot C(t)}{N_0} \Delta t \quad (4)$$

que representa a fração de material que tem um tempo de residência entre  $t$  e  $t + \Delta t$ .

Por definição, para a injeção de um pulso, tem-se:

$$E(t) = \frac{v \cdot C(t)}{N_0} \quad (5)$$

Substituindo-se a Equação 5 na Equação 4, encontra-se:

$$\frac{\Delta N}{N_0} = E(t) \Delta t \quad (6)$$

onde  $E(t)$  é denominada de função de distribuição do tempo de residência. Ela é a função que descreve de uma maneira quantitativa quanto tempo diferentes elementos de fluido permanecem no sistema.

Se a quantidade  $N_0$  não for conhecida diretamente, ela poderá ser obtida a partir das medidas das concentrações de saída, somando-se todas as quantidades de material,  $\Delta N$ , entre os tempos zero e infinito

Escrevendo a Equação 3, na forma diferencial, tem-se:

$$dN = C(t) \cdot v \cdot dt \quad (7)$$

Integrando, obtém-se:

$$N_0 = \int_0^{\infty} vC(t)dt \quad (8)$$

Como a vazão volumétrica  $v$  é geralmente constante, substituindo a Equação 8 na Equação 5, obtém-se:

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t)dt} \quad (9)$$

que representa a função da DTR,  $E(t)$ , a partir da concentração de traçador  $C(t)$ . A integral no denominador é a área sob a curva  $c$ .

De acordo com a definição de  $E(t)$ , a fração de um material no intervalo de tempo  $t_1 - t_2$  é dada por:

$$\left[ \begin{array}{l} \text{Fração do material na saída} \\ \text{que permaneceu no reator} \\ \text{entre os tempos } t_1 \text{ e } t_2 \end{array} \right] = \int_{t_1}^{t_2} E(t)dt \quad (10)$$

Evidentemente, todo o material que entra no sistema deve sair, então a fração correspondente a todo o material que teve um tempo de residência  $t$  no reator, designado *entre*  $t = 0$  e  $t \rightarrow \infty$  é 1. Dessa forma,

$$\int_0^{\infty} E(t)dt = 1 \quad (10.1)$$

### 3.1.3.3.1. Cálculo da área sob a curva (regra do trapézio)

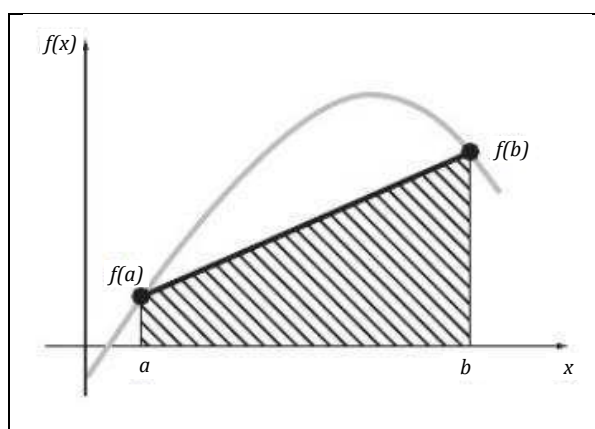
Alguns métodos numéricos de integração para determinação da área sob uma curva mostram-se eficientes, entre eles destacam-se a regra de Simpson e do trapézio, ambas com boa precisão da área exata da curva. Neste trabalho optou-se pela regra do trapézio.

A ideia da regra do trapézio é aproximar a função  $f(x)$  por um polinômio de ordem 1 (reta). Nessa aproximação a integral da função  $f(x)$  pode ser aproximada pela área de 1 trapézio, sendo calculada pela seguinte Equação 11.

$$I = (b - a) \frac{f(a) + f(b)}{2} \quad (11)$$

A Figura 25 descreve graficamente a regra do trapézio usada para calcular a área da curva correspondente.

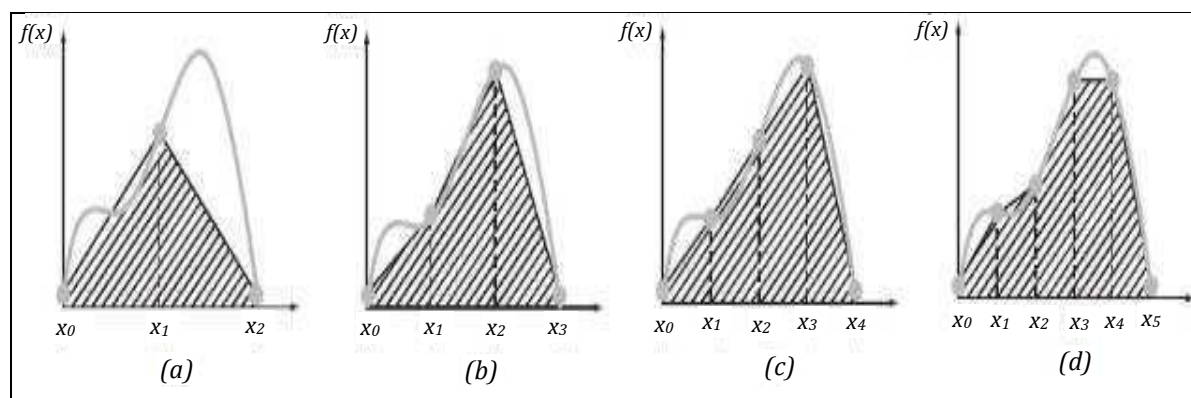
**Figura 25 – Descrição gráfica da área do trapézio**



Fonte: Chapra, 2008.

Para melhorar a eficácia da regra do trapézio, divide-se o intervalo de integração de  $[a, b]$  em diversos segmentos e aplica-se o método a cada segmento, conforme ilustrado na Figura 26.

**Figura 26 – Ilustração da aplicação múltipla da regra do trapézio. (a) Dois segmentos, (b) três segmentos, (c) quatro segmentos e (d) cinco segmentos**



Fonte: Chapra, 2008.

As áreas correspondentes aos segmentos individuais podem então ser somadas para fornecer a integral para o intervalo inteiro. As equações resultantes são chamadas fórmulas de integração por aplicações múltiplas ou compostas sendo calculada pela seguinte Equação 12.

$$I = (b - a) \frac{f(x_0) + 2 \sum_{i=1}^{n-1} f(x_i) + f(x_n)}{2n} \quad (12)$$

### 3.1.3.3.2. Determinação das curvas da DTR

Os dados dos experimentos realizados em triplicata e armazenados no *software* foram exportados para o *Excel*, onde os pontos da condutividade no tempo anterior a injeção do traçador foram excluídos do banco de dados e as médias dos pontos gerados nas três repetições dos respectivos experimentos foram feitas, em seguida plotou-se as curvas de condutividade-tempo.

### 3.1.3.3.3. Determinação do tempo médio de residência

De acordo com Wen e Fan (1975), no processo comparativo entre distribuições de tempos de residência diferentes é usual utilizar o tempo médio de residência ao invés de comparar todas as distribuições. Utilizando os dados obtidos pela Eq. 8 é possível estimar o tempo médio de residência que representa aproximadamente o tempo médio que as partículas fluidas permanecem no interior do sistema, representado pela Equação 13 (FOGLER, 1999).

$$\bar{t} \text{ (ou } t_m) = \frac{\int_0^{\infty} tE(t)dt}{\int_0^{\infty} E(t)dt} = \int_0^{\infty} tE(t)dt \quad (13)$$

Aplicando a regra múltipla do trapézio, foi possível, calcular as áreas sob as curvas. Substituindo os valores experimentais e o valor da área da curva na Equação (9), encontrou-se a função da DTR, e  $E(t)$ .



## 3.2 Resultados e Discussões

### 3.2.1 Protótipos desenvolvidos

Após alguns testes com o protótipo **LD<sub>1</sub>**, ocorreram limitações, onde a massa de vermiculita embora estivesse menor que o necessário, na razão massa/volume suportada; empurrava o compartimento na parte superior do módulo e ocasionava problemas de vazamentos recorrentes, não resistindo a pressões internas superiores a 1,0 bar. Ficou discernido que o uso de uma bomba de 1,0 HP ocasionava um aumento gradual na pressão sobre a corrente do fluido. Para minimizar esse efeito, foi adaptado um *by pass*, diminuindo o fluxo na coluna. Mesmo com esse artifício, o sistema não demonstrava confiabilidade quanto à resistência do material empregado, no qual, em algumas ocasiões chegou a estourar/expulsar a tampa superior, e conseqüentemente, interrompendo o experimento.

O protótipo **LD<sub>2</sub>** possuía capacidade de operar sob pressões mais elevadas, devido à coluna de fibra de vidro (FV) apresentar maior resistência mecânica a esse fenômeno, porém, a massa de vermiculita suportada no leito era menor que o protótipo **LD<sub>1</sub>**, tornando-se, portanto, ineficaz em relação ao volume ( $V \geq 100,0$  L) de líquido contaminado que se pretendia remover por meio da percolação, até os níveis recomendados pela legislação vigente.

Nesse mesmo reator, buscou-se realizar a compactação da vermiculita, entretanto, a fluidez do permeado foi extremamente baixa, submetida a pressões de até 1,0 bar. Quando testada em pressões superiores à citada, o volume permeado aumentava timidamente, ocorrendo limitações do sistema, e acarretando na dilaceração dos grãos de vermiculita, o qual afetava diretamente nas características de adsorção e troca iônica, prejudicando, portanto, o processo.

O protótipo **LD<sub>3</sub>** era composto por um módulo de crepina, não havendo gradientes de pressão interna sobre o leito fluidizado que estava sempre em constante agitação em todas as direções com o líquido. Também foram realizados experimentos com água, adaptando o sistema para crepinas duplas interligadas em fase sequencial, havendo novamente problemas com o baixo escoamento da vazão do permeado na saída do recipiente.

Com o desenvolvimento do novo protótipo, **SATIFIC**, todas as dificuldades de escoamento e incrustações, dentre outros, foram solucionadas; onde a operação

pode ser resumida por: inicia-se ao processo de percolação com auxílio de um motor bomba de 1,0 HP, enviando o fluido para uma bifurcação que divide a corrente em duas partes distintas; sendo a de menor vazão, composta de um filtro (seletor), cuja saída passa a conduzir o líquido pelos dutos aos filtros em paralelo (4 vasos de filtros poliméricos) e retornando o fluido permeado para o tanque de alimentação.

Na outra parte, segue a corrente para um recipiente desenvolvido com uma crepina no seu interior, de onde o permeado sai por quatro aberturas na parte superior e é amparado por outro tanque (100,0 L), cuja válvula na parte inferior é aberta e o fluido retorna livremente para o tanque de alimentação; permanecendo de forma cíclica durante os processos de bateladas realizados. A Figura 27 mostra uma imagem real do protótipo **SATIFIC** estudado com a vermiculita expandida.

**Figura 27 - Protótipo: sistema de adsorção e troca iônica com filtros e crepina-SATIFIC**

Fonte: SILVA, H. C.; LABDES, 2018.

Quando analisado num período ininterrupto de 24 h, o protótipo não apresentou problemas operacionais de vazamentos. A temperatura interna da bomba centrífuga, gerada pelos dispositivos, bem como, as temperaturas de alíquotas coletadas nas saídas de cada parte dos sistemas (filtro seletor, filtros em paralelo, recipiente da crepina, e tanque de alimentação). As medições de pressões também foram avaliadas em cada sistema, pelos manômetros do equipamento, para avaliar as variações físicas da operação.

Antes de iniciar as bateladas, o ambiente apresentava uma temperatura de aproximadamente 23°C. Com o acionamento da bomba centrífuga, observou-se que logo após 1 h, as temperaturas e pressões já apresentavam diferenças significativas.

O aumento gradativo na décima hora, foi mais evidente com as temperaturas, que alcançaram valores máximos de  $37,5 \pm 1,5^{\circ}\text{C}$  na saída do filtro seletor (*leito A*); e de  $37,8 \pm 1,5^{\circ}\text{C}$  na saída dos quatro filtros em paralelo (*leito B*); enquanto que na saída da crepina era de  $36,7 \pm 1,2^{\circ}\text{C}$ , e de  $36,4 \pm 1,5^{\circ}\text{C}$  no tanque de alimentação.

O aumento de temperatura está relacionado à quantidade de energia térmica ou calor que o sistema acumula. Esse calor corresponde à agitação térmica de átomos e moléculas no sistema. Portanto, um aumento da velocidade de agitação térmica das partículas no leito e no fluido, causam uma elevação de temperatura durante o processo.

A transferência de calor no protótipo SATIFIC, ocorre na direção do gradiente de temperatura e no sentido decrescente, sendo de maior a menor temperatura, ou seja, da bomba centrífuga para o fluido.

A transferência de calor é realizada por “convecção”, e ocorre entre a superfície interna da bomba e o fluido em movimento, quando os dois se encontram em diferentes temperaturas. A transferência acontece tanto pelo movimento molecular aleatório quanto pelo movimento global do fluido.

Em relação às pressões internas, constatou-se que as pressões máximas ocorriam a partir da décima quarta hora, onde a pressão de entrada no filtro de piscinas era de  $0,45 \pm 0,10$  bar, enquanto que o manômetro referente ao fluido interno marcava médias de  $0,55 \pm 0,10$  bar; com leve redução para  $0,35 \pm 0,10$  bar nos quatro filtros em paralelo. Esse efeito era mantido até o encerramento das bateladas. A explicação para a variação com aumento de pressão foi o aumento da temperatura, aliada aos choques efetivos aplicados pela relação fluido/leito, com o recipiente, ficando mais evidente no sistema 1, com os leitos *A* e *B*, onde os recipientes eram munidos com tampas que buscavam a máxima vedação do meio para evitar vazamentos.

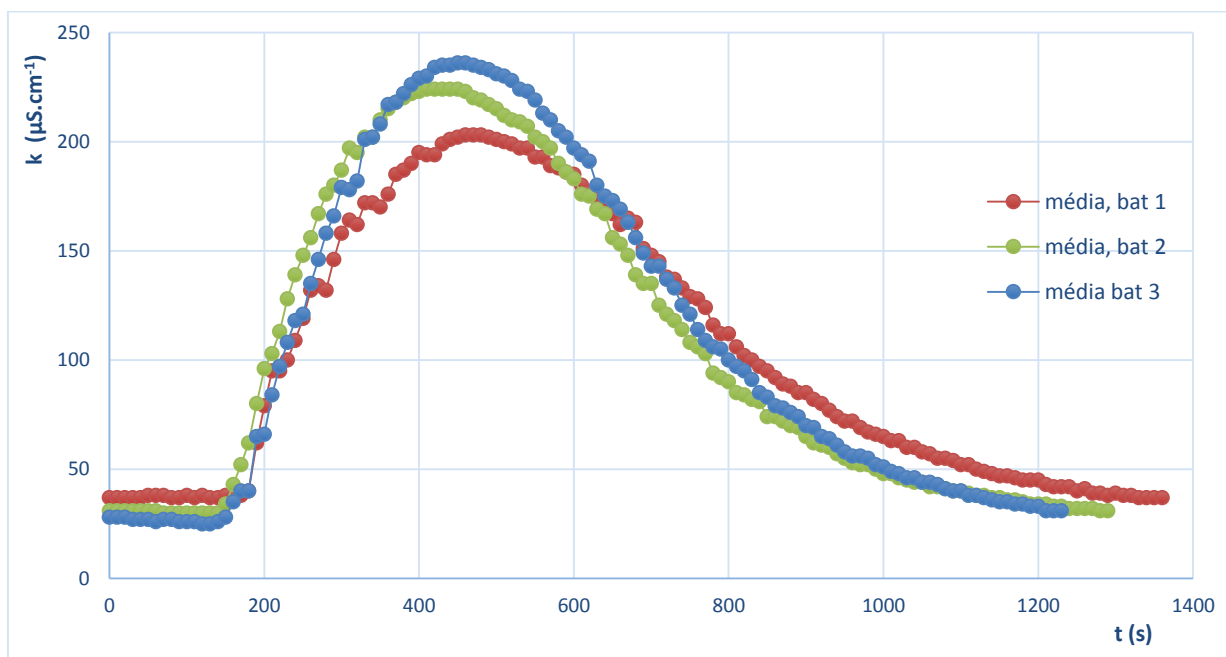
### 3.2.2 Avaliação do Tempo de Residência

A escolha do traçador cloreto de sódio (NaCl), foi em função desse sal possuir as seguintes características: a) comportamento hidrodinâmico semelhante aos sais inorgânicos que pretendem ser estudados nos processos adsortivos; b) deixar um resíduo facilmente detectado, inclusive por condutividade elétrica, por meio de

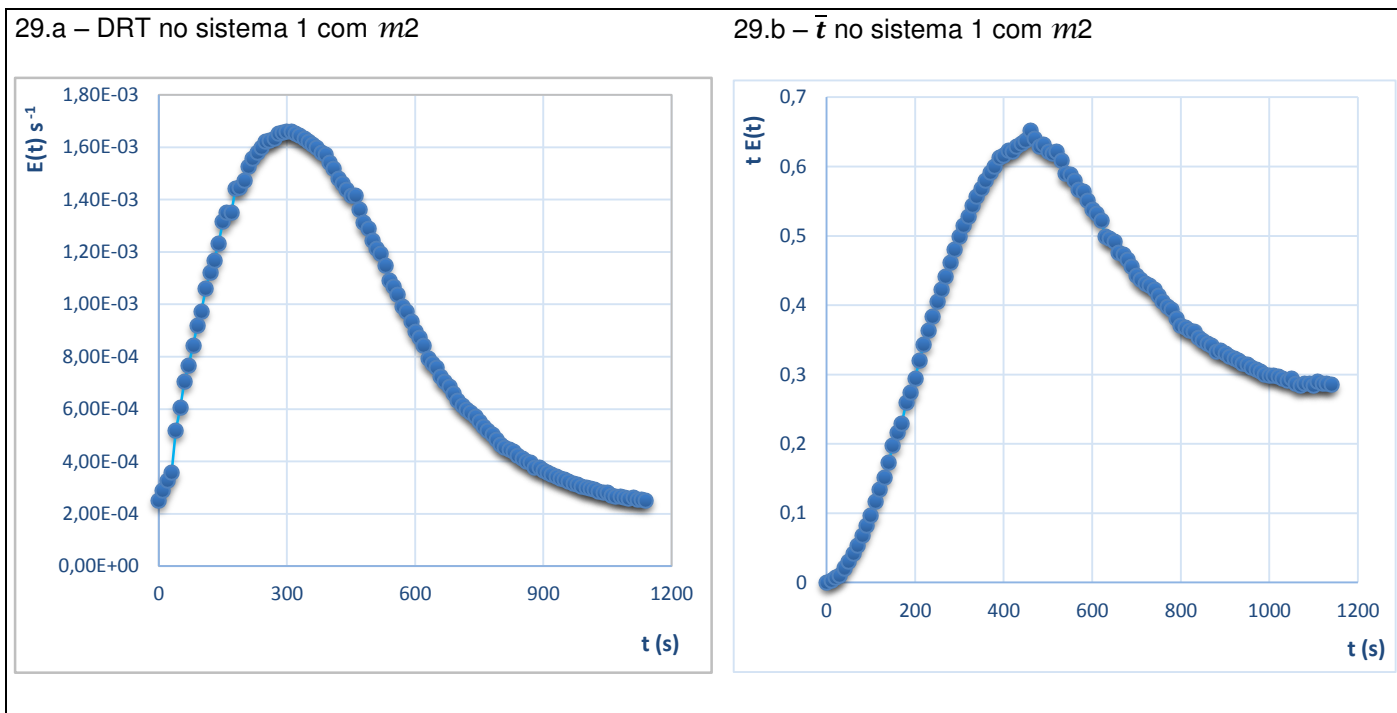
condutivímetros digitais ou mesmo equipamento-sonda; c) ser amplamente disponível no mercado; d) apresentar baixo custo.

O comportamento da variação do traçador (cloreto de sódio) em função do tempo, e respectivamente, a distribuição do tempo de residência,  $E(t)$ , e o tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ), nos sistemas 1, 2 e no protótipo completo SATIFIC, podem ser visualizados pelas Figuras de 28 a 39.

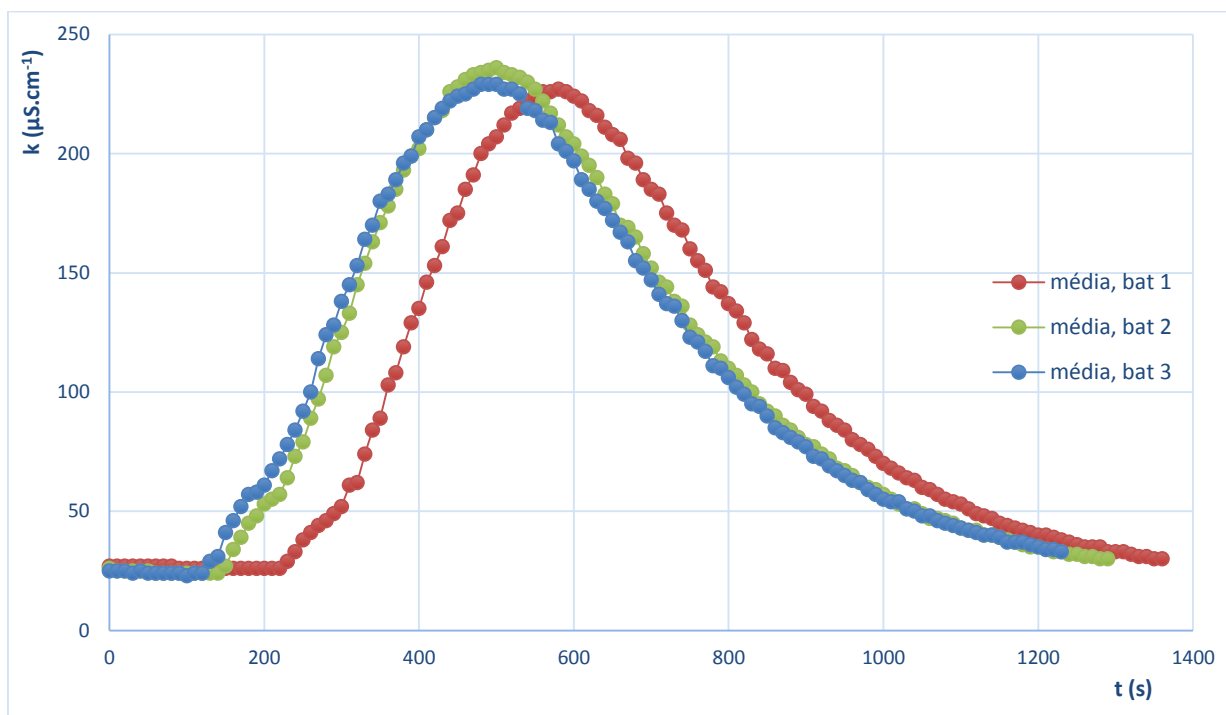
Observa-se diferenças esperadas entre os processos com massas programadas,  $m_2$  (2.800,0 g) e  $m_3$  (4.200,0 g), divididas equitativamente para os sistema 1 (leito A e B) e sistema 2 (leito C).

Figura 28 – Comportamento do traçador em função de tempo no sistema 1 com  $m_2$ 

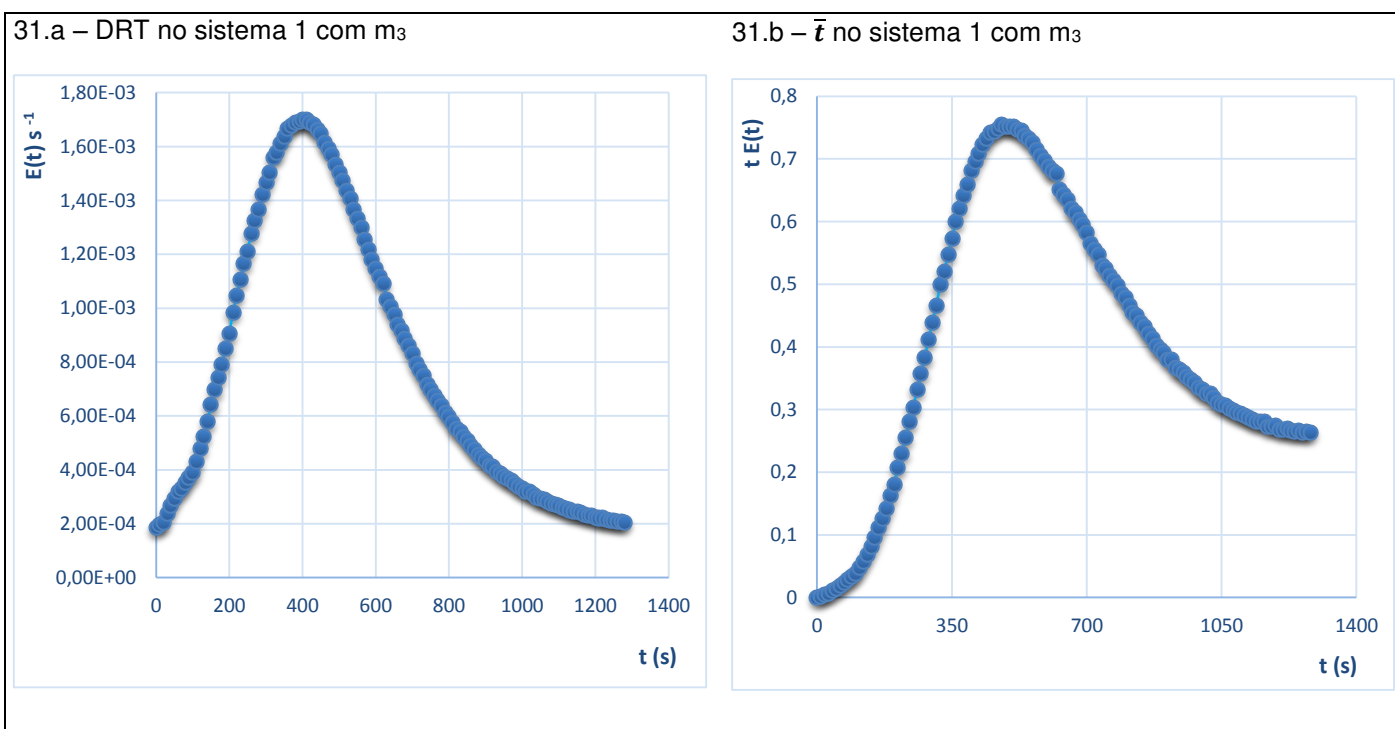
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 29 – Distribuição do tempo de residência (DRT) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 1 com  $m_2$ 

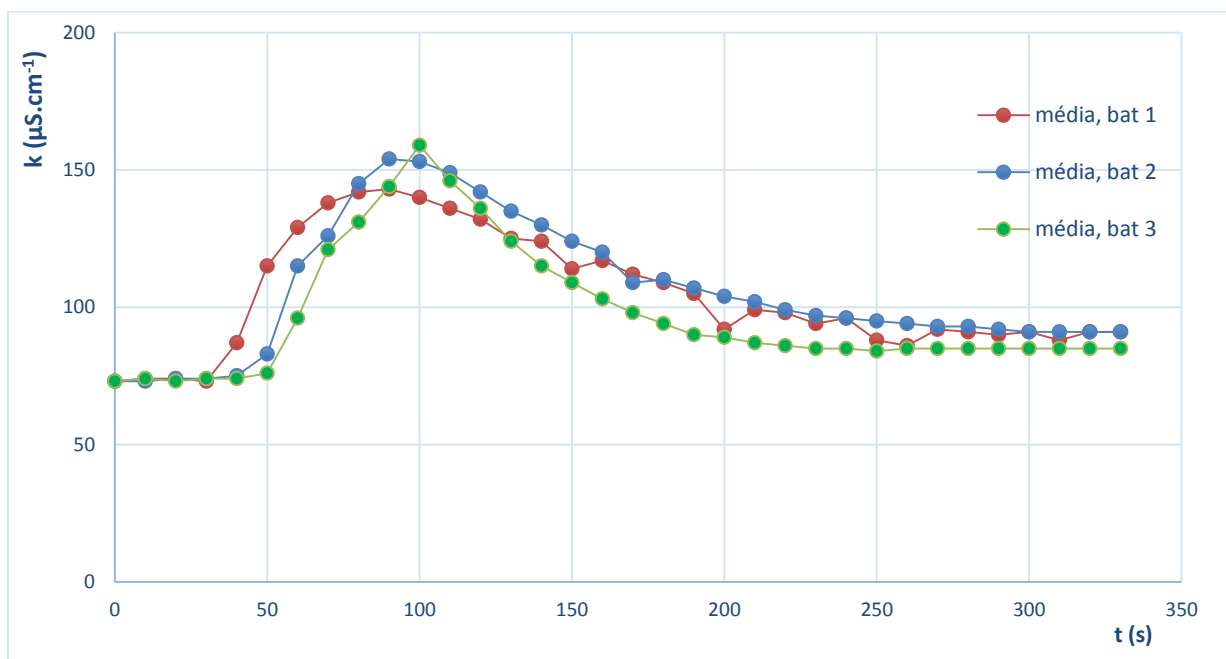
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 30 – Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 1 com  $m_3$ .

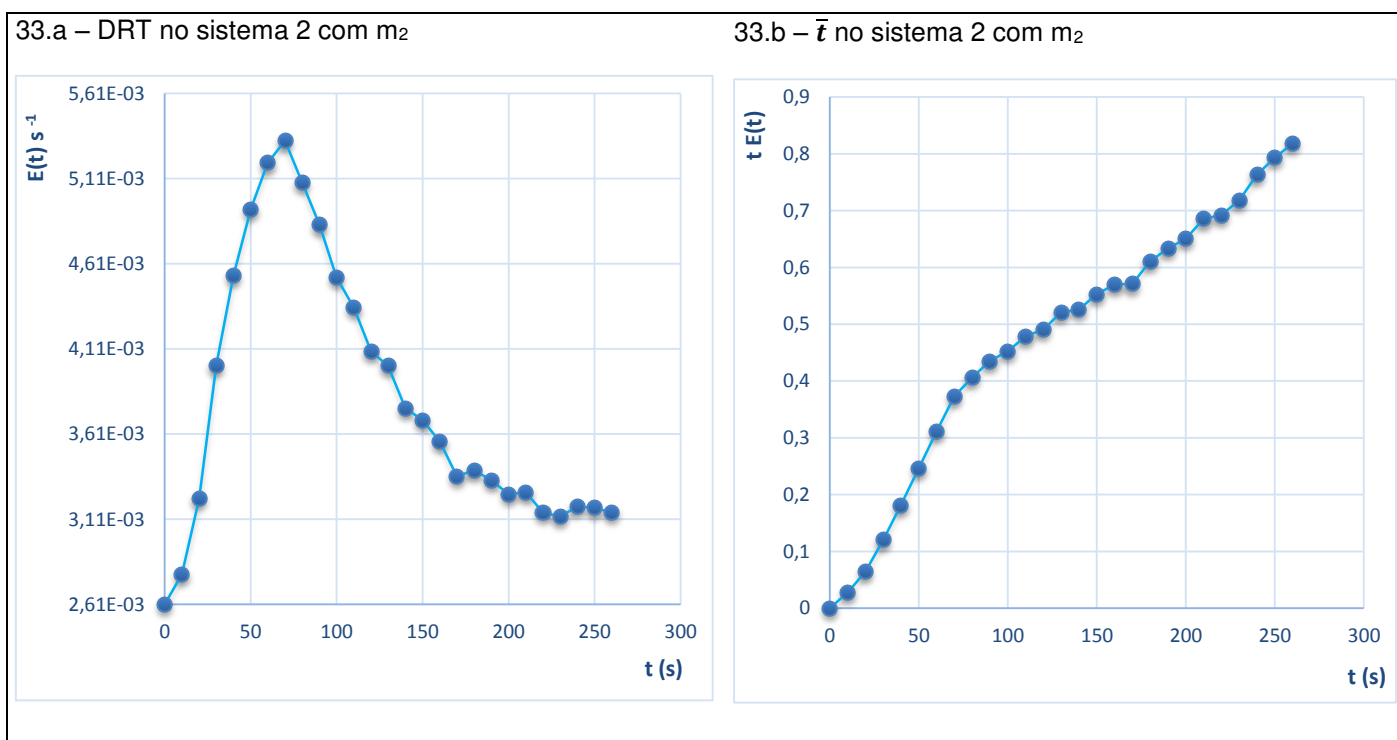
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 31 – Distribuição do tempo de residência (DRT) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 1 com  $m_3$ .

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

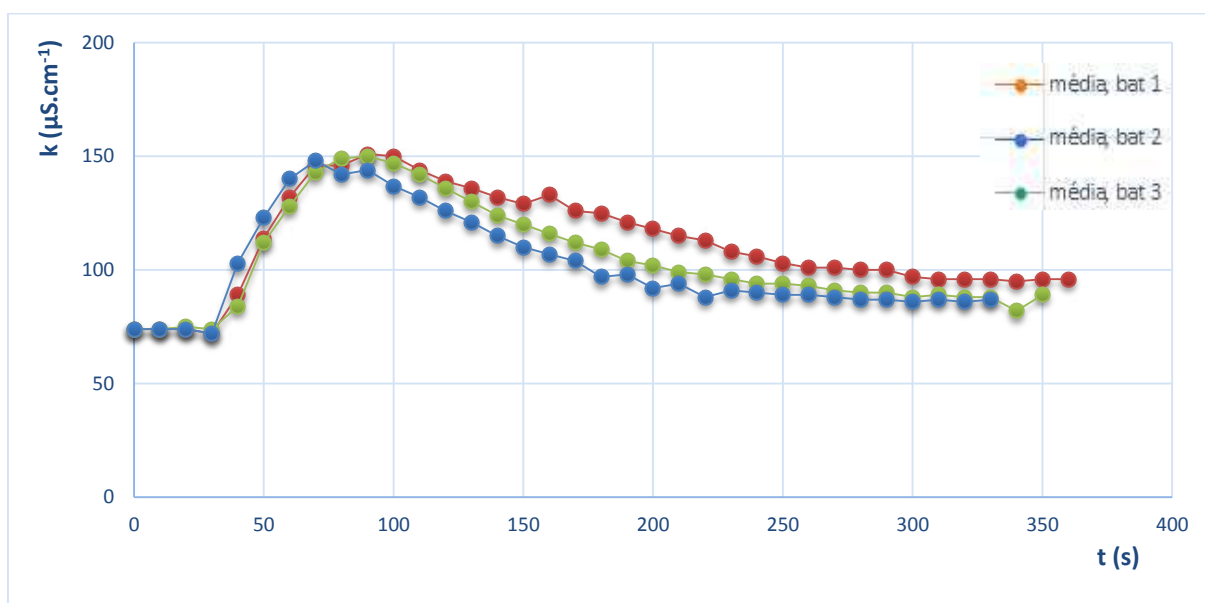
Figura 32 – Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 2 com  $m_2$ .

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

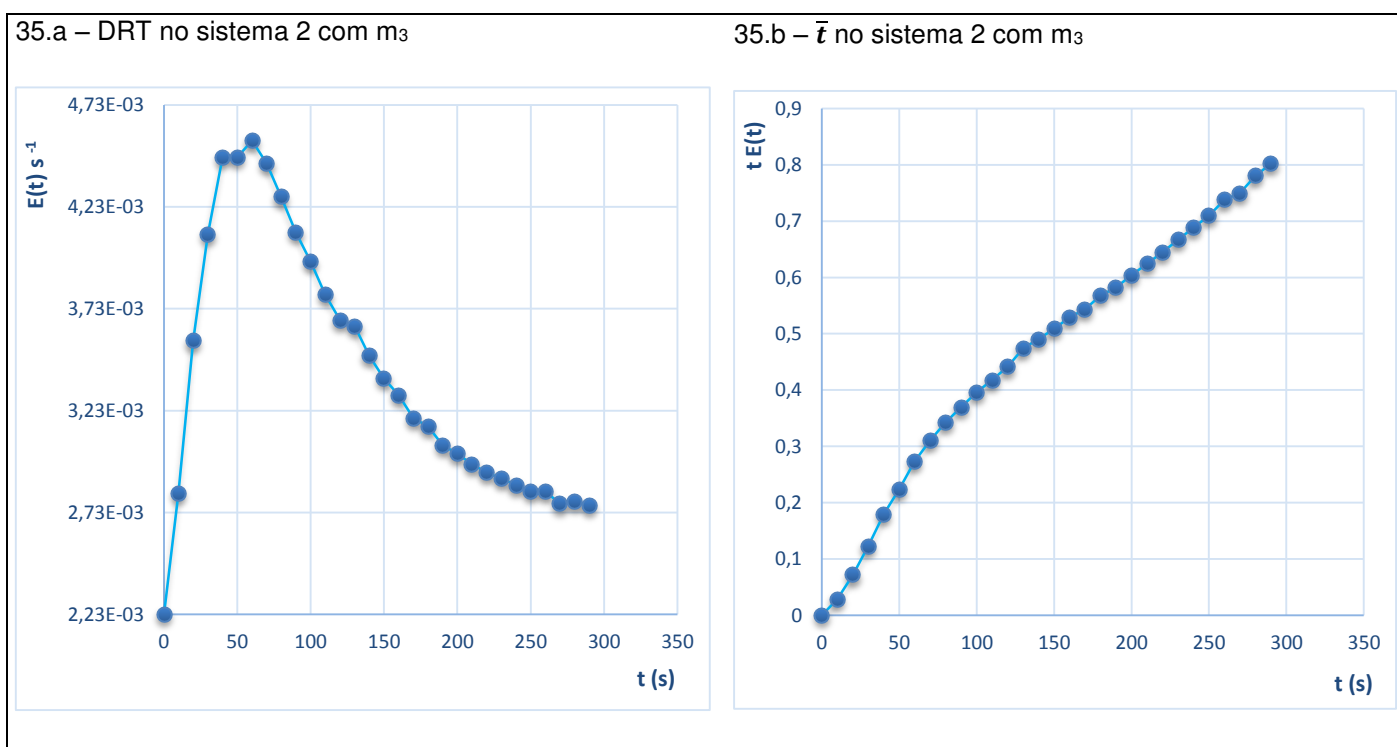
Figura 33 – Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 2 com  $m_2$ 

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

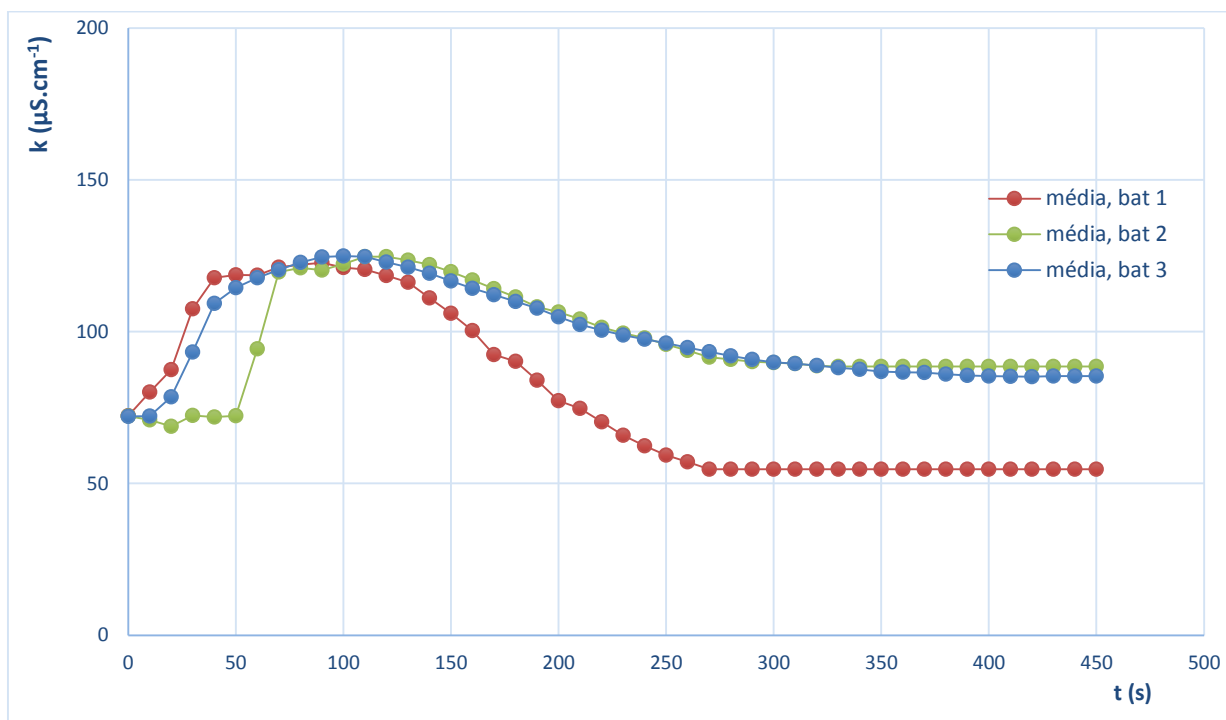


Figura 34 – Comportamento do traçador em função do tempo no sistema 2 com  $m_3$ .

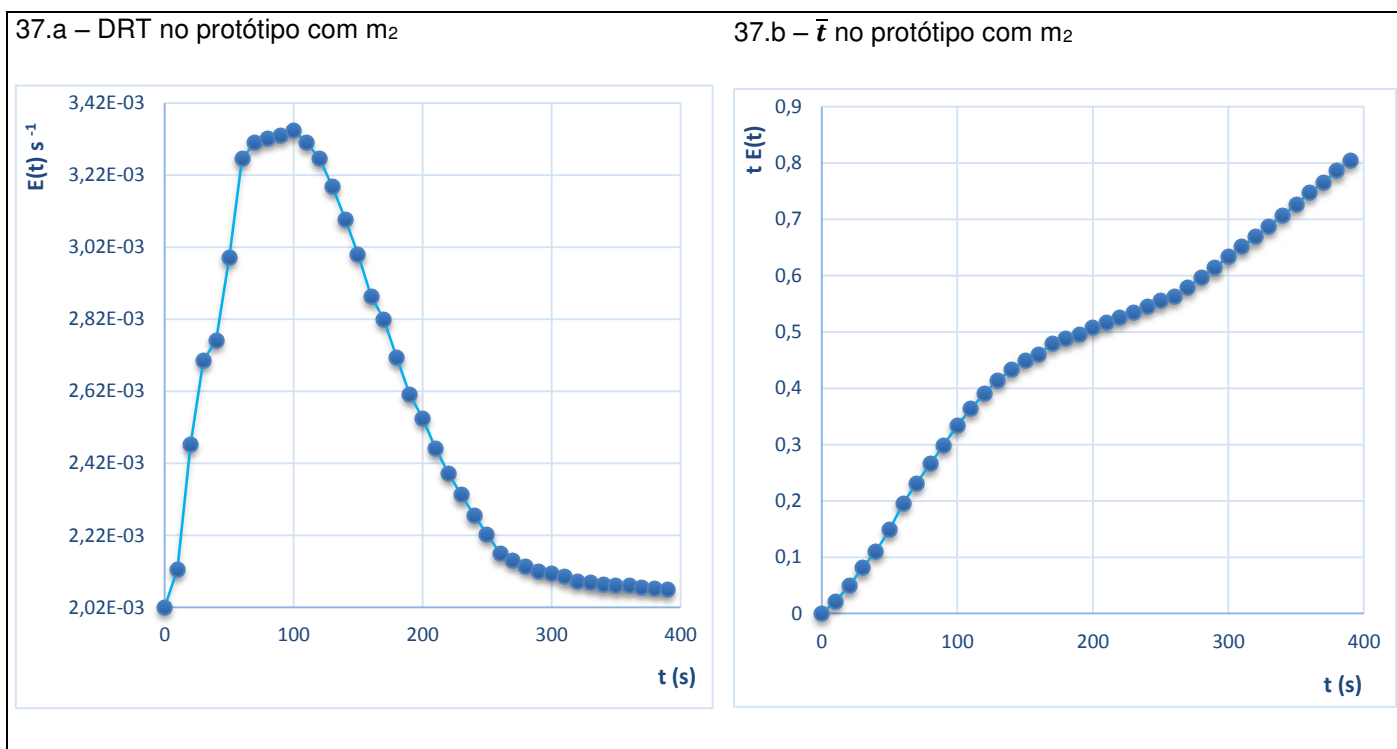
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 35 – Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no sistema 2 com  $m_3$ .

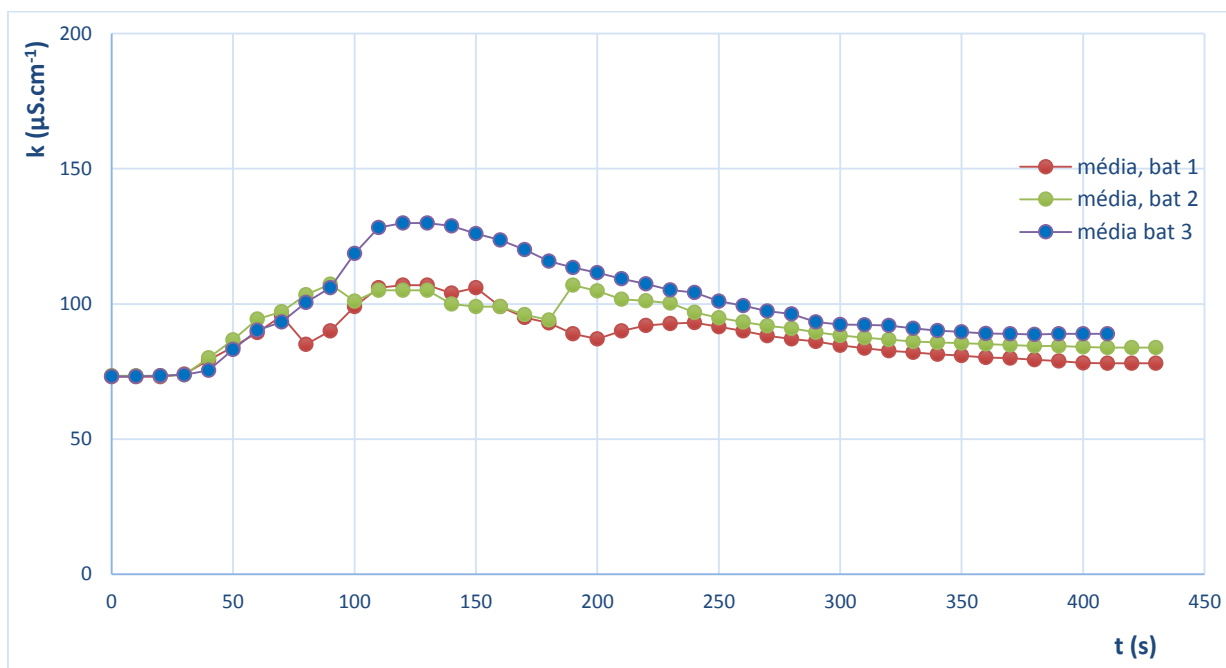
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 36 – Comportamento do traçador em função do tempo no protótipo com  $m_2$ .

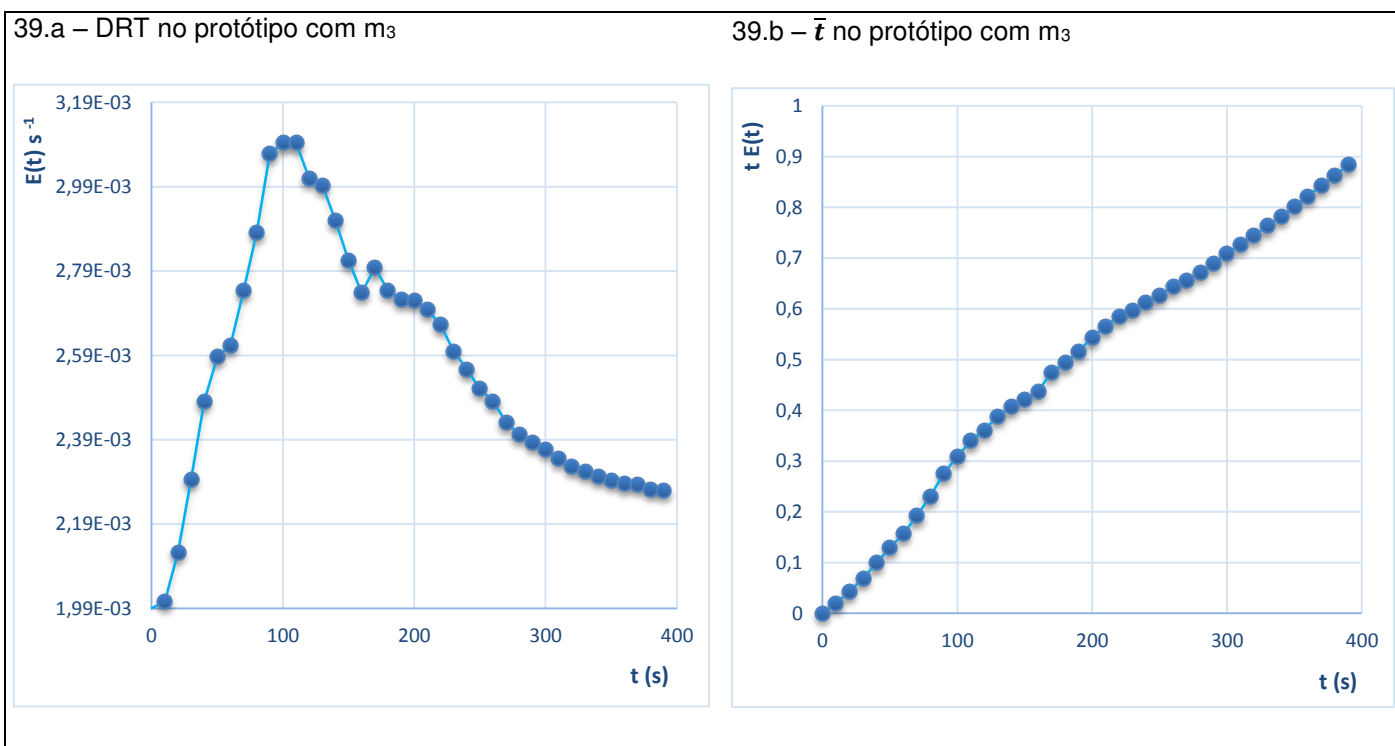
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 37 – Distribuição do tempo de residência (DRT) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no protótipo com  $m_2$ 

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 38 – Comportamento do traçador em função do tempo no protótipo com  $m_3$ .

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 39 – Distribuição do tempo de residência (DTR) e tempo médio de residência ( $\bar{t}$ ) no protótipo com  $m_3$ .

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Os sistemas 1 e 2, integrantes do protótipo tiveram comportamentos distintos na caracterização pelo tempo de residência, quando avaliadas as curvas geradas pelo traçador (NaCl) em função do tempo, onde as superfícies de respostas apresentaram formatos geométricos, valores de condutividade e variações de tempos diferentes.

Por meio da sonda paramétrica, a leitura da condutividade elétrica apresentou maior diferença de tempo entre o envio e o recebimento do sinal/informação (*delay*) pelo sistema de comunicação no sistema 1, após a inserção do traçador no equipamento, com cerca de 1min40s para a perturbação ocorrida na condutividade elétrica com a leitura dos primeiros picos característicos; já no sistema 2, os sinais eram detectados com menor retardo, com cerca de 30s.

Para os primeiros picos de sinais captados entre massas diferentes ( $m_2$  e  $m_3$ ), em um mesmo sistema, a variação foi de 15s para o sistema 1, e de 10s para o sistema 2; onde as maiores massas empregadas correspondiam aos maiores valores médios dessas variações, após a entrada do traçador.

Com a integração dos dados foi possível determinar a área de todas as curvas na distribuição do tempo de residência, quais foram: 438,97 (s) para o sistema 1 com leito  $m_2$ , enquanto que, com o leito  $m_3$  foi de 520,80 (s). Para o sistema 2, a área foi de 122,86 (s) para  $m_2$ , e de 134,83 (s) para  $m_3$ . No conjunto completo (protótipo), a área da curva foi 174,29 (s) para o leito  $m_2$ , enquanto que o leito  $m_3$  apresentou 190,59 (s). Isso significa que as vazões influenciam diretamente na determinação da área representativa das curvas na distribuição dos tempos de residência dos fluidos.

Os valores obtidos das áreas oriundas das curvas seguiram um critério lógico, onde aumento de massas para o leito do mesmo sistema, acarreta em maior área geométrica, como também, no maior tempo de residência no meio argiloso. Todavia, vazões maiores empregadas no fluido, proporcionam uma diminuição da área geométrica da curva, e teoricamente, menores tempos médios de residência, onde a massa empregada e características dos dispositivos também contribuem na designação das idades de permanência dos fluidos nos sistemas estudados.

Dentro de um contexto geral, observa-se que o sistema 1 (filtros), apresentou “tempo médio de residência” com 7,32min para o leito  $m_2$ , e 8,68min para o leito  $m_3$ . Esse fato pode ser explicado devido a existência de maior quantidade de matéria para

ser percolada pelo traçador em  $m_3$ , que por sua vez foram efetuadas mais permutas iônicas entre o traçador e os grãos de vermiculita.

No sistema 2 (crepina), o tempo médio de residência foi de 2,04min nos experimentos da vermiculita com o leito  $m_2$ , e 2,247min para o leito  $m_3$ . Esses resultados corroboram com a literatura e já eram esperados ser bem menores que os do sistema 1, em função da vazão operacional ( $45,0 \pm 2,0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ) da crepina ser muito mais elevado que a vazão do sistema 1 ( $3,5 \pm 0,3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ), mesmo contendo massas semelhantes.

Fica discernido, então, que em igualdade de massas, e condições físicas próximas, o aumento de vazão ocasiona diminuição no tempo médio de residência, para o traçador percolar um determinado leito em processos adsorptivos e de trocas iônicas.

No protótipo SATIFIC, o processo de tempo de residência se assemelhou ao sistema 2, ocasionado pelo critério relativo à vazão empregada na crepina ser praticamente 92,0% do total do protótipo. Após o tempo observado pelo sistema 2, a operação ainda persistiu para o módulo completo, pois houve um acréscimo no comprimento da calda final da curva, representado por um abaulamento descendente, devido a lenta diminuição da condutividade elétrica, com a emissão do traçador salino emitido pelo sistema 1, enquanto que o sistema 2 já realizava o efeito de diluição. O tempo médio de residência foi no equipamento completo foi de 2,90min para o leito  $m_2$ , e 3,17min no leito  $m_3$ .

Durante alguns experimentos, foram detectadas as seguintes situações:

- a) Quantidades de elementos do fluido escoaram através do equipamento em tempo menor que outros tempos aferidos, para os mesmos sistemas e massas empregados.
- b) Variação do tempo gasto pelo fluido escoando pelos dispositivos, ser maior que outros tempos com massas e sistemas semelhantes.

Essas circunstâncias podem ocorrer em modelos não ideais, quando incorporam desvios da idealidade ocasionados por fenômenos de escoamento, que podem ser gerados no interior dos equipamentos. Outros autores também descrevem esses desvios, como Soares (1985), que usou traçadores na modelagem de unidades de aeração e decantação em estação de tratamento de esgotos; e Sasaki (2005), que estudou distribuição de tempos de residência em sistemas alimentados com vazão variável.

Entre esses fenômenos, atribui-se aos que apresentaram tempos menores que a média, passaram por espaços vazios favorecendo um escoamento denominado de “preferencial”. Já os experimentos com tempos maiores que a média obtida nas bateladas, podem ter alcançado às “zonas mortas”, que são regiões isoladas ou inacessíveis do equipamento, onde o fluido nelas aprisionados não interage com as regiões ativas; ou mesmo “zonas estagnantes”, onde a troca de matéria entre estas regiões ocorre lentamente.

Diante das observações das variações significativas, nos tempos percorridos nesses experimentos divergentes, (que foram três), o leito foi retirado do(s) recipiente(s) e a operação foi refeita; obtendo-se tempos e sinais de condutividade com comportamentos próximos aos demais, em igualdade de condições.

Comparando-se o formato das curvas  $E(t)$ , representados pelas figuras “33.a” e “35.a” do sistema 2 (crepina) com o comportamento das curvas  $E(t)$  do sistema 1 (filtros), representados pelas figuras “29.a” e “31.a”, pode-se perceber que houve um estreitamento na base das curvas, um aumento do pico e um atraso na saída do traçador para as vazões mais altas, indicando que a dispersão do traçador é menor nessas condições.

Esse comportamento pode ser alicerçado pelo fato que o sistema 1 apresenta baixa vazão ( $3,5 \pm 0,3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ), com características de fluxo laminar; enquanto que no sistema 2, com vazões mais bem maiores ( $45,0 \pm 2,0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ ), apresenta-se como fluxo turbulento, havendo maior transição do traçador. A referida análise comparativa, corrobora com o perfil de curvas  $E(t)$ , de Pegoraro (2012), quando estudou a distribuição de tempos de residência com cinco vazões diferentes, no processamento de líquidos com escoamento laminar em trocadores bitubular.

### 3.3 Conclusões

Para caracterizar o desempenho equipamento, investigou-se a maneira como o fluido escoava pelos sistemas 1 e 2, uma vez que o escoamento de um fluido através de determinado leito está sujeito a sofrer modificações que estão condicionadas às características intrínsecas dos sistemas operacionais. As informações sobre a distribuição de tempos de residência (DTR), das porções de fluido na corrente de saída do equipamento, foram obtidas pela técnica experimental de estímulo-resposta, com a injeção na forma de pulso por meio do traçador cloreto de sódio.

O sistema 1 apresentou valor de 7,32 min referente ao tempo médio que as partículas do fluido atravessam o leito de vermiculita expandida com  $m_2$  (1.400,0 g) e de 8,68 min para  $m_3$  (2.100,0 g); cujas massas representam equitativamente metade dos recheios do equipamento.

O sistema 2, gerou DTR médio de 2,05 min com  $m_2$  (1.400,0g), enquanto obteve resultado de 3,18 min quando operado com a massa de vermiculita  $m_3$  (2.100,0g).

O protótipo SATIFIC apresentou tempo médio de residência de 2,90 min quando usada uma massa  $m_2$  (2.800,0 g) de vermiculita expandida, e 3,18 min para uma massa  $m_3$  (4.200,0 g). Os dois sistemas que possuem massas iguais e atuam em paralelo no equipamento, apresentaram valores distintos, principalmente em decorrência das vazões empregadas.

Portanto, a tendência é que, durante a remoção de um cátion no fluido, quando o equipamento está em funcionamento completo (sistemas 1 e 2), se colete alíquotas com menores concentrações de salinas no sistema 1, para cada unidade de tempo devido o maior tempo de residência. Todavia, quando funcionando separadamente (que é uma vantagem do Protótipo SATIFIC), o sistema 2 executaria maiores volumes para a remoção de um sal ou cátion no fluido, em menor tempo.

---

## **CAPÍTULO IV**

### **Processos de adsorção e troca iônica realizados com o SATIFIC**

---



## 4.1 Materiais e Métodos

Essa etapa do trabalho, foi a que resultou na maior quantidade de análises geradas e consecutivamente no tratamento de dados. Foram realizados processos experimentais de adsorção e troca iônica com o protótipo desenvolvido - SATIFIC (já referenciado no Capítulo III). Houve percolação de soluções salinas contendo metais tóxicos, interagindo com leitos onde estavam presentes a vermiculita expandida (VM) operacionalizados no modo de batelada; cuja finalidade foi avaliar o comportamento de parâmetros cinéticos, durante a remoção dos cátions metálicos das soluções sintéticas inseridas, com concentração de  $100,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , em volume de  $200,0 \text{ L}$  de solução, contidos no tanque de alimentação.

### 4.1.1 Procedimento experimental

Inicialmente, foi realizada a experimentação do processo adsorptivo e de troca iônica com soluções de  $\text{Cr}^{3+}$ , em triplicata, com os mesmos leitos usados no capítulo 3, cujas massas foram aplicadas na caracterização do protótipo SATIFIC ( $m_1 = 1.400,0 \text{ g}$ ;  $m_2 = 2.800,0 \text{ g}$  e  $m_3 = 4.200,0 \text{ g}$ ). Cada ensaio era realizado durante  $24 \text{ h}$ , e as coletas eram efetuadas de hora em hora no tanque de alimentação. Em seguida as alíquotas de  $100,0 \text{ mL}$  foram rotuladas e preservadas em recipientes de adequados e mantidos sob refrigeração.

Em condições operacionais idênticas, foram realizadas bateladas com soluções  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ . As análises foram aferidas para os tempos de coletas de  $1 \text{ h}$ ,  $3 \text{ h}$ ,  $5 \text{ h}$ ,  $7 \text{ h}$ ,  $9 \text{ h}$ ,  $12 \text{ h}$ ,  $15 \text{ h}$ ,  $18 \text{ h}$ ,  $21 \text{ h}$  e  $24 \text{ h}$ , usando as massas  $m_2$  e  $m_3$ . As coletas eram realizadas em três pontos distintos, quais sejam: válvula de saída do sistema 1, do sistema 2, e do tanque de alimentação.

Nas soluções multimetais, que consistiam em misturas dos três sais, respectivamente usados anteriormente; foram realizadas do modo que cada cátion compunha uma concentração individual de  $33,33 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , totalizando matematicamente em  $100,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para a mistura sintética poluente.

Em todos os experimentos, após o acionamento da bomba centrífuga, o módulo piloto foi manipulado de forma que a vazão de alimentação do sistema 1, era

de  $3,5 \pm 0,3 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , enquanto que, para o sistema 2 (crepina) permanecia com  $45,0 \pm 2,0 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ .

Em sequência, foram realizadas as análises de absorção atômica para aferir a as concentrações do equilíbrio em cada tempo observado, e com isso avaliar cinética do processo para a remoção dos cátions em função do tempo. Onze tipos de análises em parâmetros físico-químicas foram também realizados, com as alíquotas coletadas em função do tempo.

Todos os procedimentos experimentais foram realizados nas dependências do Laboratório de Referência em Dessalinização, do Departamento de Engenharia Química, da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Campus I.

#### **4.1.2 Detecção das concentrações nos adsorbatos**

As análises foram realizadas por meio da técnica da espectroscopia por absorção atômica pelo método da chama, para determinar a concentração dos íons metálicos de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , ao longo dos tempos de observação. O equipamento usado de AAS é peculiar da marca Varian - modelo AA240, com o gás argônio de alto grau de pureza como gás de fluxo interno e ar comprimido como gás oxidante, conforme metodologia técnica do espectrômetro.

Cada leitura foi avaliada em triplicata do modo automático do equipamento, em intervalos de 5,0s com correção do *background* por lâmpada de deutério. A corrente aplicada na lâmpada de cátodo oco era de 10,0mA. Para calibração da curva analítica foram injetadas quatro soluções de concentrações distintas, nas escalas de faixas de trabalho ideal para detecção do espectro dos comprimentos de ondas avaliados, evitando ao máximo operações de diluições durante as análises. Na amostra em branco foi utilizada água deionizada.

##### **4.1.2.1 Cinética da remoção dos cátions metálicos**

A compreensão da cinética química necessita do monitoramento das condições experimentais por meio de pontos representativos; quanto maior a quantidade de coletas em função do tempo, maior número de pontos representativos.

A remoção nos cátions presente em solução, foi calculado por meio da Equação 14, para cada cátion em relação a massa usada como meio adsorvente.

$$R(\%) = \frac{C_i - C_e}{C_i} \times 100 \quad (14)$$

Onde:  $C_i$  e  $C_e$  representam, respectivamente, a concentração inicial do metal na solução ( $\text{mg.L}^{-1}$ ) e a concentração do equilíbrio em determinado intervalo de tempo.

#### 4.1.2.2 Processos de adsorção

Pode ser descrito quantitativamente por meio de uma isoterma que fornece a quantidade de matéria (ou massa ou mol) de substância adsorvida por grama de sólido, por unidade de volume, versus a concentração de soluto adsorvido ou versus o tempo.

Para esse tipo de processo, onde não há uma série de soluções com concentrações iniciais diferentes, mas sim, uma única concentração inicial, com a adsorção avaliada até o encerramento da batelada; para obter valores da capacidade de adsorção ( $q$ ), devemos fazer um balanço de massa, em que a quantidade de adsorbato no adsorvente deve ser igual à quantidade de adsorbato removido da solução. Ou em termos matemáticos pela Equação 15:

$$q = \frac{C_i - C_e}{m} \times V \quad (15)$$

Onde:  $C_i$  é a concentração inicial do adsorbato adicionado ao sistema,  $C_e$  a concentração no equilíbrio em determinada unidade de tempo após a adsorção,  $m$  é a massa (g) da VM, e  $V$  é o Volume da solução (L).

#### 4.1.2.3 Análises físico-químicas nas bateladas

No tocante aos procedimentos físico-químicos, as análises realizadas nas soluções precursoras e adsorbatos (permeados), foram para os parâmetros de condutividade elétrica, potencial hidrogeniônico, sólidos totais dissolvidos, sódio, potássio, cálcio, magnésio, alumínio, ferro, sílica e cloreto; usando as metodologias descritas no Standard Methods (APHA, 2012).

## 4.2. Resultados e Discussões

Todos os ensaios com volumes 200,0 L de soluções sintéticas contaminantes, ocorreram por meio do protótipo SATIFIC, realizando vários processos de remoção por meio de percolação também denominada de lixiviação inversa. Algumas alíquotas coletadas dos permeado, bem como, soluções precursoras e águas dessalinizadas durante a preparação das soluções foram devidamente rotuladas, conforme dispostas na Figura 40.

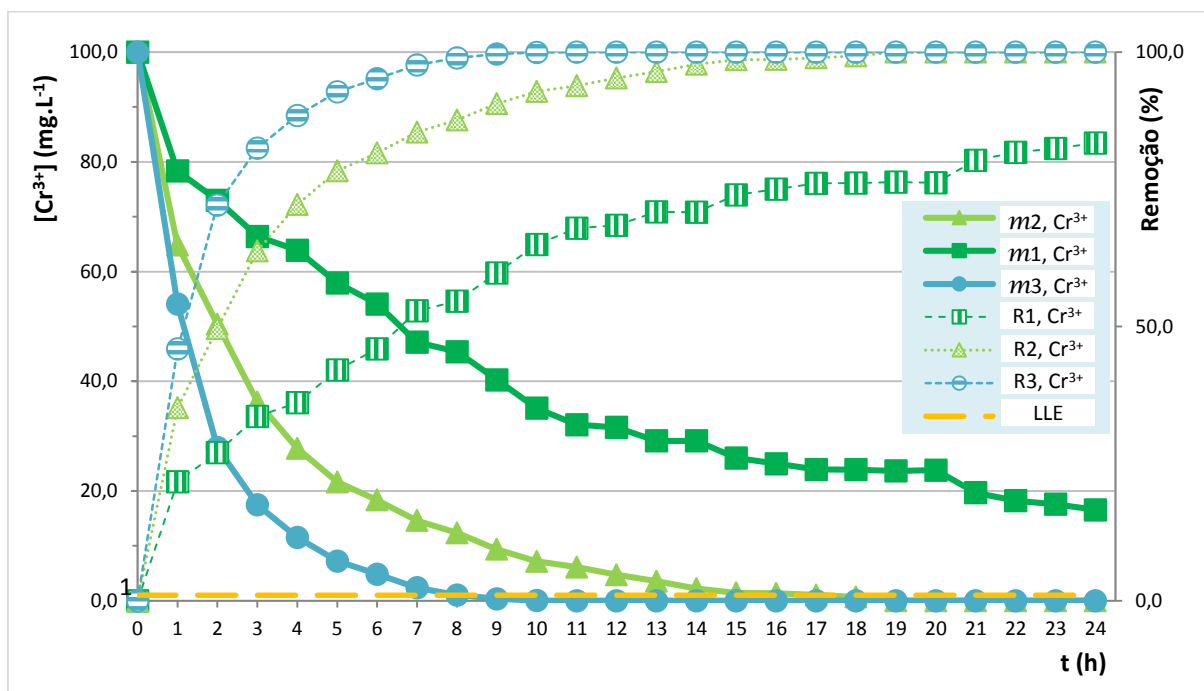
**Figura 40 – Soluções e alíquotas das bateladas**



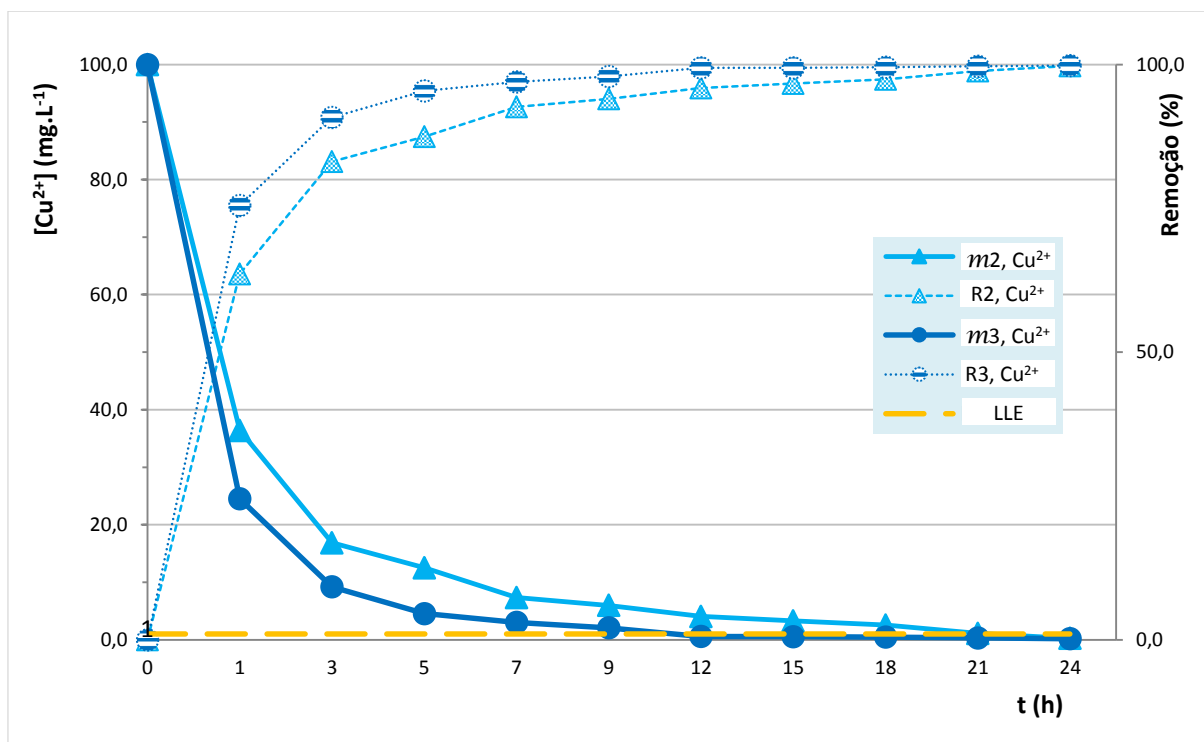
Fonte: SILVA, H. C., 2018; LABDES, 2018.

### 4.2.1 Cinética da remoção dos íons contaminantes

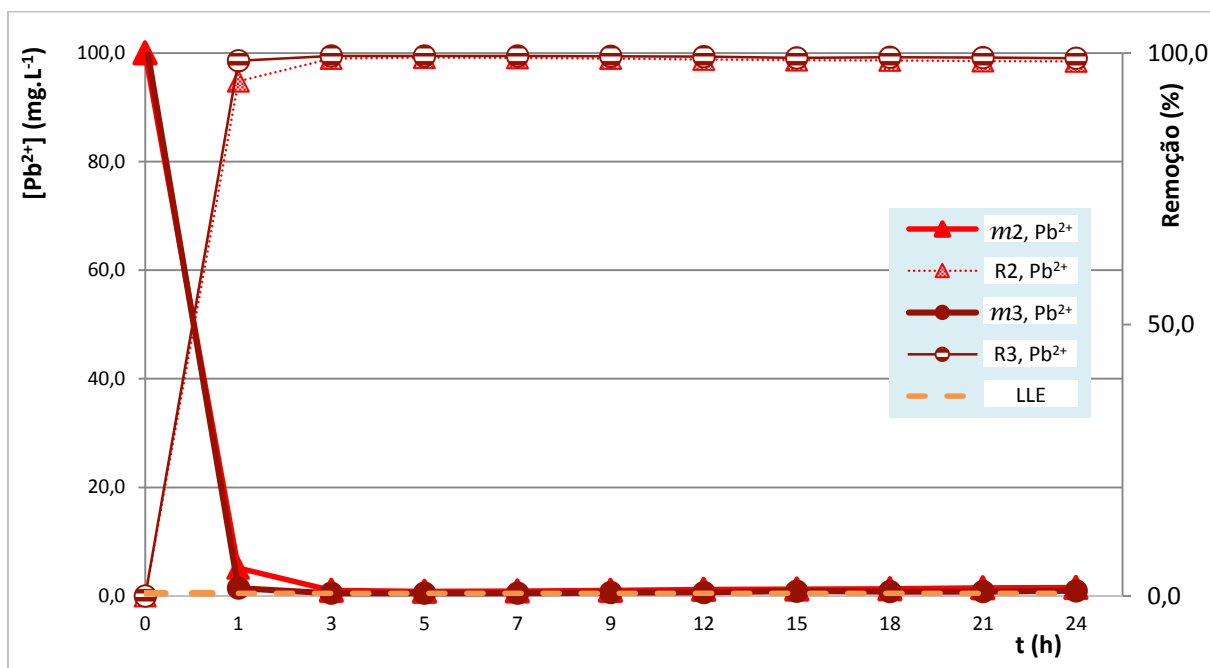
Os resultados dos experimentos realizados por meio de bateladas, usando a espectroscopia por absorção atômica como ferramenta, para determinar o comportamento dos íons metálicos de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , nas soluções de cada cátion, respectivo, presentes no adsorbato, ao longo dos tempos de percolação; estão demonstrados nas Figuras de 41 a 43, pelas curvas de concentrações, e concomitantemente, das remoções.

Figura 41 – Concentração e remoção de  $\text{Cr}^{3+}$  com  $m_1$ ,  $m_2$  e  $m_3$ , em função do tempo.

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 42 – Concentração e remoção de  $\text{Cu}^{2+}$  com  $m_2$  e  $m_3$ , em função do tempo.

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 43 – Concentração e remoção de  $Pb^{2+}$  com  $m2$  e  $m3$ , em função do tempo.

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

De acordo com os gráficos obtidos, fica discernido que as remoções dos íons contaminantes ocorreram basicamente em três etapas:

- Etapa linear: tem início com uma rápida difusão na superfície externa da partícula, ao qual denomina-se de adsorção instantânea;
- Etapa limitante: inicia com estágio de adsorção contínua, onde a difusão é a etapa limitante do processo;
- Etapa de equilíbrio final: tem como início o equilíbrio final onde a difusão intrapartícula começa a decair juntamente com a baixa concentração do adsorvente e uma menor disponibilidade de sítios para a quimissorção.

Ao longo da batelada, com alíquotas coletadas em cada intervalo de 60 min, constatou-se que a remoção máxima foi de 83,42% para  $m1$  com 24 h, 100,00% (conforme limites de detectados pelo equipamento de EAA) para  $m2$  já com 19 h; e de também 100,00% para  $m3$  com apenas 10 h de operação.

Verifica-se que processo da adsorção e troca iônica, conotado pela remoção dos íons de  $Cr^{3+}$ , ocorreu com a eficiência na seguinte ordem:  $m3 > m2 > m1$ , como

já esperado, devido a uma maior carga do leito de VM, apresentando respectivamente, maior quantidade de partículas, acarretando em maior área superficial e sítios ativos para a adsorção e/ou troca iônica com o adsorvato.

Com fulcro na normativa vigente do CONAMA, que apresenta valor máximo permissível do limite para lançamento de efluente (LLE), de  $1,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para  $\text{Cr}^{3+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$ ; e de  $1,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para  $\text{Pb}^{2+}$ , pode-se afirmar que após o tratamento aplicado, os resultados apontam que:

O permeado de  $\text{Cr}^{3+}$  obtido do processo, na forma de efluente tratado, é considerado sem dano ao meio ambiente com o recheio *m2* após a 17<sup>a</sup> hora, apresentando 1,05, e  $0,67 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  com 18 h, onde logo após, a concentração não é mais detectada pelo equipamento em partes por milhão. Para o leito com *m3*, o nível de concentração dos cátions metálicos para o LLM é atingido com o tempo de 8 h, caindo para  $0,34 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  com 9 h de processamento, onde não é mais detectado após as 11 h.

Diante do exposto, os dois recheios (*m2* e *m3*) obtiveram êxito, e são capazes de tratar os resíduos oriundos de cromo com concentrações de até  $100,00 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , nas condições operacionais e tempos descritos. Todavia, a quantidade de massa de vermiculita aplicada no recheio *m1*, mesmo ao término das bateladas nas 24 h de operação, não foi eficaz, cuja concentração era em média  $16,58 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; por conseguinte, o efluente não pode ser emitidos para redes coletoras ou para corpos aquíferos.

As bateladas com a solução de cobre apresentam cinética de remoção dos íons para a etapa inicial e etapa de equilíbrio com valores próximos às operações com  $\text{Cr}^{3+}$ , Totalizando 63,61% de remoção com recheio *m2* na primeira hora, e absorção máxima de 99,74% alcançada com o tempo de 24 h. Com o recheio *m3*, a adsorção no tempo de 1 h foi de 72,89%, alcançando a teor de 97,32% de remoção com 10h.

Com *m2*, o permeado de  $\text{Cu}^{2+}$  é considerado aprovado para emissões após 21 h ( $1,11 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), e com maior grau de segurança com tempo próximo de 24h, cujo valor é de  $0,26 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  desses cátions na solução final. Para o recheio *m3*, a aprovação, segundo o LLM, é limítrofe a 11 h, possuindo concentração de  $0,59 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  com 12h, e decrescendo até traços de  $0,18 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  em 24h.

Na cinética do chumbo, constata-se uma excelente afinidade química para a adsorção logo nos primeiros instantes do experimento. Nas bateladas com recheio *m2*, foram removidos expressivos 94,84% do íon metálico logo na primeira hora, atingindo com isso rapidamente a etapa limitante do processo no tempo de 3 h, com 99,08 % de remoção. A maior taxa de remoção alcançada foi no tempo de 5 h com 99,21%; após esse tempo a concentração dos íons  $Pb^{2+}$ , foi aumentando infimamente, retornando para o meio aquoso até as 24 h de operação. Com o recheio *m3*, houve novamente uma rápida remoção no início do experimento, semelhante à citada; cujo teor adsorvido de cátions  $Pb^{2+}$  foi 98,58 % com 1 h, tempo esse que já atingia a etapa limitante do processo. A máxima remoção ocorreu no tempo de 3 h, com teor de 99,52 %, após esse tempo, houve de forma análoga, diminutas trocas iônicas, aumentando e diminuindo as concentrações no decorrer do tempo.

Com lastro no CONAMA (2011), observa-se que o permeado em *m2* ainda não pode ser liberado para emissão, a menos que seja realizado outra batelada em sequência, ou que seja aplicado um outro processo convencional, como por exemplo filtração com membranas ou mesmo precipitação química para diminuir de  $0,79 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  até o limite permitido ( $0,5 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ). Com relação ao processamento com recheio *m3*, é correto afirmar que o permeado é considerado aprovado para emissões com apenas 3 h de operação no tanque de alimentação, pois apresenta médias de concentrações com  $0,48 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de resíduo de  $Pb^{2+}$ .

A retirada do adsorbato para o efluente contendo  $Pb^{2+}$  pode ser realizada, com maior segurança, ente o intervalo de tempo compreendido entre 3 h e 7 h, pela válvula de coleta do sistema 1, que apresenta valores de  $0,39 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  a  $0,50 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; já que possui menor vazão para o mesmo jorro de leite, e consecutivamente, maior tempo de residência, havendo sobretudo, melhor desempenho no processo de troca catiônica entre a vermiculita e o fluido.

Esses resultados pode ser comparados com os de Badawy *et al.* (2010), que utilizaram a mesma concentraçãoo inicial e o mesmo tempo de operação, em estudos cinéticos com vermiculita como permutador para íons de  $Cr^{3+}$  e  $Cu^{2+}$ ; no qual, examinaram a relação existente entre a quantidade de adsorvente (vermiculita), com nove concentrações diferentes no intervalo de  $0,125 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  a  $3,50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  e equilibradas durante 24 h na presença de uma concentração fixa de íons metálicos inicial de 100

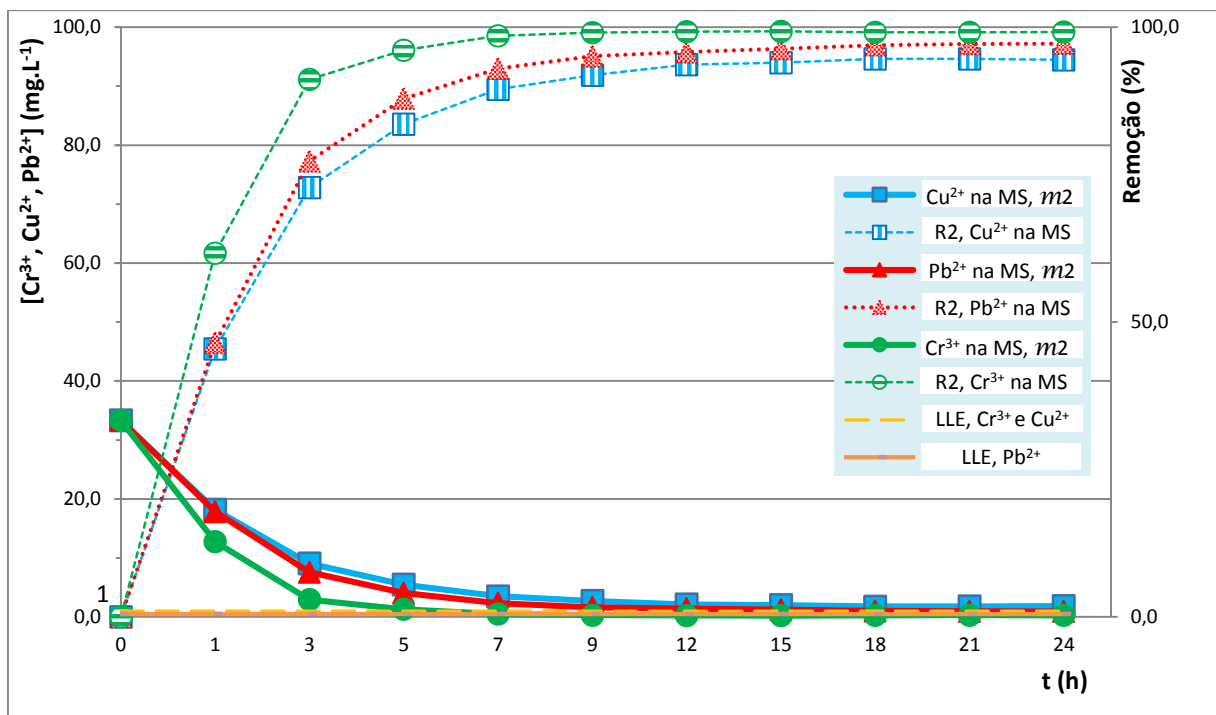


$\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , onde o tempo de agitação era 24 h e temperatura de  $25,0^\circ\text{C}$ . A adsorção dos íons metálicos aumentou com uma dose crescente da argila, sendo de 20,0% ( $0,125\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) à 70,0% ( $0,250\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ). Também foi observado a adsorção quase constante em doses superiores a  $2,50\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  até  $3,50\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ , obtendo valores próximos de 80,0% de eficiência na remoção.

Avalia-se então, que a remoção da atual pesquisa obteve maior eficiência, quando comparado ao estudo citado, embora, os autores não tenham trabalhado com protótipos de maior capacidade volumétrica, mas sim, com testes de bancada.

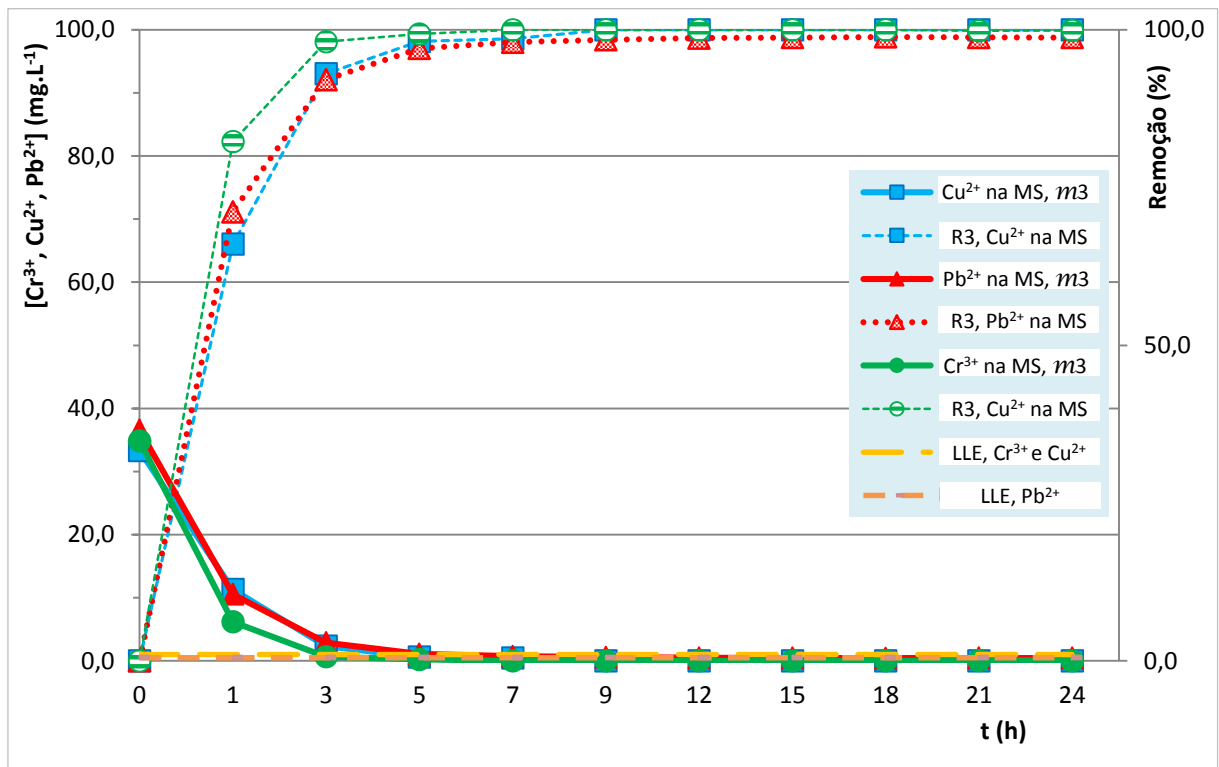
As soluções obtidas pela misturas dos sais, executadas de modo estequiométrico, com 33,33% para cada cátion correspondente ( $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ ), totalizando 100 partes por milhão ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) de metais tóxicos, foram também processadas com os jorros de leite *m2* e *m3*, e estão demonstradas pelas Figuras 44 e 45, relativo às curvas de concentrações e remoções, em função do tempo.

**Figura 44 – Concentração e remoção de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  na mistura salina com *m2*, em função do tempo.**



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

**Figura 45 – Concentração e remoção de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  na mistura salina com  $m3$ , em função do tempo.**



Fonte: SILVA, H. C.,2018.

Observou-se que com o passar do tempo, frações da espécies metálicas migram da solução, através da camada limite adsorvente, para os locais ativos do adsorvente e são, conseqüentemente adsorvidos. Portanto, com o aumento do tempo operacional, a resistência da camada limite será reduzida e haverá um aumento na mobilidade dos íons na solução, favorecendo ainda mais a adsorção e troca iônica. Gode e Pehlivan (2006), também observaram esse fato quando estudaram efeito tempo, concentração e pH, para remoção de cromo (III).

No processo com o jorro  $m2$ , os íons de  $\text{Cr}^{3+}$  foram os que apresentaram maior competitividade e afinidade para a quimissorção, apresentando já na sétima hora uma concentração de  $0,48 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , cujo decaimento continuou, até quando, não apresentou diferenças significativas ao nível de 5% de significância entre 12 h e 24 h, com média de valores de  $0,26 \pm 0,03 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , onde chegou a 99,30% de remoção.

Já em relação aos outros dois íons metálicos presentes, o permeado mesmo apresentando altos índices de remoção, sendo 94,45 % ( $1,85 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) para o íons de  $\text{Cu}^{2+}$ , e de 97,54 % ( $0,82 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) para as espécies de  $\text{Pb}^{2+}$ ; ainda não apresentavam

resultados que atingissem o LLE, respectivo de cada cátion, não podendo, portanto ser realizado a emissão em vias coletoras.

Nos ensaios com *m3*, a remoção das espécies de  $\text{Cr}^{3+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$ , se comportou forma similar, onde os resultados comparativos entre eles, a partir de 9 h, não apresentavam diferenças estatísticas, inclusive ficando algumas alíquotas sem detecção pelo equipamento. O limite almejado foi alcançado em 3 h ( $0,65 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) para o  $\text{Cr}^{3+}$ , e com 5 h ( $0,61 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) para o  $\text{Cu}^{2+}$ . Para os cátions de  $\text{Pb}^{2+}$ , o limite também foi alcançado, no período próximo de 10h, e permaneceu em equilíbrio entre 12h e 24 h, com  $0,45 \pm 0,03 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . A eficiência máxima da remoção foi de 100,0% (quando não mais detectáveis pelo equipamento de EAA) para  $\text{Cr}^{3+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$ , e de 98,86% para o  $\text{Pb}^{2+}$ .

De uma maneira geral, podemos afirmar, que a remoção dos cátions metálicos nas misturas salinas, para as condições descritas para o processo, ocorreu sistematicamente na ordem:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Pb}^{2+} \geq \text{Cu}^{2+}$  com jorro de leite *m2*; e com:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Cu}^{2+} \geq \text{Pb}^{2+}$  no recheio *m3*.

Esse comportamento na ordem observada, pode ser explicado, como forte argumento, que os cátions de  $\text{Cr}^{3+}$ , apresentam periodicamente maior acessibilidade às superfícies de determinados poros do leite, devido ao seu pequeno raio iônico, quando comparado aos de  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ . Essa explicação corrobora com o detectado nos estudos de Bhattacharyya e Gupta (2008), no estudo da adsorção de alguns metais pesados sobre caulinita natural e modificada.

#### 4.2.2 Processos de adsorção

Com o intuito de estudar o fenômeno da adsorção, a quantidade de mols de cada íon metálico no equilíbrio foi determinada para a comparação com o proposto por Gilles e Smith (1974). As isotermas de tempo têm como objetivo encontrar o tempo de saturação do material, ou seja, o tempo ótimo de reação em que o equilíbrio é atingido durante processos de adsorção e troca iônica.

Essas isotermas permitem aferir a quantidade do cátion adsorvido por grama de vermiculita aplicada nos leitos. Juntamente ao modelo cinético linearizado ajustado ao modelo de Langmuir, estão apresentadas nas Figuras de 46 a 52, correspondente a cada cátion adsorvido no fluido correspondente, pela vermiculita.

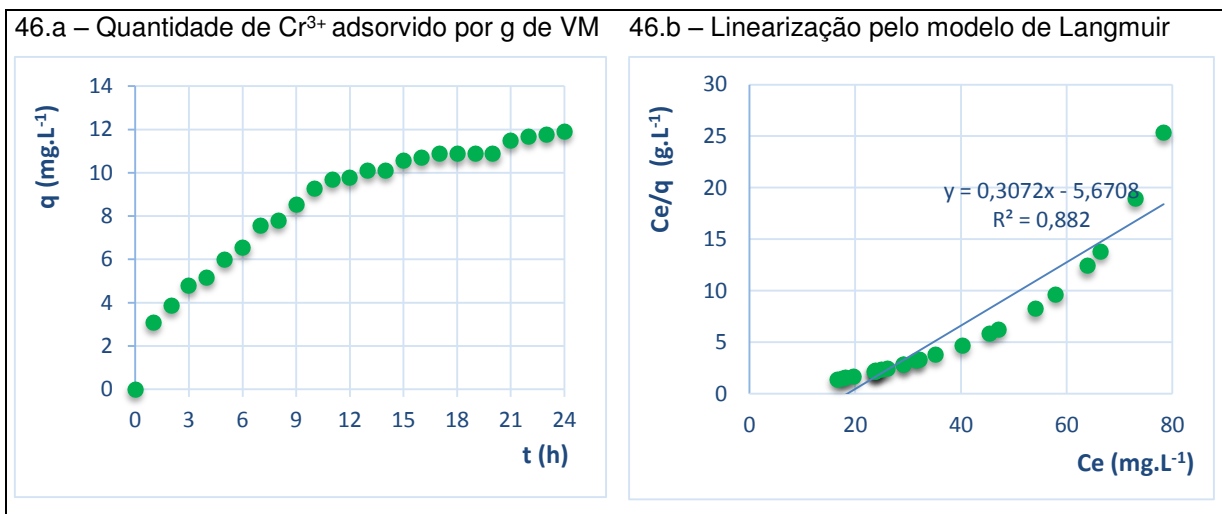
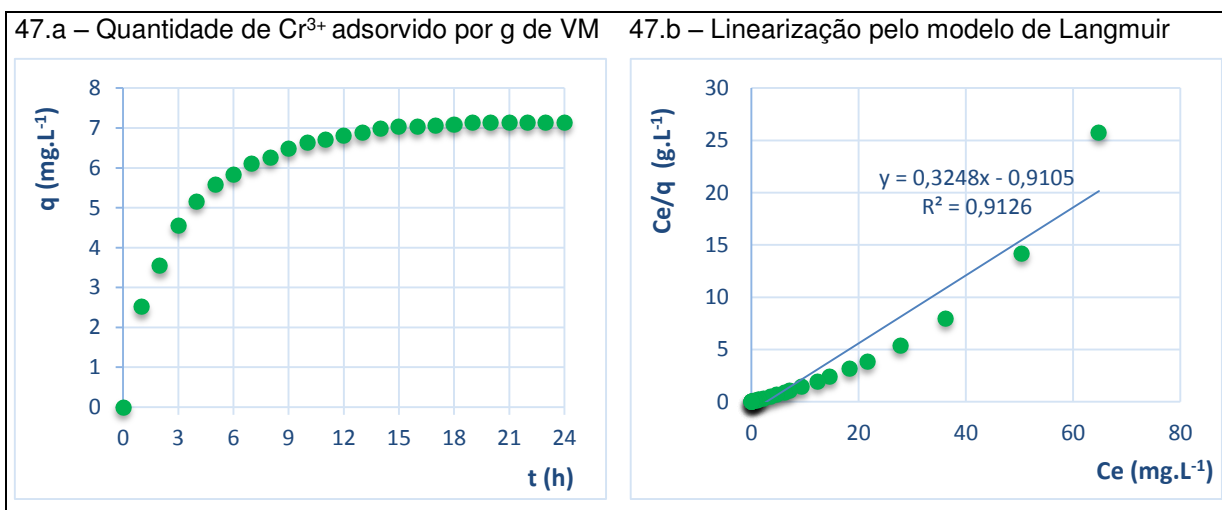
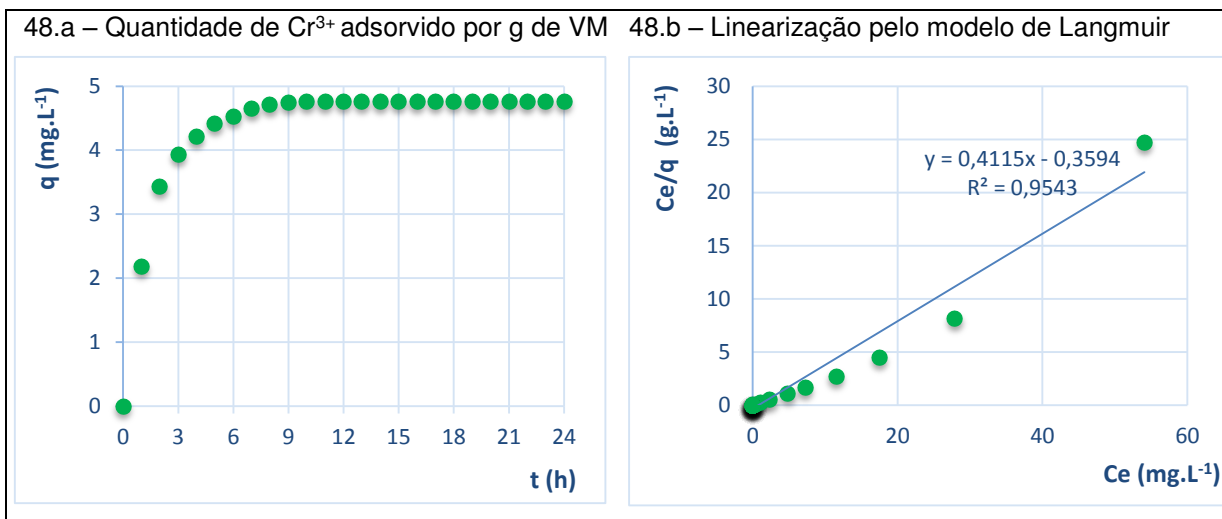
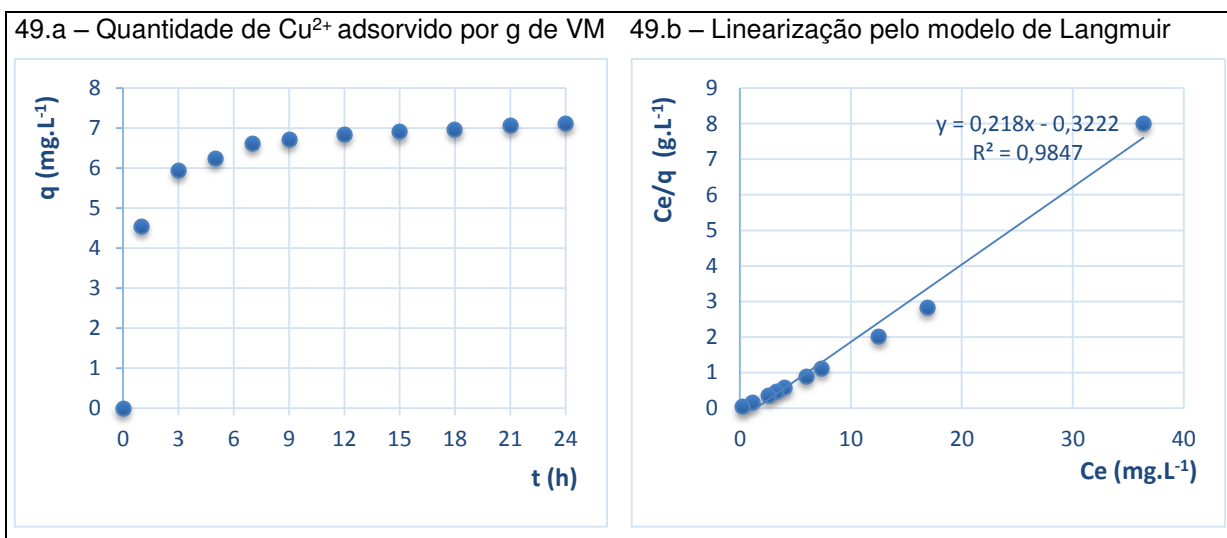
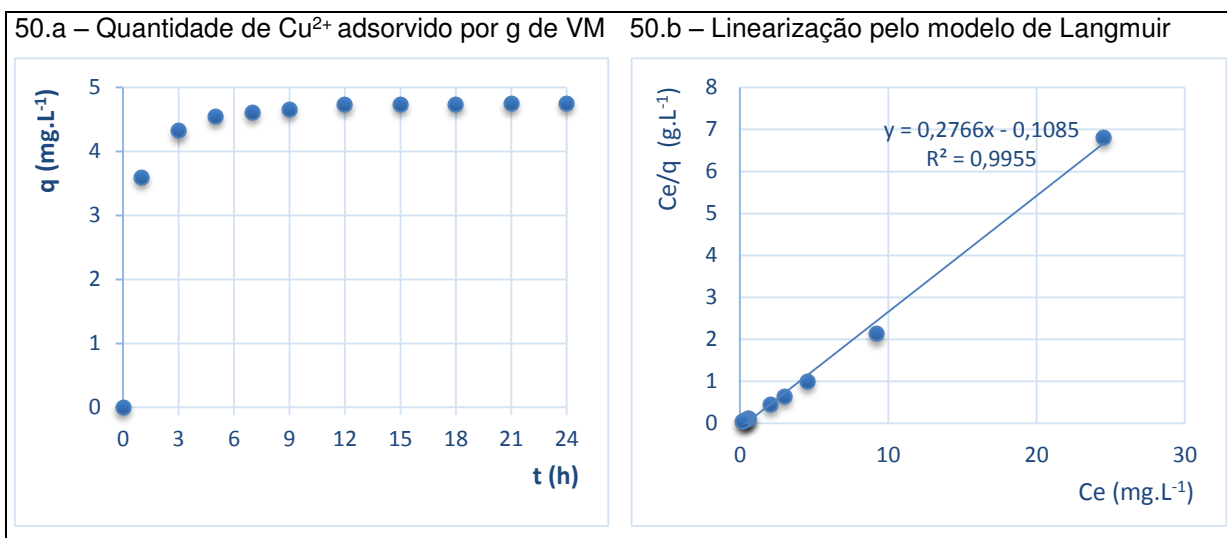
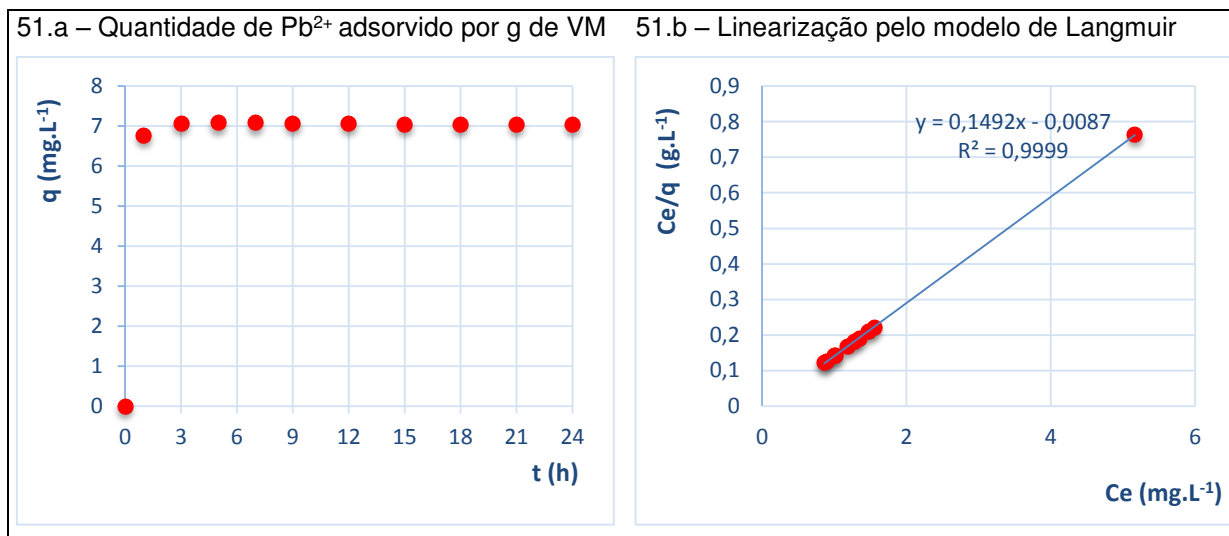
Figura 46 – Isotermas da adsorção dos íons de cromo com  $m1$ Figura 47 – Isotermas da adsorção dos íons de cromo com  $m2$ Figura 48 – Isotermas da adsorção dos íons de cromo com  $m3$ 

Figura 49 – Isotermas da adsorção dos íons de cobre com  $m2$ 

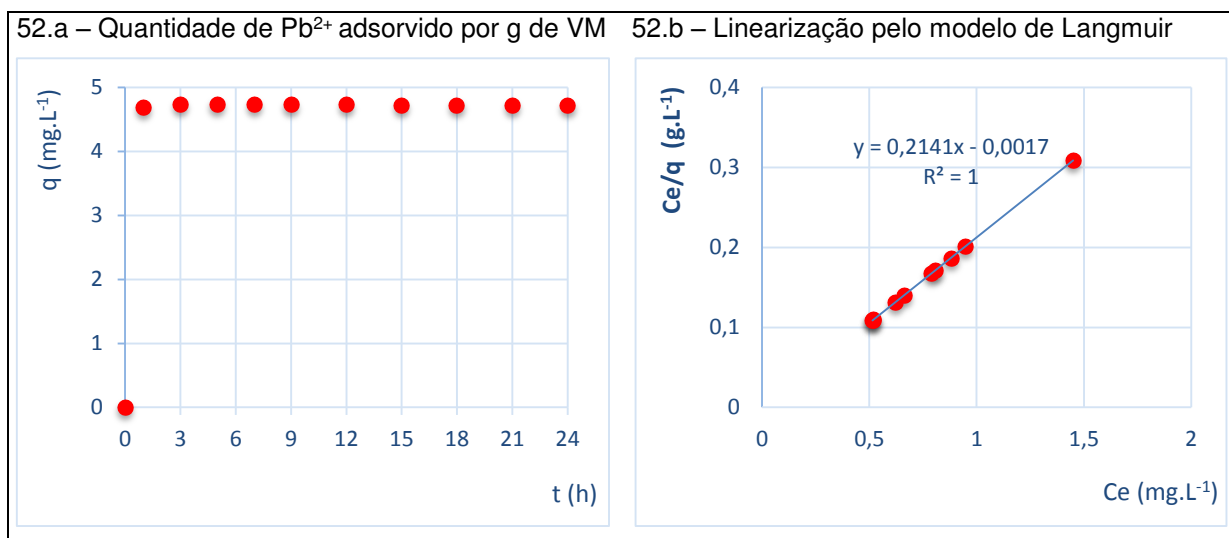
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 50 – Isotermas da adsorção dos íons de cobre com  $m3$ 

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

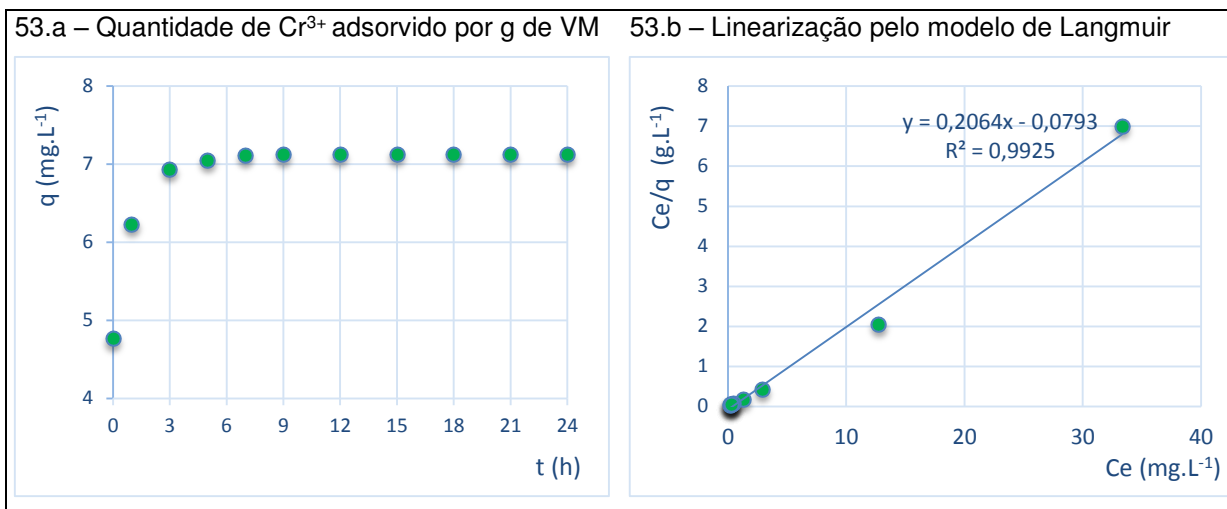
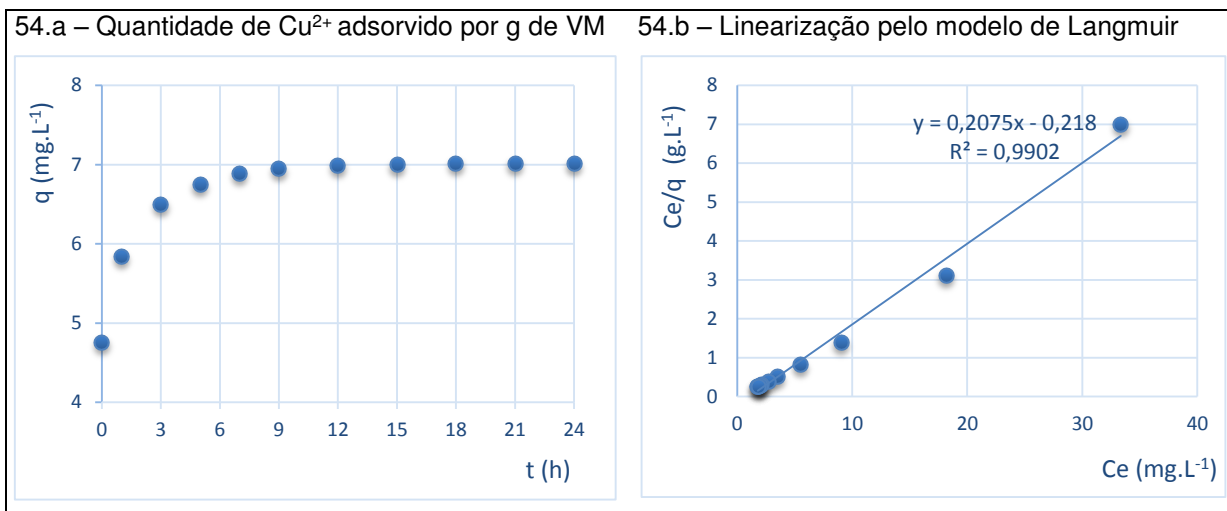
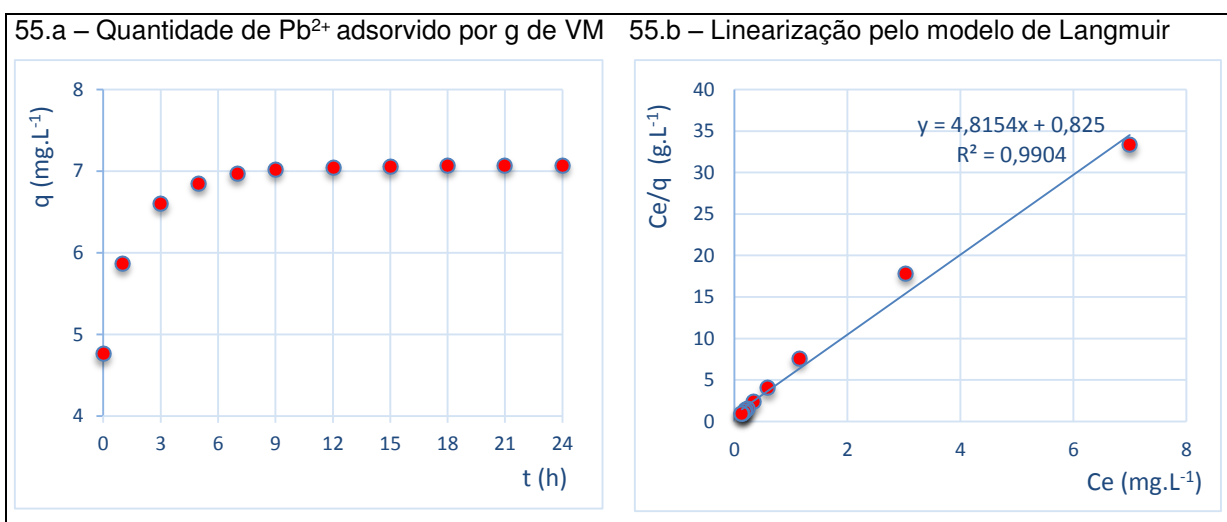
**Figura 51 – Isotermas da adsorção dos íons de chumbo com *m2***

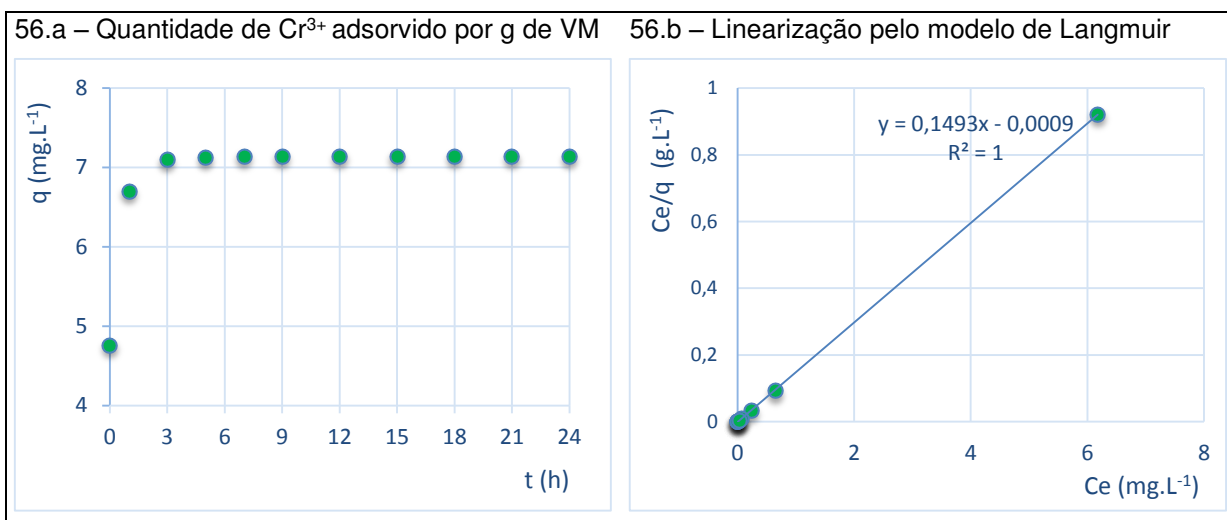
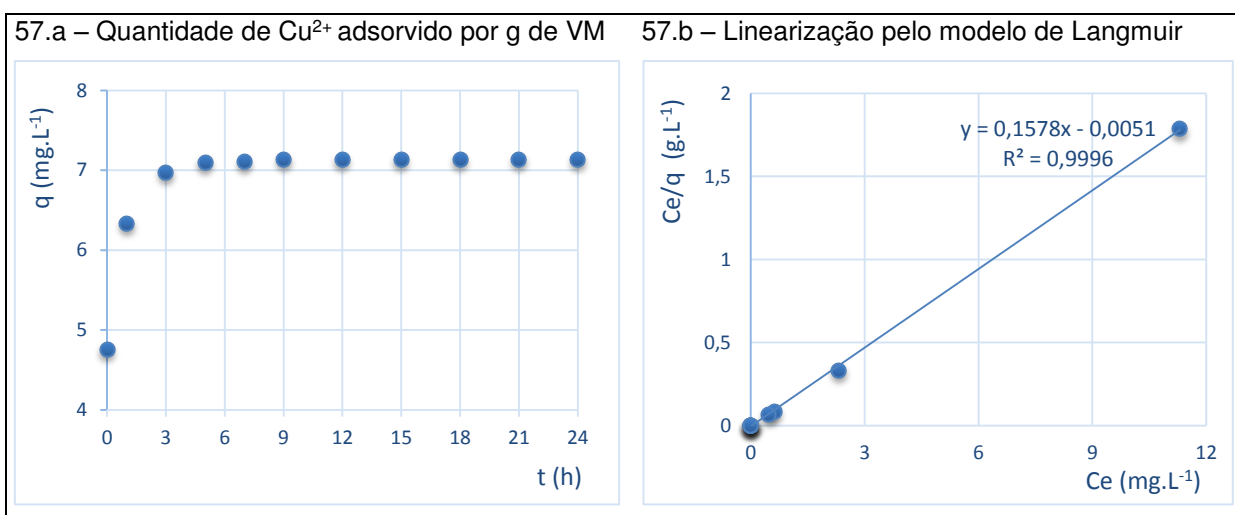
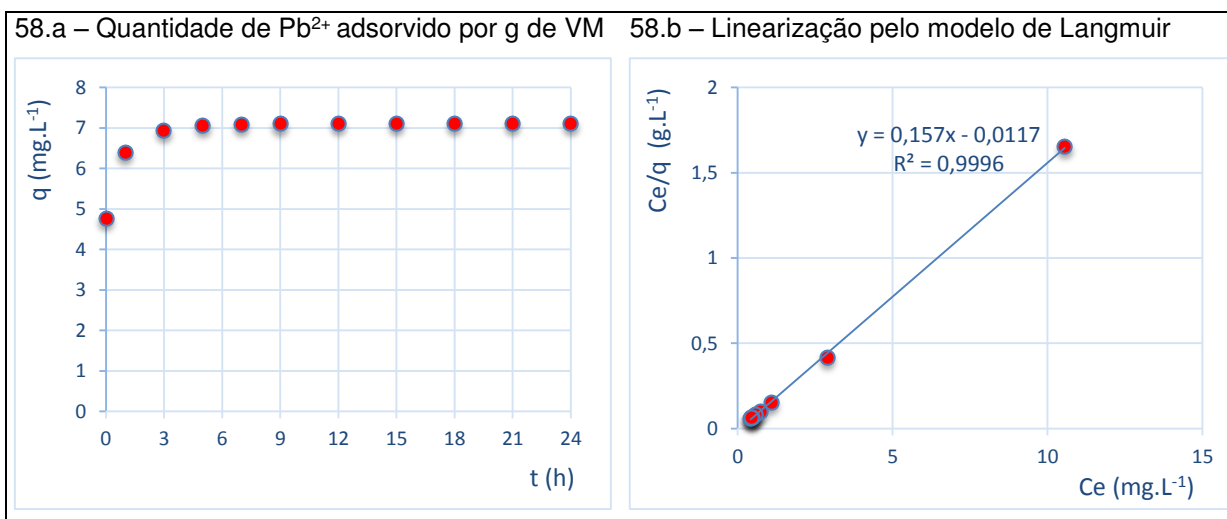
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

**Figura 52 – Isotermas da adsorção dos íons de chumbo com *m3***

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Nas misturas salinas, contendo os cátions estudados para os leitos *m2* e *m3*, também foram realizadas as isotermas e devidas correlações com o modelo cinético de Langmuir, conforme demonstrado nas figuras de 53 a 58.

**Figura 53 – Isotermas da adsorção de  $\text{Cr}^{3+}$  na mistura salina com  $m_2$** **Figura 54 – Isotermas da adsorção de  $\text{Cu}^{2+}$  na mistura salina com  $m_2$** **Figura 55 – Isotermas da adsorção de  $\text{Pb}^{2+}$  na mistura salina com  $m_2$** 

**Figura 56 – Isotermas da adsorção de  $\text{Cr}^{3+}$  na mistura salina com  $m3$** **Figura 57 – Isotermas da adsorção de  $\text{Cu}^{2+}$  na mistura salina com  $m3$** **Figura 58 – Isotermas da adsorção de  $\text{Pb}^{2+}$  na mistura salina com  $m3$** 



Com as isotermas geradas, podemos destacar que o processo, levando em consideração a adsorção monoelementar para os íons de  $\text{Cr}^{3+}$  diante da  $m1$ , é convergente para o modelo da forma de Langmuir (**L**), em função de apresentar inclinação não linear e côncava em relação à abcissa, conforme a Figura 5 (Revisão da Literatura). De maneira análoga, as demais isotermas monoelementares de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$  para  $m2$  e  $m3$ , bem como, nas misturas multielementares demonstram acompanhar o caso especial, denominado por curva do tipo *High affinity* (**H**), sendo fato mais notório para  $\text{Pb}^{2+}$  em soluções monoelementares. Nesse caso é possível inferir que a superfície do adsorvente possui alta afinidade pelo soluto adsorvido.

É importante ressaltar que a medida que a massa é aumentada, haverá um maior quantitativo de sítios à disposição para adsorver um mesmo valor de cátions. Conseqüentemente, a relação matemática que afere a adsorção realizada por grama do leito de vermiculita” ( $q$ ), diminui em todos os casos; evidenciando, sobretudo, que ao final da percolação, as operações em que eram aplicadas menores massas, apresentavam, respectivamente, mais partículas saturadas nas superfícies e sítios ativos.

Verificou-se que usando o leito VM no sistema proposto, com o fluido de cada cátion separadamente, a capacidade adsorvente por grama de vermiculita, em cada litro de solução, nos primeiros instantes reacionais (coletado a 1h), é maior para a adsorção dos íons de  $\text{Pb}^{2+}$  (6,67 mg em  $m2$  e 4,69 mg em  $m3$ ), seguida dos íons de  $\text{Cu}^{2+}$  (4,54 mg em  $m2$  e 3,59 mg em  $m3$ ), por conseguinte, são os íons de  $\text{Cr}^{3+}$  (2,51 mg em  $m2$  e 2,18 mg em  $m3$ ), os que apresentam menor potencial de adsorção inicial. O resultado final para esses processos adsorptivos, na primeira hora de operação, pode ser brevemente resumido como:  $\text{Pb}^{2+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Cr}^{3+}$ .

Diagnosticou-se que a média das bateladas  $m1$  de  $\text{Cr}^{3+}$ , apresentou valor de adsorção nessa primeira hora supracitada, correspondente a 3,09 mg (para cada grama de VM em 1,0 L de solução), e que a sua adsorção foi considerada mais expressiva no tempo de 24 h, com 11,91 mg, embora ainda exista, mais cátions metálicos do adsorbato, livres no meio aquoso; porém, deduz-se que as áreas superficiais e sítios interlamelares já estavam saturados para a realização de processo adsorptivo.

As capacidades máximas de adsorção por grama de VM em 1,0 L de solução, com *m2* foram de: 7,14mg para o  $\text{Cr}^{3+}$ , entre 19h e 24h; 7,12mg para o  $\text{Cu}^{2+}$ , com 24 h; e de 7,08mg para o  $\text{Pb}^{2+}$ , com 5h. Enquanto que, com *m3* foram de: 4,76mg para o  $\text{Cr}^{3+}$ , entre 10h e 24h; 4,75mg para o  $\text{Cu}^{2+}$ , com 24h; e com 4,73mg para o  $\text{Pb}^{2+}$  no período decorrido com 3h.

É importante estabelecer a dependência do tempo em processos de adsorção, sendo um dos principais fatores que estabelece a eficiência da remoção. Um aumento adicional no tempo de contato, após 5 h (com o leito em *m2*) e 3 h (com o leito em *m3*) teve um efeito insignificante na sorção dos cátions de  $\text{Pb}^{2+}$ , após íons metálicos. Por conseguinte, o processo precisa continuar para os cátions de  $\text{Cu}^{2+}$ , pelo menos até próximo de 24 h para o  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cr}^{3+}$  atingirem a adsorção máxima com leito *m2*. Já com leito *m3*, foram selecionados como o período  $\geq 12$  h, como tempo de contato ótimo para os cátions  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Cr}^{3+}$ .

Durante os tempos estudados, observou-se que as capacidades de adsorção dos cátions por grama de leito, foram se aproximando à medida que aumentava o tempo de operação, entre os cátions de mesma quantidade de leito, seja com *m2* ou com *m3*, onde não apresentaram diferenças significativas ao nível de 5,0% de significância no final do processo.

As isotermas experimentais foram ajustadas aos modelos de *Langmuir*, onde observou-se uma adaptação razoável com o jorro de leito *m1* no  $\text{Cr}^{3+}$  ( $R^2 = 0,882$ ), e boa concordância do mesmo cátion, com *m2* ( $R^2 = 0,9126$ ) e *m3* ( $R^2 = 0,9543$ ). O ajuste melhorou para o  $\text{Cu}^{2+}$  com *m2* ( $R^2 = 0,9847$ ) e ainda mais com *m3* ( $R^2 = 0,995$ ). Com relação ao  $\text{Pb}^{2+}$  o ajuste ao modelo de *Langmuir* foi de  $R^2 = 0,999$  com *m2* e  $R^2 = 1,0$  com *m3*.

Portanto, para os três cátions estudados, os resultados indicam que o processo de adsorção ocorreu em monocamadas, uma vez que as isotermas seguiram o modelo de *Langmuir*. Onde é importante destacar que, à medida que a massa do leito aumentava, o coeficiente de correlação correspondente ao ajuste ao modelo também aumentava.

Nas soluções que coexistiam multimetálicos, a análise comparativa é expressa sempre da mesma maneira para todas as bateladas:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Pb}^{2+} \geq \text{Cu}^{2+}$ .

Na primeira hora, a adsorção com o jorro de leite  $m_2$  foi de 6,23mg para o  $\text{Cr}^{3+}$ , 5,86 mg para o  $\text{Pb}^{2+}$  e 5,84mg para o  $\text{Cu}^{2+}$ . As capacidades máximas de adsorção por grama de VM em  $m_2$  foi de 7,12g para o  $\text{Cr}^{3+}$ , 7,07mg para o  $\text{Pb}^{2+}$  e 7,01 mg para o  $\text{Cu}^{2+}$ .

Com o jorro de leite  $m_3$ , houve comportamento similar, com o adsorção inicial de 7,70; 6,38; e 6,33, reciprocamente, para  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$ . enquanto que as capacidades máximas de adsorção alcançaram o mesmo patamar de 7,14mg com o  $\text{Cr}^{3+}$  desde ao tempo de 7 h e com o  $\text{Cu}^{2+}$  e com 9h, enquanto que o  $\text{Pb}^{2+}$  alcançou 7,11mg somente a partir de 12h.

Portanto, é reconhecido que quando colocados em um mesmo fluido, ocorre competição pelas superfícies expostas e sítios ativos da matriz de porosa de vermiculita, onde o  $\text{Cr}^{3+}$ , tem o melhor desempenho. A justificativa é que com o menor raio iônico é possível ter uma melhor penetrabilidade as áreas disponíveis.

Outra explicação para os cátions de  $\text{Cr}^{3+}$  terem mais eficiência no processo de remoção por adsorção e troca iônica, deriva do conceito que: quanto maior a carga do íon, mais favorável a permuta de espécies doravante a eletroafinidade, ocorrendo acomodações nos poros da superfície.

Ressalta-se também, que a taxa de velocidade na adsorção dos cátions de chumbo diminui significativamente, quando em comparação com os mesmos cátions analisados separadamente; a explicação para isso é sua massa molar ser cerca de 3 a 4 vezes maior que as massas molares dos outros dois cátions.

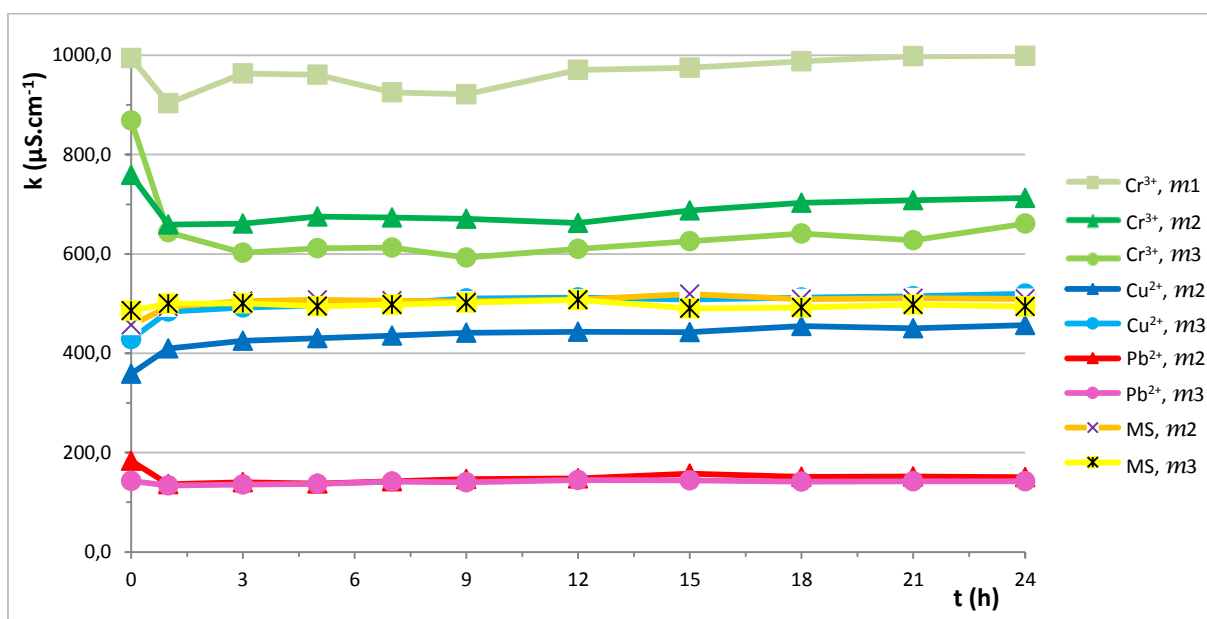
Os resultados convergem, em parte com os estudos de Dan'a e Sayari (2012), que avaliando processos com potencial adsorvente. Quando usado soluções dos metais em separado a afinidade se mostrou  $\text{Cu}^{2+} > \text{Pb}^{2+} > \text{Cr}^{3+}$ , enquanto que quando o estudo foi usando multimetais a ordem de interação se mostrou na sequência de  $\text{Cr}^{3+} > \text{Pb}^{2+} > \text{Cu}^{2+}$ , onde outros cátions também foram estudados.

Buscando verificar o comportamento de cátions com vermiculita, Almeida (2008), testou a adsorção em diferentes pH em meio ácido e em todos eles encontrou sempre um valor de adsorção de  $\text{Pb}^{2+} > \text{Cu}^{2+}$ . Os resultados divergem dos apresentados por Oliveira (2009), quando a relação ao modelo de Langmuir foi e  $\text{Cu}^{2+} > \text{Pb}^{2+} > \text{Cr}^{3+}$ . Todavia a vermiculita foi modificada com agentes silantes, que possivelmente alterou o comportamento pela preferência e afinidade aos cátions.

### 4.2.3 Análises físico-químicas das bateladas

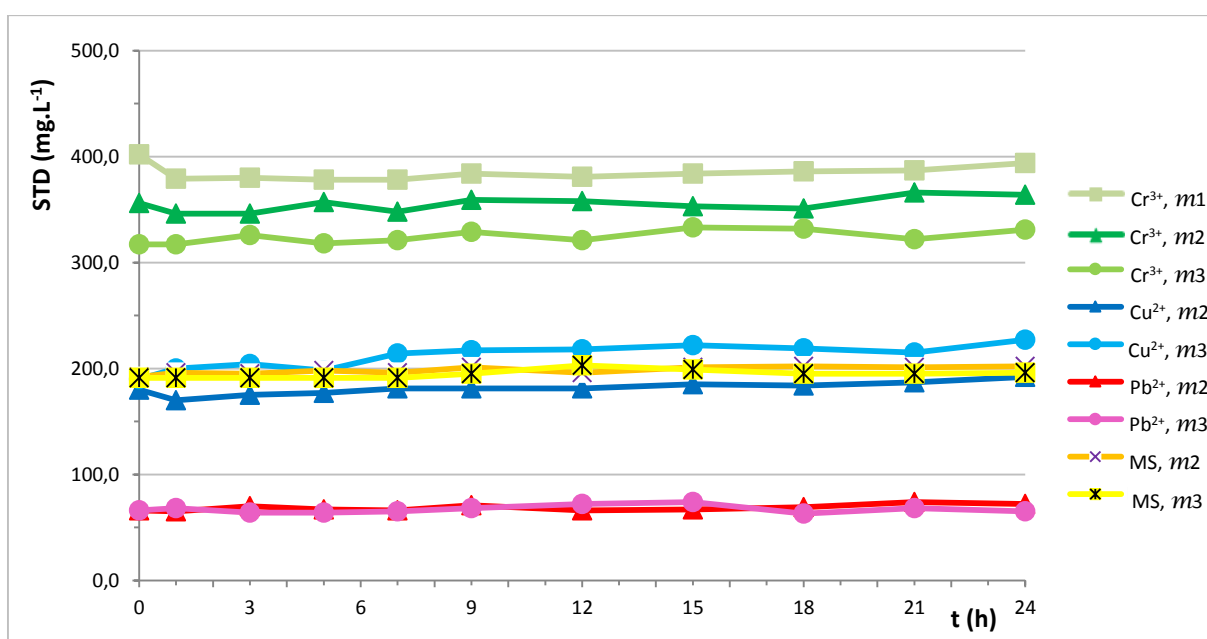
No tocante aos procedimentos físico químicos, as análises realizadas nos permeados foram de condutividade elétrica, sólidos totais dissolvidos, sódio, potássio, cálcio, magnésio, alumínio, ferro, sílica e potencial hidrogeniônico; conforme ilustrado nas Figuras de 59 a 69.

Figura 59 – Condutividade elétrica dos permeados nas bateladas



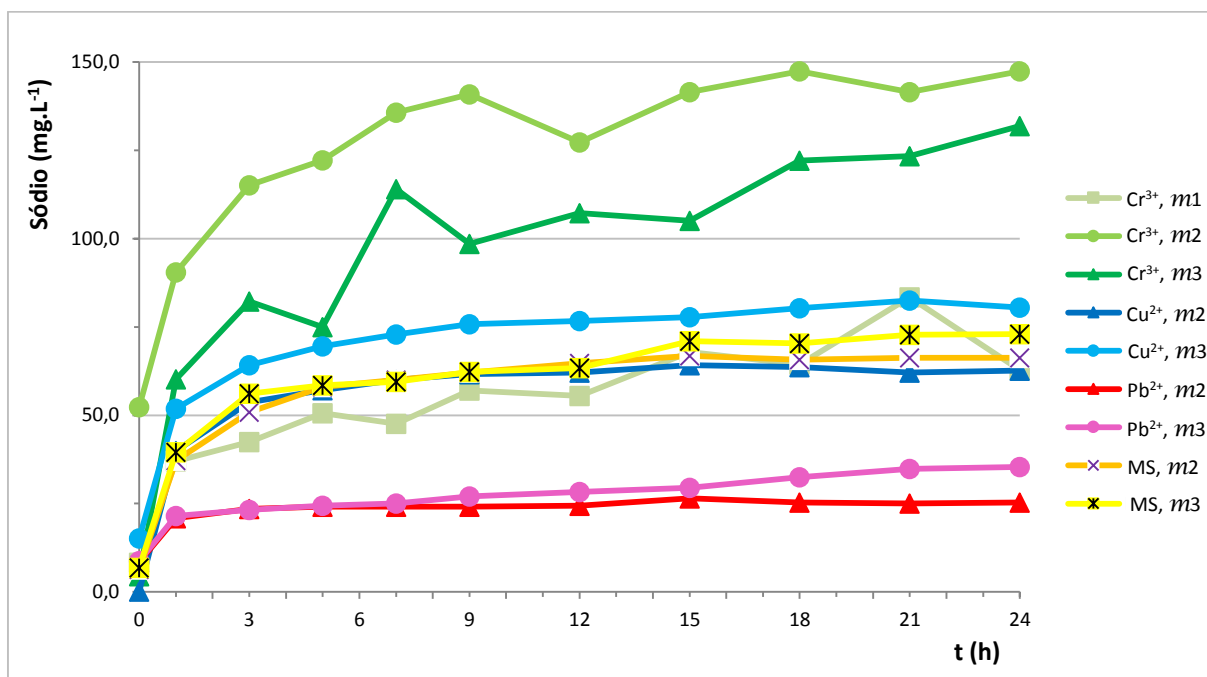
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 60 – Sólidos totais dissolvidos dos permeados nas bateladas



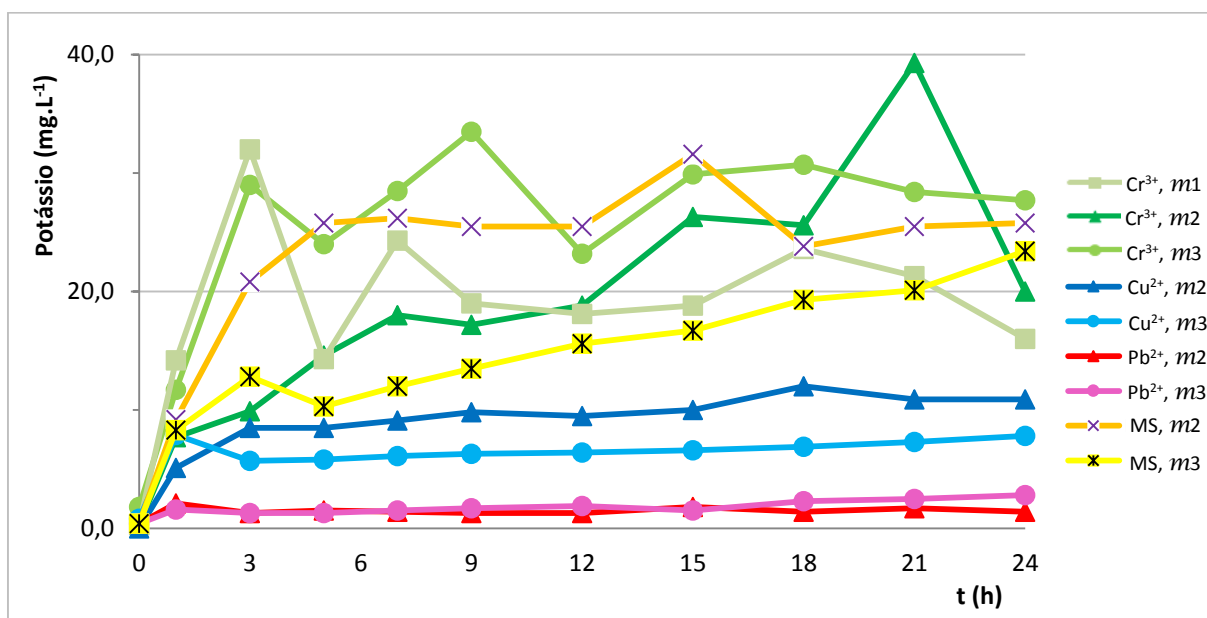
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 61 – Quantidade de sódio dos permeados nas bateladas



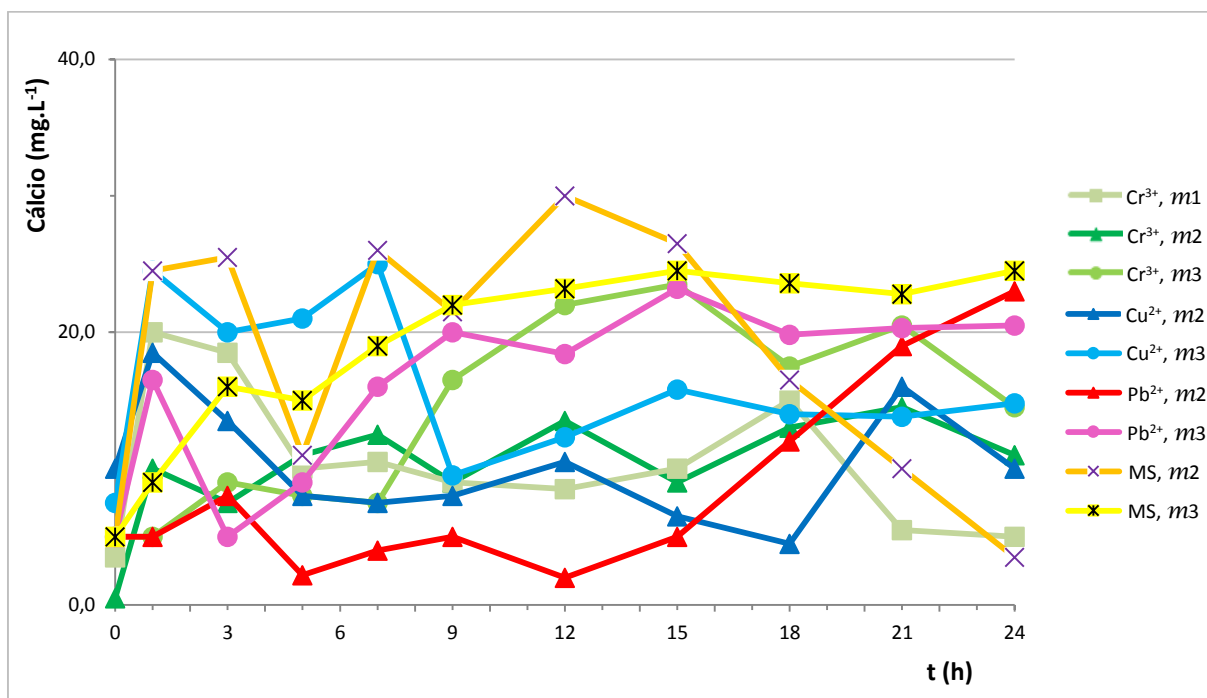
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 62 – Quantidade de potássio dos permeados nas bateladas



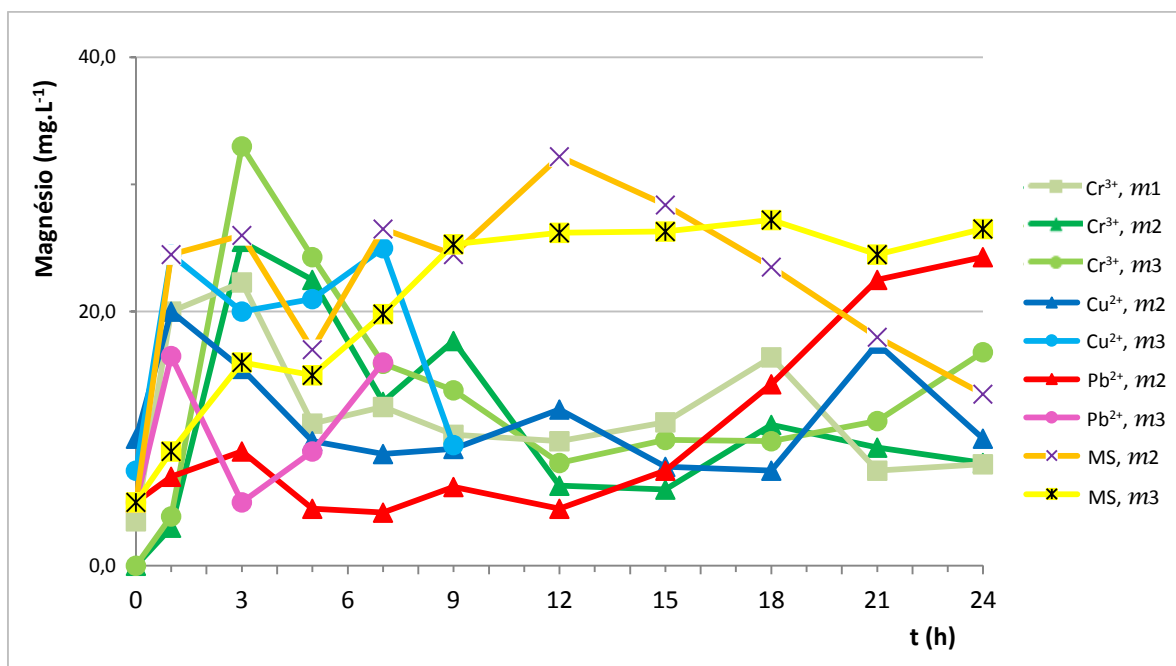
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 63 – Quantidade de cálcio dos permeados nas bateladas



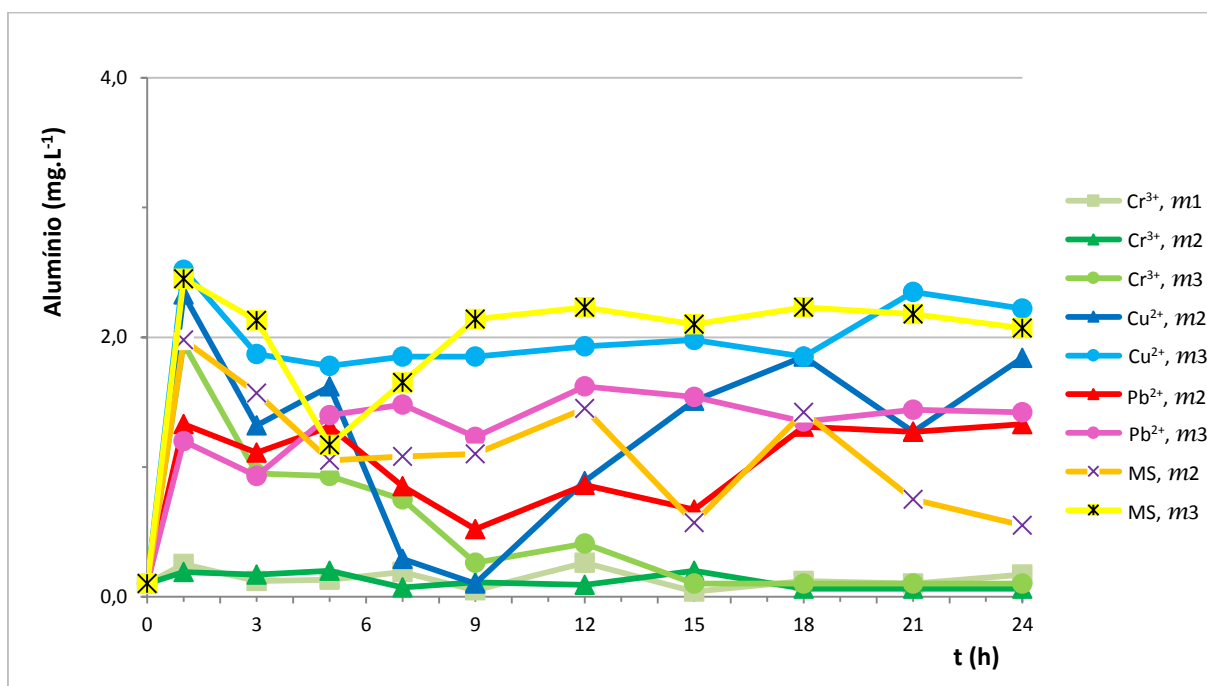
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 64 – Quantidade de magnésio dos permeados nas bateladas



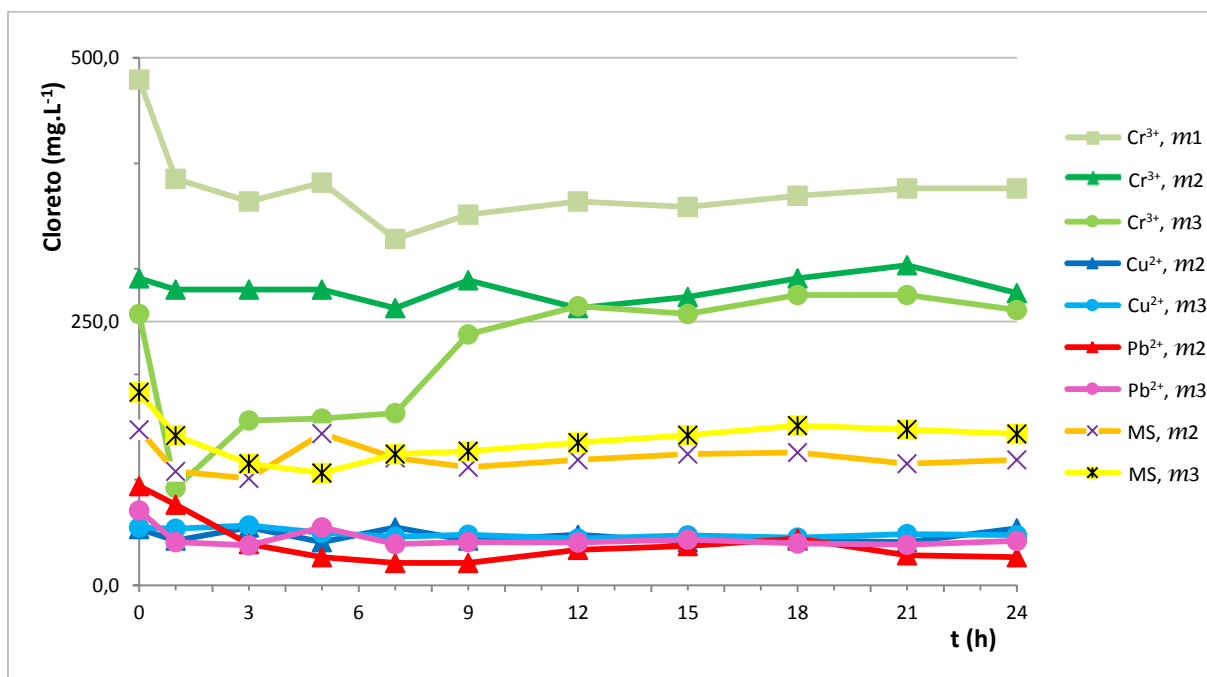
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 65 – Quantidade de alumínio dos permeados nas bateladas



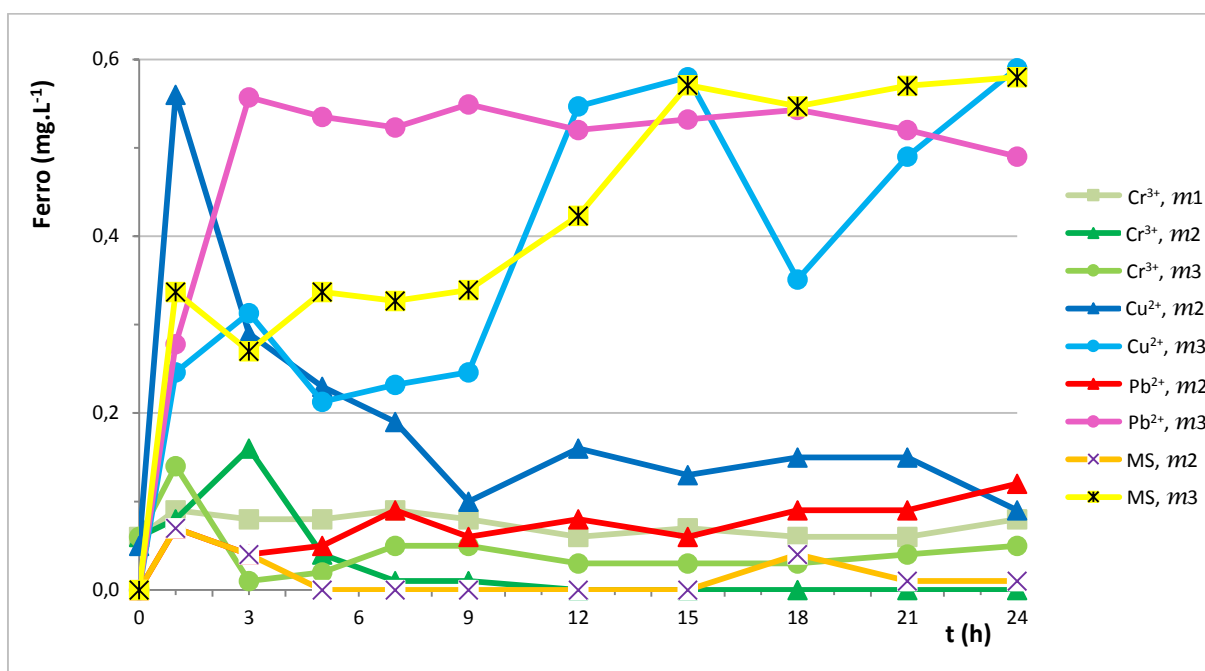
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 66 – Quantidade de cloreto dos permeados nas bateladas



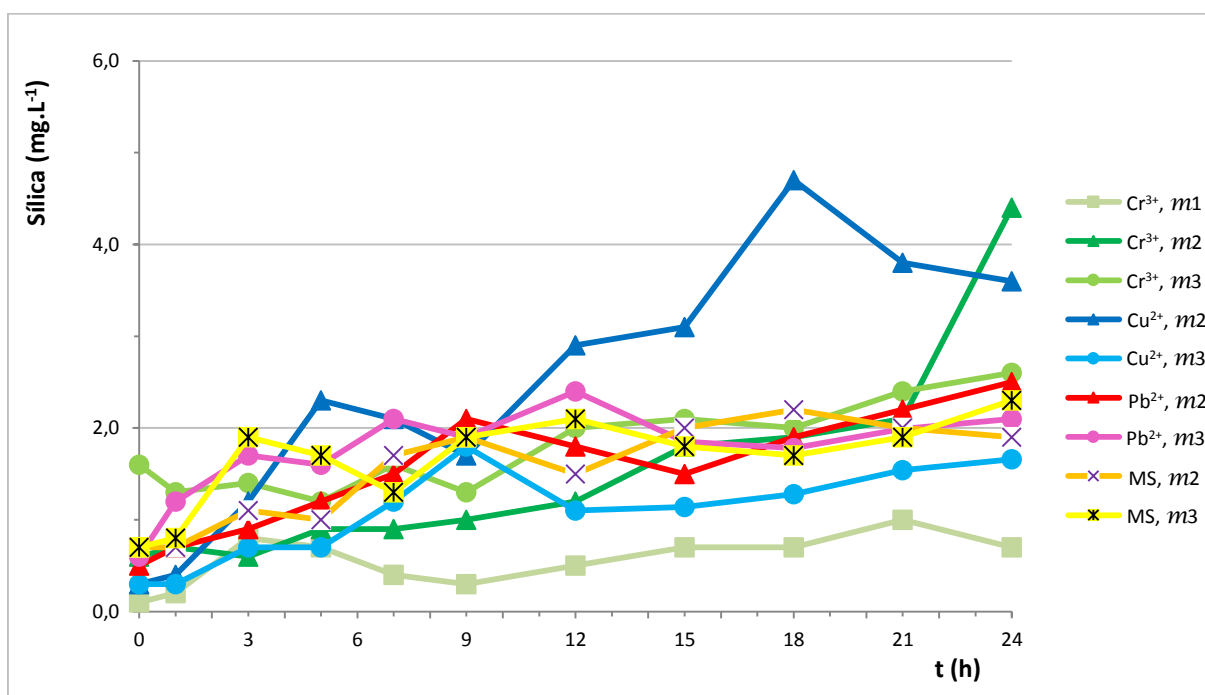
Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Figura 67 – Quantidade de ferro dos permeados nas bateladas



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

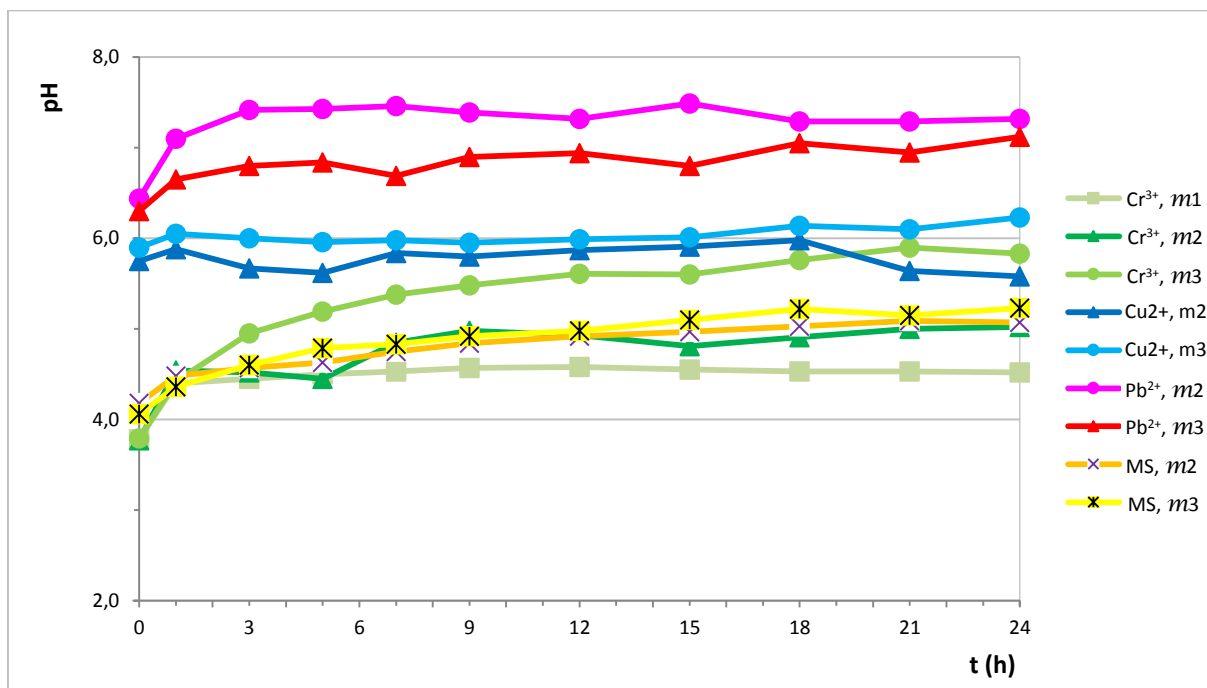
Figura 68 – Quantidade de sílica dos permeados nas bateladas



Fonte: SILVA, H. C., 2018.



Figura 69 – Potencial hidrogeniônico dos permeados nas bateladas



Fonte: SILVA, H. C., 2018.

No parâmetro de condutividade elétrica dos permeados, ocorreram poucas oscilações relativos aos cátions nas soluções isoladas e até mesmo nas misturas salinas. Os cátions de  $\text{Cr}^{3+}$ , continuaram com valores elevados, devido a solução precursora; apresentando condutividades próximas de  $1.000,0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  para massa de VM  $m1$ ; havendo variações na faixa de  $868,0$  a  $827,0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  para o recheio  $m2$ , e  $758,0$  a  $710,0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  de para o leito  $m3$ . Isso significa que quanto maior a presença de vermiculita no meio, maior o poder de adsorção de cátions metálicos, atuando na diminuição de partículas ou aglomerados iônicos presentes no adsorbato.

Os valores para as alíquotas oriundas de cobre aumentaram cerca de 10,0% em relação a solução precursora e a primeira hora analisada, onde em seguida acompanharam uma tendência praticamente linear com valores próximos de  $445,0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  em  $m2$  e  $500,0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$  em  $m3$ . Os cátions de chumbo não apresentaram diferenças significativas ao nível de 5,0% entre os permeados em função do tempo, oscilando minimamente em relação a solução precursora, com valores próximos de  $143 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Nas misturas de sais também houve correlação entre  $m2$  e  $m3$ , com valores margeando  $500 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ .

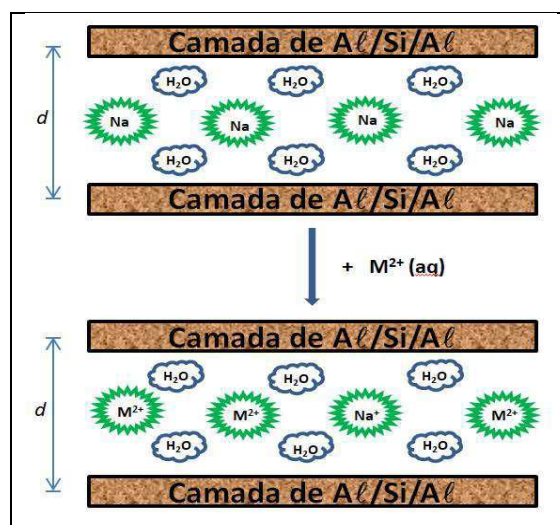
Os sólidos totais dissolvidos, corroboram com os resultados da condutividade elétrica, apresentando, novamente os maiores resultados para os experimentos de  $\text{Cr}^{3+}$ , com média de valores em  $385,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para os experimentos com  $m_1$ ,  $362,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para as bateladas com  $m_2$ , e  $323,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  para os experimentos com  $m_3$ . O que comprova que a presença do argilomaterial poroso vermiculita, atua diretamente como um adsorvente dos cátions presentes na solução.

Os menores valores para STD foram constatados para as bateladas com as soluções de chumbo, onde valores praticamente não apresentaram variações, com cerca de  $70,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Nas misturas de sais e com íons de  $\text{Cu}^{2+}$  os valores em todas as proporções de massas margearam  $200,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Constata-se, portanto, que esses dois parâmetros físico-químicos, condutividade elétrica e quantidade de sólidos totais dissolvidos, demonstram as características de adsorção peculiares ocorridas com a vermiculita, no tocante aos processos de percolação com as soluções de cromo e de cobre, norteados para o caminho de maiores adsorções/remoções de cátions em cada fluido, em função da quantidade mássica do recheio utilizado no leito. Para as soluções de chumbo e das mistura salinas, esse fato não ficou evidenciado.

No aspecto do processo interativo para os argilominerais na forma natural, a reação entre o sólido e íons metálicos envolve a troca iônica, conforme ilustrado na Figura 70, em que um íon interlamelar é permutado na interface sólido/líquido pelo íon em solução.

**Figura 70 – Troca iônica na interface sólido/líquido.**



Fonte: Silva, H.C., 2018.

A respeito do sódio, ficou comprovado, que foram repassados cátions de  $\text{Na}^+$  pela matriz de argilomineral (VM) para a solução permeada por troca iônica, ocorrendo aumento gradativo em todos os permeados analisados, sendo novamente as soluções de cromo as que apresentaram maior afinidade para a troca e as de chumbo as que possuíam mais dificuldades de troca com esse cátion monovalente, sendo menos favoráveis nesse quesito.

Os resultados para o potássio foram análogos ao sódio, havendo trocas de  $\text{K}^+$  da vermiculita com os cátions contaminantes na seguinte ordem:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Pb}^{2+}$ . Novamente o chumbo não se mostrou com aptidão para a troca de íons, independentemente da massa de vermiculita aplicada, apresentando valores próximos de  $1,5 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Adverso ao que era esperado o cobre apresentou uma maior quantidade de  $\text{K}^+$  com a batelada *m2*, cujos valores ficaram limítrofes a  $10,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  enquanto que para *m3* o resultado apontou para  $6,5 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . Também ocorreu disparidade entre as soluções de misturas salinas, com *m2* apresentando valores bem maiores que *m3*. Ocorreram muitos picos/oscilações com os permeados de  $\text{Cr}^{3+}$ , porém de forma ascendentes, demonstrando novamente, disponibilidade para a permuta das espécies.

Um grande desordenamento entrópico ocorreu os resultados na determinação do cálcio e magnésio, demonstrando que esses dois cátions bivalentes, são bastante afetados durante o processo de permuta dos íons do adsorbato com a estrutura cristalina do filossilicato. A faixa de valores nos permeados ficou compreendida ente  $2,0$  e  $33,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , tanto para o  $\text{Ca}^{2+}$  como para o  $\text{Mg}^{2+}$ .

Nos resultados quantificados com a presença de ferro e alumínio também surgiram picos desordenados (em forma de zigue-zague), cujos valores foram até  $2,5 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de  $\text{Al}^{3+}$ , onde pela primeira vez os permeados de  $\text{Cr}^{3+}$  obtiveram as menores concentrações. Na superfície de resposta do  $\text{Fe}^{2+}$  os valores ficaram próximos de  $0,2 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , apresentando picos maiores apenas duas primeiras horas para o  $\text{Cu}^{2+}$ , e tanto o  $\text{Cr}^{3+}$  quanto as misturas, apresentaram os valores menos representativos.

Para a presença de sílica nos permeados, houve tendência de forma ascendente cujos níveis ficaram próximos de  $2,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , havendo poucos picos

divergentes. Esse comportamento, ressalva as trocas iônicas dos cátions estudados com as camadas de Si na estrutura cristalina da vermiculita.

Com relação aos quantitativos de cloreto, os permeados de  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  e misturas salinas apresentaram comportamento semelhante e de forma homogênea, tendendo a linearidade, com o decorrer do tempo; com valores compreendidos na amplitude de 21,0 a 120,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ . As alíquotas de  $\text{Cr}^{3+}$  apresentaram maiores quantidade de  $\text{Cl}^-$ , em cujo equilíbrio pairava aproximadamente entre 250,0 e 370,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , esse resultado obtido pode ser explicado pelo fato que a própria solução precursora já apresenta cloreto na sua composição.

Após a apreciação dos resultados, verifica-se que os permeados de  $\text{Cr}^{3+}$  obtiveram em alguns casos (principalmente para  $m_2$ ) valores mais discrepantes, como por exemplo o parâmetro de sódio onde o  $\text{Cr}^{3+}$   $m_2$ , que já apresentava cerca de 50,0  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  na parte inicial, antes do contato com a vermiculita.

Esse fato pode ser atribuído ao fato que as soluções do tanque de alimentação eram preparadas com água dessalinizada, já no intuito de evitar variações nos teores dos componentes fornecidos, ou mesmo a presença de alguns contra íons durante os processos de lixiviação. Para tanto, de maneira ponderada, sugere-se que o processo de dessalinização talvez não tenha sido totalmente eficaz para as águas dos primeiros experimentos, que no caso foi para a preparação das soluções de  $\text{Cr}^{3+}$ , ou mesmo, a possibilidade da presença de partículas preexistentes no tanque de alimentação.

Com relação ao pH, constatou-se para os cátions individuais, que o aumento do jorro de leite do adsorvente (VM), corresponde a um aumento recíproco no pH no fluido do  $\text{Cr}^{3+}$  e do  $\text{Cu}^{2+}$ ; isso devido as soluções precursoras apresentarem caráter ácido e a matriz argilosa caráter neutro, onde, acarretou na diluição do pH do fluido.

Já os permeados de  $\text{Pb}^{2+}$ , ocorreu o oposto, diminuído o pH. No decorrer do tempo, com a demanda de troca catiônica com o leite, os permeados tenderam se fixarem entre os aos valores de 5,0 a 7,5, exceto o  $\text{Cr}^{3+}$  que o pH subiu e nas primeiras 10 h e em seguida foi diminuindo lentamente, se estabelecendo em 4,5. As misturas dos sais tiveram baixas oscilações, permanecendo com valores de pH próximos de 5,0 após as 6 h de percolação.

No aspecto do processo interativo, para os argilominerais, a reação entre o sólido e íons metálicos envolve a troca iônica em que um íon interlamelar é

permutado na interface sólido/líquido pelo íon em solução. A vermiculita podem adsorver íons de metais pesados através de dois mecanismos: i) troca catiônica nos locais planares, resultante das interações entre íons metálicos e carga permanente negativa (complexos de esfera externa) e ii) formação de complexos de esfera interna através de “Si-O e Al-O” na área superficial das partículas. (Mercier e Detellier, 1995; Kraepiel et al.,1999). Ambos os mecanismos são dependentes do pH, mas este último é ainda mais particularmente influenciado pelo pH, pois a valores de pH < 4 a maioria dos grupos silanol e aluminol da estrutura são protonados (SCHINDLER *et al.*, 1976).

Como esperado, a adsorção de íons metálicos diminui com a diminuição do pH porque os grupos aluminol e silanol estão cada vez mais protonados e, portanto, estão menos disponíveis para reter os íons metálicos. Com a vermiculita, para os cátions metálicos investigados, este efeito é fortemente evidente para Cu e Pb, e menos pronunciado para o Cr<sup>3+</sup>. Em estudos com interação de íons metálicos com montmorilonita e vermiculita, Abollino *et al.* (2007), citam que a captação de íons metálicos em ambos os minerais de argila diminuiu com a diminuição do pH e na presença de ligantes formando complexos estáveis.

Já nos estudos de Bhattacharyya e Gupta (2008), com adsorção de alguns metais pesados sobre caulinita natural e modificada e montmorilonita; ficou comprovado que a sorção dos íons metálicos aumenta à medida que o pH aumenta e atinge o máximo a pH 5,5 e 4,5 para os íons de Cr<sup>3+</sup> e Cu<sup>2+</sup>, respectivamente, e diminui à medida que o pH continua a aumentar.

Lacour *et al.*,(2001), que estudou a remoção de metais pesados em águas residuárias industriais por meio de têxteis enxertados com permutadores iônicos, também observou que a percentagem de adsorção diminui rapidamente quando o pH é aumentado acima de 5,5 principalmente a valores mais elevados, devido à formação de complexos hidroxilo de cromo.

Nesse contexto, consta-se que os fluidos de Cr<sup>3+</sup> e misturas salinas, se comportaram na margem do pH referido (entre 4,5 a 5,5) pelos trabalhos citados, sendo influenciados positivamente; fato que foi comprovado pelo bom comportamento, quanto à eficiência perante ao processo adsortivo. Todavia, para as soluções sintéticas contendo, separadamente, Cu<sup>2+</sup> e Pb<sup>2+</sup>, atribui-se que suas capacidades de permuta e adsorção foram afetadas, ou até mesmo, ter ocorrido

precipitação, no caso específico dos cátions de chumbo entre os valores de pH compreendidos entre 7,0 a 7,5.

Entretanto, alguns pesquisadores, como Sekar (2004) e Srivastava *et al.*, (2006); propõe que na adsorção de cátions metálicos em diferentes adsorventes, num meio alcalino, a superfície da argila torna-se carregada negativamente e a repulsão eletrostática diminui com o aumento do pH devido à redução da densidade de carga positiva nos bordos de sorção, resultando assim numa maior adsorção do metal.

### 4.3 Conclusões

O sistema idealizado para o processo de remoção por meio da percolação dos metais contaminantes de  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  e  $\text{Pb}^{2+}$ , com leito de vermiculita expandida de granulometria média (VM), foi bastante promissor, ocorrendo a remoção total ou mesmo maior parte dos cátions metálicos, das soluções sintéticas contaminadas de concentrações iniciais de  $100,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Os cátions do  $\text{Cr}^{3+}$ , foram removidos total ou parcialmente pela VM, seja por meio da adsorção e/ou troca catiônica, ou mesmo incorporados por quimissorção. O limite para lançamento de efluentes (LLE) estabelecido pelo CONAMA, (2011), foi atingido no tempo de 18 h com o jorro de leito *m2* ficando não mais perceptível pelo equipamento de absorção atômica em 20 h. Com o leito *m3* o limite permissível foi atingido no tempo entre 8h e 9 h, onde não foi mais detectado traços de  $\text{Cr}^{3+}$  com 10 h. Já o processamento com leito *m1*, não conseguiu no decorrer de 24 h, atingir o LLE, restando ainda  $16,58 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

As bateladas com cátions de  $\text{Cu}^{2+}$ , indicaram que o LLE é atingido entre os tempos de 12 h ( $\approx 1,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), onde foi diminuído até  $0,26 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  com 24 h, obtendo 99,74 % de remoção em com o leito *m2*. Já com o leito *m3*, o limite foi atingido com 12 h , apresentando  $0,54 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Os cátions de  $\text{Pb}^{2+}$  tiveram os mais elevados índices de remoção inicial, porém, com maiores dificuldades na parte final de saturação no equilíbrio, onde a matriz devolveia ínfimas quantidades ao fluido, outrora adsorvido por fisissorção. Acrescenta-se ainda, que a normativa é ainda mais restritiva para este metal pesado, quando estabelece que o LLE deve ser de  $0,5 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

A remoção máxima de  $\text{Pb}^{2+}$  com o leito *m2* foi de 99,21% ( $0,79 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) no tempo de 5 h, quando oscilada para valores limítrofes e tornava a aumentar a concentração, não atingindo a meta almejada. Quando aplicada o leito *m3*, houve êxito logo com 3 h de experimento com  $0,48 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  (99,52% de remoção), porém, ocorreram também oscilações pós saturação. Nesse caso, é mais comedido a retirada desse fluido no período de 3 h a 7 h, na saída do sistema 1 (filtros de baixa vazão), onde ocorre maior tempo de residência do adsorbato com o recheio argiloso.

O comportamento nas soluções salinas na fase final do equilíbrio com  $m_2$  foi de:  $\text{Cr}^{3+} > \text{Pb}^{2+} > \text{Cu}^{2+}$ , no qual, apenas o  $\text{Cr}^{3+}$  atingiu o LLE em 7 h com  $0,49 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ , enquanto que mesmo com 97,65 % e 94,65 % de remoção,  $\text{Pb}^{2+}$  e  $\text{Cu}^{2+}$  não atingiram o LLM nas 24 h; já com  $m_3$  a remoção ocorreu mais efetivamente com  $\text{Cr}^{3+} > \text{Cu}^{2+} \geq \text{Pb}^{2+}$ . Os cátions  $\text{Cr}^{3+}$  atingiram a meta (LLE) em 3 h com  $0,65 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; enquanto que  $\text{Cu}^{2+}$  em 5 h  $0,68 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ; e  $\text{Pb}^{2+}$  em 15 h com  $0,50 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .

Todas as isotermas geradas apresentam inclinações não lineares de forma côncava em relação à abcissa são favoráveis ao processo adsorptivo, tendo como superfície de resposta a interpretação de que a massa do adsorvato retida por unidade de massa do adsorvente é alta para uma baixa concentração de equilíbrio do adsorvato na fase líquida.

Verificou-se que usando a vermiculita no sistema proposto, tanto com o leito  $m_2$  como também com  $m_3$ , percolado com o fluido de cada cátion separadamente, a ordem sobre a capacidade adsorvente por grama de vermiculita, em cada litro de solução, na primeira hora de monitoramento foi de:  $\text{Pb}^{2+} > \text{Cu}^{2+} > \text{Cr}^{3+}$ . Enquanto que as capacidades máximas de adsorção por grama de VM foram de: 7,14mg para o  $\text{Cr}^{3+}$  (com 19 h); 7,12mg para o  $\text{Cu}^{2+}$  (com 24 h); e de 7,08mg para o  $\text{Pb}^{2+}$  (com 5h) com o leito  $m_2$ . Enquanto que, com  $m_3$  foram de: 4,76mg para o  $\text{Cr}^{3+}$  (com 10 h); 4,75mg para o  $\text{Cu}^{2+}$  (com 24 h) e com 4,73 mg para o  $\text{Pb}^{2+}$  (com 3h).

As isotermas experimentais foram ajustadas aos modelos de *Langmuir*, onde observou-se que o processo de adsorção ocorreu em monocamadas, a adaptando-se ao modelo cinético, cujo coeficiente de correlação foi de:  $R^2 = 0,882$  no  $\text{Cr}^{3+}$  para o leito de jorro  $m_1$ , e consecutivamente,  $R^2 = 0,9126$  para  $\text{Cr}^{3+}$  em  $m_2$ ; e  $R^2 = 0,9543$  para  $\text{Cr}^{3+}$  em  $m_3$ . O ajuste melhorou para o  $\text{Cu}^{2+}$  com  $m_2$ , sendo  $R^2 = 0,9847$  e ainda mais com  $m_3$ , com  $R^2 = 0,995$ . Com relação ao  $\text{Pb}^{2+}$  o ajuste ao modelo de *Langmuir* foi de  $R^2 = 0,999$  com  $m_2$  e  $R^2 = 1,0$  com  $m_3$ . Onde é importante destacar que, à medida que a massa do leito aumentava, o coeficiente de correlação correspondente ao ajuste do modelo também aumentava.



---

---

## **CAPÍTULO V**

### **Estabilização por solidificação dos contaminantes (E/S)**

---

---

## 5.1 Materiais e Métodos

O trabalho foi dividido em três etapas, assim como segue:

- a) Planejamento Experimental;
- b) Realização da Estabilização por Solidificação (E/S) com o resíduo do processo de adsorção contendo metais tóxicos;
- c) Avaliação dos materiais obtidos por meio de experimentos de integralidade/durabilidade e imobilização dos blocos contendo contaminantes.

## 5.2 Planejamento experimental

Foram realizados planejamentos experimentais para avaliar e comparar o desempenho de quatro tipos de blocos, constituídos de diferentes aglomerantes, usando como base o resíduo oriundo de processo adsortivo, contendo metais tóxicos, onde três repetições para cada tratamento foram executadas.

A análise de variância (ANOVA) foi mensurada no intuito de verificar o nível de confiança dos tratamentos, ao ponto de inferir se a média dos tratamentos aplicados são numericamente iguais ou diferentes.

## 5.3 Realização da Estabilização por Solidificação (E/S)

A busca da imobilização dos contaminantes foi realizada pós bateladas dos processos adsortivos/trocas iônicas. Para fins de verificação do processo, foram devidamente executadas a produção de blocos de vedação (tijolos) com os resíduos sólidos contaminados (RSC), nos quais existiam os maiores níveis de resíduos de  $\text{Cr}^{3+}$ , acumulado em  $M_1$  e  $M_2$ . As outras massas armazenadas de  $\text{Cr}^{3+}$  e dos demais sais foram devidamente acondicionadas.

### 5.3.1 Confeção dos blocos de tijolos

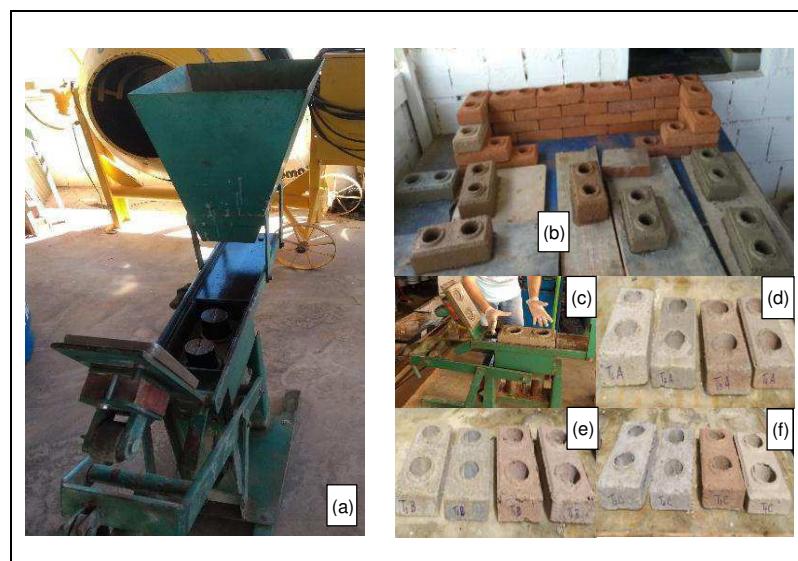
Esta etapa teve início com homogeneização dos materiais, utilizando uma colher de pedreiro e espátula sobre um recipiente de polietileno com capacidade de 50L. Após a adição dos reagentes, aferidos com um béquer graduado, foi procedida a mistura dos materiais e depois de atingir a umidade adequada, a massa do resíduo

com o(s) aglomerante(s) foi colocada no dosador da prensa, para posteriormente ser colocada na capsula de moldagem dos tijolos vazados, onde foi realizada prensagem com uso da alavanca.

A etapa posterior foi o desmolde, onde os tijolos foram retirados do molde metálico de maneira cuidadosa, pois nessa fase eles apresentam baixíssima resistência. Em seguida foram colocados sobre uma bancada de madeira em ambiente onde a temperatura variou de 20 a 27 °C.

A construção dos blocos foi realizada sempre com a mesma prensa manual, demonstrado na Figura 71, onde aparecem também os tijolos após a moldagem. Esse tipo de equipamento, no qual a força de compressão aplicada (empírica) é mediante ao ponto de travamento da alavanca, é usado amplamente por pequenos construtores de tijolos, principalmente do tipo solo cimento.

**Figura 71 – Imagem do equipamento e de tijolos após prensagens**



Fonte: Silva, H.C., 2017.

Os traços propostos para os blocos contendo o RSC e cimento *Portland*, além de outros agregados miúdos foram definidos levando-se em consideração outros estudos feitos anteriormente com composições variáveis, além do norteamento usado por tijolos ecológicos do tipo solo cimento.

Quatro traços volumétricos para os tijolos foram desenvolvidos para a estabilização, usando os resíduos sólidos contaminados (RSC), cimento *Portland* CP II F (CP), argila e cal, nas seguintes proporções descritas na Tabela 10:

**Tabela 10 – Traços volumétricos usados nos blocos de tijolos**

Traço	Composição Volumétrica (%)			
	CP	RSC	argila	cal
<b>T<sub>1</sub></b>	20	80	—	—
<b>T<sub>2</sub></b>	40	60	—	—
<b>T<sub>3</sub></b>	20	50	30	—
<b>T<sub>4</sub></b>	20	40	20	20

Fonte: SILVA, H. C., 2018.

Para os blocos **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>**, houve a adição de água (rede de distribuição) com 10,0% e 20,0%, respectivamente, para haver uma boa plasticidade do material sólido, sendo de fundamental importância durante as etapas operacionais de molde e prensagem.

Três tratamentos (Tabela 11) foram inseridos após a prensagem dos tijolos. Para **B** e **C**, foi realizada a preparação de líquidos pastosos (dispersões), onde os traços de origem, com exceção do RSC, foram dimensionados para 1,0 L, acrescentando 9,0 L de água tratada de boa procedência.

Decorrido um período de 3 h após prensagem e deformação, houve a imersão de cada bloco, com a finalidade de criar uma camada protetora e corrigir possíveis imperfeições relacionadas ao molde, além da tentativa de conferir maior rigidez ao tijolo, passando em seguida por processo de cura úmida por um período de 7 dias.

**Tabela 11 - Tratamentos aplicados nos blocos de tijolos**

Tratamento	Metodologia aplicada
<b>A</b>	Apenas correções de defeitos (remoção de rebarbas), quando preciso
<b>B</b>	Imersão dos blocos durante 20 s
<b>C</b>	Imersão dos blocos durante 1 min

Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Após esses procedimentos, os blocos permaneceram secando à temperatura ambiente na faixa de 18 a 27° C durante 28 dias, até a realização dos ensaios característicos nos corpos de prova.

Para cada uma das composições (**T<sub>1</sub>**, **T<sub>2</sub>**, **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>**) foram confeccionados quatro blocos, respectivo a cada tratamento (**A**, **B** e **C**), totalizando 48 tijolos, necessários para as análises que sucediam, as quais foram realizadas em triplicata.

## **5.4 Avaliação dos materiais**

### **5.4.1 Ensaios de integralidade/durabilidade**

Dentre os testes de integralidade/durabilidade, optou-se por realizar os ensaios de determinação da resistência a compressão e do índice de absorção de água. A metodologia utilizada foi a ABNT NBR 6136:2007, e com a versão corrigida NBR 6136:2014.

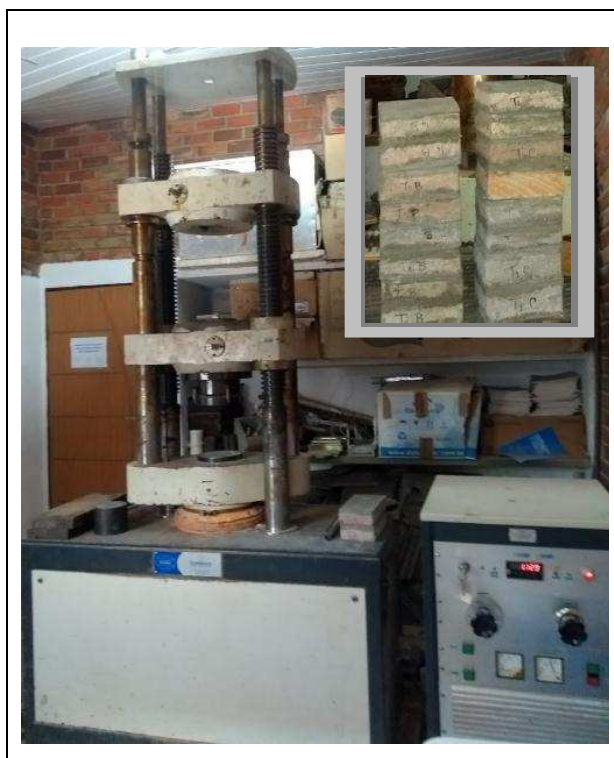
É importante frisar que blocos do tipo de solo-cimento comercializados no Brasil, atualmente não possuem normatização para serem utilizados em alvenaria estrutural. Desta maneira, os fabricantes usam como base as normas para blocos de concreto para alvenaria autoportante supracitadas.

#### **5.4.1.1 Resistência à compressão**

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Ensaios de Materiais e Estruturas (LABEME) da UFPB, cujo laudo técnico foi emitido pela Associação para o Desenvolvimento da Ciência e da Tecnologia – SCIENTEC.

Os corpos de prova foram identificados, limpos e colocados em ambiente protegido, garantindo a preservação de suas características originais. Cada bloco foi cortado ao meio com serra circular diamantada, unindo-se as duas partes obtidas com pasta de cimento. Esse capeamento foi também aplicado nas superfícies inferior e superior, garantindo o nivelamento de cada corpo de prova, formando prismas para o ensaio de compressão.

O equipamento (Figura 72) apresentava dois pratos (barras paralelas de apoio), um dos quais articulado, que atuava na face superior do corpo de prova. Uma placa de aço foi colocada entre as barras e o corpo de prova para o ajuste das dimensões referentes aos blocos.

**Figura 72 - Equipamento usado na compressão**

Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Cada corpo de prova estava íntegro e isento de defeitos. Individualmente, cada prisma foi colocado na prensa, de modo que o seu centro de gravidade coincidia com o eixo de carga dos pratos da prensa. A carga foi aplicada na direção do esforço que o bloco deve suportar durante o seu emprego, sempre perpendicular ao comprimento e na face destinada ao assentamento.

**5.4.1.2 Determinação do índice de absorção de água**

Os procedimentos tiveram início com a determinação da **massa seca** em estufa a  $105 \pm 5$  °C, com cada corpo de prova íntegro, ou seja, que não apresentavam defeitos referentes as imperfeições geométricas das superfícies.

Na determinação da **massa úmida**, corpos de prova foram colocados em recipientes de dimensões apropriadas de polietileno, e imersos completamente com 15,0 litros de água dessalinizada à temperatura ambiente durante 24 h. Em seguida cada recipiente foi fechado e devidamente rotulado.

A água remanescente de cada bloco, foi removida com o auxílio de um tecido limpo, observando-se que o tempo decorrido entre a remoção do excesso de água na superfície e o término das pesagens não ultrapassou 3 minutos.

O **índice de absorção de água** (IAA) de cada corpo de prova (bloco/tijolo) foi determinado pela seguinte Equação 16:

$$IAA(\%) = \frac{m_u - m_s}{m_s} \times 100 \quad (16)$$

Onde:  $m_u$  e  $m_s$  representam a massa úmida e a massa seca de cada corpo de prova, expressas em gramas.

#### 5.4.2 Ensaio de imobilização dos contaminantes

Para o estudo foram empregados os ensaios de lixiviação e solubilização, com os blocos triturados até os grãos passarem por peneira com diâmetro inferior a 9,5 mm (Figura 73), de acordo com as normativas dispostas na ABNT NBR 10.005 e 10.006.

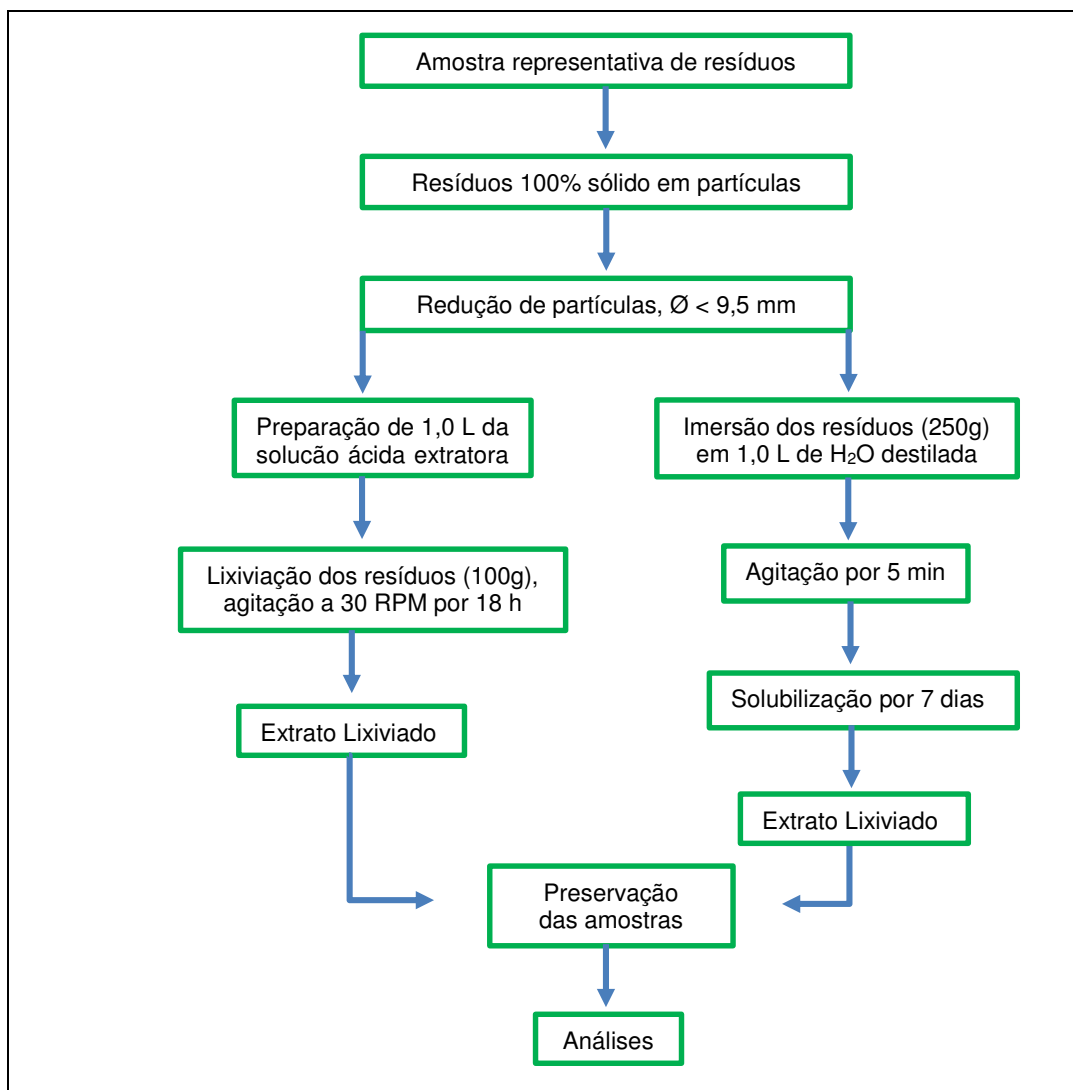
**Figura 73 - Trituração dos blocos**



Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Os procedimentos experimentais realizados para os processos de lixiviação e solubilização dos contaminantes, por meio das amostras trituradas, estão resumidamente expostos na Figura 74.

Figura 74 – Fluxograma da avaliação dos contaminantes nos blocos



Fonte: ABNT NBR 10.005 e 10.006; adaptado por SILVA, H.C., 2018.

#### 5.4.2.1 Obtenção do extrato lixiviado de resíduos sólidos

O procedimento experimental consta na NBR 10005:2004 - Associação Brasileira de Normas Técnicas, que fixa os requisitos exigíveis para a obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos, visando diferenciar os resíduos classificados pela ABNT NBR 10.004 como classe I – perigosos, e classe II – não perigosos.

Para os ensaios de lixiviação foram pesados 100 ( $\pm 0,1$ ) g de amostras trituradas de cada bloco e transferidos para o frasco de lixiviação. A solução de extração, foi de caráter ácida, preparada com a adição de 5,7 mL de ácido acético



glacial (P.A), completando o volume para 1,0 L de água deionizada. O pH desta solução foi  $2,88 \pm 0,05$ . O recipiente foi fechado com fita de PTFE para evitar vazamento. O frasco foi mantido sob agitação durante 18 h à temperatura de até 25°C com uma rotação de  $30,0 (\pm 2,0)$  rpm.

Após este período cronológico, foi realizada a filtração das amostras usando uma membrana filtrante com abertura de 20  $\mu\text{m}$ , cujo objetivo foi extrair possíveis partículas sólidas. O filtrado obtido foi denominado extrato lixiviado.

Para cada experimento, foram tomadas alíquotas com cerca de 200,0 mL, onde foi determinado o pH, sendo devidamente codificados em recipientes estéreis, munidos de tampas com lacre.

Por fim, foram determinadas as concentrações dos contaminantes no extrato lixiviado conforme estabelecido no AWWA - APHA – WPCI - Standard methods for the examination of water and wastewater.

O equipamento usado na Espectroscopia de Absorção Atômica, foi da marca Varian - modelo AA240, com o gás argônio de alto grau de pureza como gás de fluxo interno e ar comprimido como gás oxidante, conforme metodologia técnica do espectrômetro. Cada leitura foi avaliada em triplicata do modo automático do equipamento, em intervalos de 5,0 s com correção do *background* por lâmpada de deutério.

#### **5.4.2.2 Obtenção do extrato solubilizado de resíduos sólidos**

Foram realizados os procedimentos experimentais com fulcro nas normativas da ABNT NBR 10006:2004. Esta Norma fixa os requisitos exigíveis para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos, visando diferenciar os resíduos classificados na ABNT NBR 10004 como classe II A - não inertes – e classe II B – inertes.

Inicialmente cada bloco sólido foi triturado até os grãos passarem por peneira com abertura de 9,5 mm. Em seguida, foram colocadas amostras representativas (base seca) de 250,0 g ( $\pm 0,1$ ) g de cada resíduo produzido, em frasco de 1500,0 mL.

Foram adicionados 1000,0 mL de água destilada e isenta de orgânicos, passando a amostra com água por processo de agitação em baixa velocidade, por 5 min. O recipiente foi coberto com filme de PVC e deixado em repouso por 7 dias, em temperatura até 25°C. As ilustrações na Figura 75, demonstram essa etapa.

Após o tempo decorrido, a solução foi separada por meio de membrana filtrante com  $0,45 \mu\text{m}$  de porosidade. Cada filtrado obtido foi denominado como sendo o extrato solubilizado, dos quais foram determinados o pH de cada extrato.

**Figura 75 – Agitação inicial do meio e repouso das amostras**



Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Também foram utilizados os próprios blocos “intactos” para o ensaio, com função de efeito comparativo, conforme a Figura 76. A relação de líquido (L) / sólido (kg) foi igual a 4:1, com imersão de cada bloco em seu respectivo recipiente de polietileno, devidamente fechados com tampa peculiar, realizando leves agitações no início do experimento, bem como, ao final do sétimo dia.

**Figura 76 – Ensaio comparativo dos blocos intactos na solubilização**



Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Alíquotas de 200,0 mL foram retiradas, em ambos os ensaios, e preservadas, conforme estabelecido no Standard Methods for the examination of water and wastewater, e USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods, onde as concentrações dos contaminantes foram analisados por meio de um equipamento de Espectroscopia de Absorção Atômica, supracitado e nas mesmas condições operacionais.

## 5.5 Resultados e Discussões.

Os blocos de tijolos apresentaram valores precisos de 24,7 cm de comprimento e 12,0 cm de largura, devido as dimensões da capsula de moldagem da prensa. Já a espessura (altura), variou de 4,30 cm a 5,80 cm em função de fatores como: a quantidade de material colocado na forma, tendência ou não à compactação devido às características dos componentes, adição ou não de água, bem como, da força aplicada no material durante a compressão, uma vez que foi usada prensa manual comercial.

Em relação aos prismas desenvolvidos para os experimentos de compressão, é importante destacar as dimensões de comprimento (C), largura (L) e altura (A) após prensagem/moldagem, além da área superficial de contato disponível e a carga máxima aplicada até a ruptura total do bloco, apresentadas na Tabela 12.

**Tabela 12 - Características dos prismas elaborados**

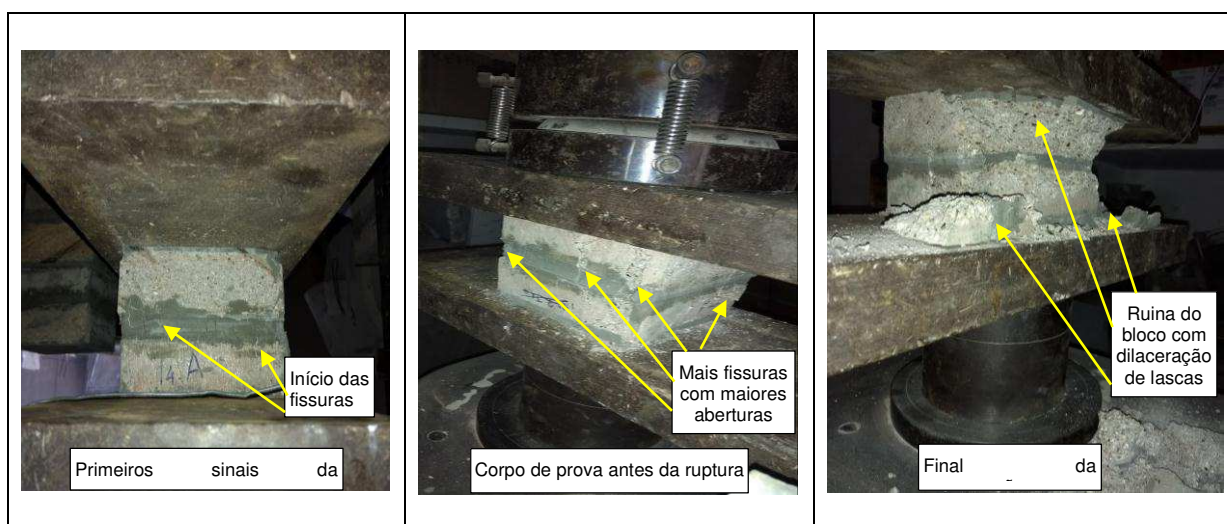
Prisma	Dimensões dos Prismas (mm)			Área (mm <sup>2</sup> )	Carga de ruptura (N)
	C	L	A		
<b>T<sub>1</sub>A</b>	123	125	121	15375	23150
<b>T<sub>2</sub>A</b>	122	125	97	15250	56760
<b>T<sub>3</sub>A</b>	125	125	117	15625	45630
<b>T<sub>4</sub>A</b>	124	125	98	15500	47720
<b>T<sub>2</sub>B</b>	126	123	114	15498	25860
<b>T<sub>2</sub>B</b>	126	123	100	15498	73860
<b>T<sub>3</sub>B</b>	125	125	114	15625	41760
<b>T<sub>4</sub>B</b>	124	125	113	15500	47370
<b>T<sub>1</sub>C</b>	126	123	135	15498	29000
<b>T<sub>2</sub>C</b>	125	125	117	15625	53100
<b>T<sub>3</sub>C</b>	124	124	122	15376	37260
<b>T<sub>4</sub>C</b>	124	125	103	15500	52520

Os blocos apresentaram comportamento semelhante durante os ensaios de compressão. Os surgimentos das primeiras fissuras foram observados quando já era aplicada cerca de 60,0% da força máxima alcançada.

Em função da dimensão da força aplicada pelo equipamento, começaram aparecer deformações e fissuras nos blocos com o passar do tempo. As fissuras foram iniciando na parede longitudinal dos prismas, geralmente dispostas na direção horizontal e outras na direção vertical.

Com o prosseguimento do ensaio, apareceram também novas fissuras, inclusive nos septos transversais com inclinações ascendentes e descendentes. Todas as fissuras existentes tenderam a aumentar o seu comprimento e a sua abertura em ambas as faces dos blocos onde se faziam presentes, havendo maior frequência de fissuras acima de 90,0 %, referente a aplicação da carga máxima suportada, até a ruptura dos blocos, representada pelo cisalhamento diagonal, com a presença evidente de lascas, como mostra a Figura 77.

**Figura 77 - Comportamento dos prismas durante a compressão**



Fonte: SILVA, H.C., 2018.

Os resultados das análises realizadas para avaliar a integridade/durabilidade estão dispostos na Tabela 13, evidenciando inicialmente a resistência à compressão dos blocos, expresso conforme as recomendações (em Pascal), cujo valor foi obtido pela divisão da carga de ruptura pela sua área da seção transversal. O outro fator demonstrado foi o índice de absorção de água, necessário para determinar a classificação do sólido obtido.

Tabela 13 – Análises realizadas após E/S

Parâmetro Analisado	Tipo do Tijolo				Tratamento pós desmolde
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	
Resistência à Compressão (MPa)	1,51 <sup>a</sup>	3,72 <sup>e</sup>	2,92 <sup>d</sup>	3,08 <sup>d</sup>	A
	1,67 <sup>a</sup>	4,76 <sup>f</sup>	2,67 <sup>c,d</sup>	3,05 <sup>d</sup>	B
	1,87 <sup>b</sup>	3,40 <sup>e</sup>	2,42 <sup>c</sup>	3,39 <sup>e</sup>	C
IAA (%)	17,70 <sup>q</sup>	15,20 <sup>p</sup>	16,93 <sup>q</sup>	15,40 <sup>q</sup>	A
	29,57 <sup>s</sup>	19,60 <sup>r</sup>	17,57 <sup>q</sup>	15,94 <sup>p,q</sup>	B
	34,16 <sup>t</sup>	15,72 <sup>p,q</sup>	19,56 <sup>r</sup>	18,05 <sup>q,r</sup>	C

\*\*Letras iguais significam efeitos/diferenças não significativas (valor de  $p \geq 0,05$ ), representam igualdade ao nível de 95% de probabilidade.

Mediante a aplicação dos tratamentos, esperava-se o aumento gradativo dos resultados de **A** para **B** e este para **C**. Essa tendência ficou comprovada no parâmetro relativo a absorção de água, uma vez que com a adição do tratamento **B** e principalmente **C**, criava-se uma fina camada laminar sobre a área superficial dos blocos. Tomando como exceção o **T<sub>2</sub>C**, que apresentou valores inferiores ao **T<sub>2</sub>B**.

No quesito sobre a resistência mecânica, a existência dos tratamentos não configurou sempre no aumento gradativo dos resultados, visto que, para o processo de ruptura do bloco, fatores referentes ao estado físico do interior do corpo de provas, derivado de aspectos operacionais aplicados (prensagem, desmolde e cura, dentre outros) são mais relevantes do que apenas uma fina camada superficial. Mesmo assim, os tijolos **T<sub>1</sub>** e **T<sub>4</sub>**, seguiram a tendência esperada, embora não existir diferenças significativas ao nível de 95,0% de probabilidade entre os tratamentos **A** e **B** para ambos os casos.

Os ensaios de resistência à compressão, têm a finalidade de verificar a capacidade de carga que os blocos podem suportar quando submetidos a uma força exercida perpendicularmente sobre suas faces opostas, determinando, desta forma, se as amostras oferecem resistências mecânicas adequadas, simulando a pressão exercida pelo peso da construção sobre os blocos.

Os tijolos desenvolvidos apresentaram uma resistência variável, principalmente em função do teor de cimento aplicado ou mesmo adição de outros aglomerantes, fato que em ambos os casos, lhes confere maior resistência à compressão.

Isso fica evidente ao perceber que quando se aumentou a concentração de CP de 20,0% em **T<sub>1</sub>** para 40,0% em **T<sub>2</sub>**, obteve-se praticamente o dobro (**T<sub>2C</sub>**) ou até mais que o dobro (**T<sub>2A</sub>** e **T<sub>2B</sub>**) da resistência à compressão. De forma análoga, as resistências também aumentaram, à medida que se introduziu 30,0% de um outro aglomerante (argila), de **T<sub>1</sub>** para **T<sub>3</sub>**, e aumentou ainda mais quando se adicionou 20,00% de argila com mais 20,0% de cal em **T<sub>4</sub>**; conservando-se a mesma quantidade de CP e diminuindo, por conseguinte, as quantidades de RSC.

Embora os tijolos **T<sub>2</sub>** apresentem maior quantidade de resíduo contaminado, com 60,0%, contra 50,0% e 40,0%, em **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>**, respectivamente; em geral os tijolos **T<sub>2</sub>** apresentaram maior resistência que **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>**, em quaisquer dos tratamentos (com exceção do **T<sub>2C</sub>** e **T<sub>4C</sub>** que não apresentam diferenças significativas), no qual, o fator que está determinando essa tendência é a maior proporção aplicada de CP.

Embora os procedimentos metodológicos apresentem alguma distinção, é importante a comparação ao parâmetro de resistência à compressão de normas internacionais usadas em alguns países, conforme a Tabela 14.

**Tabela 14 – Diferentes normas referentes à resistência mecânica na E/S**

<b>Países e/ou normas</b>	<b>Resistência mecânica à compressão</b>	<b>Critério ou rota para o material E/S</b>
Canadá (Protocolo do Canadá)	≥ 0,35 MPa	O parâmetro serve para avaliar o material E/S
Canadá - WCT (Wastewater Technology Center)	≥ 0,35 MPa	Aterro sanitário industrial
	≥ 0,35 MPa	Aterro de resíduos urbanos
Estados Unidos – U.S. EPA (United States Environmental Protection Agency)	≥ 0,35 MPa	Aterro sanitário
Holanda	De 3,0 a 5,0 MPa	Aplicação do material E/S como camada de base para rodovias.
Holanda e França	≥ 1,0 MPa	Aterro
Itália	≥ 2,94 MPa	Avalia o material E/S mas não especifica a disposição ou utilização
Reino Unido	De 4,5 a 7,0 MPa	Aplicação do resíduo E/S como material de camada de base
	De 10,0 a 15,0 MPa	Aplicação do resíduo E/S como material de camada de cobertura

Fonte: Adaptado de STEGEMANN, BUENFELD (2003); SPENCE E SHI (2005); BRITO (2007); MELCHERT (2012).



Observou-se que os tijolos apresentaram resultados satisfatórios para a resistência, quando comparados aos valores prescritos nas normas citadas de alguns países; ou mesmo quando comparados a tijolos de concreto vazados, como também outros tijolos do tipo solo cimento, e ainda mais com blocos argilosos de alvenaria convencional.

À luz da NBR 6136:2007 e NBR 6136:2014, no quesito resistência à compressão, cuja classificação para blocos de “concreto vazado” é: Classe A ( $\geq 6,0$  MPa), Class B ( $\geq 4,0$  MPa), Classe C ( $\geq 3,0$  MPa) e Classe D ( $\geq 2,0$  MPa); se pode diagnosticar que dos blocos propostos, **T<sub>2</sub>** e **T<sub>4</sub>** estão em conformidade para serem aplicados em obras com função estrutural para uso em elementos de alvenaria acima do nível do solo. Enquanto os tijolos **T<sub>3</sub>** só podem ser usados para paredes ou pisos simples, ou seja, em paredes de fechamento que não necessitam suportar cargas estruturais. Já os tijolos **T<sub>1</sub>**, foram reprovados nesse quesito, pois estão fora dos limites aceitáveis de compressão para essa categoria.

No entanto, quando comparado com tijolos mais usados no Brasil, quais sejam os tijolos cerâmicos provenientes de olarias, observa-se o valor de “**1,5 MPa**” para blocos cerâmicos para **alvenaria de vedação** (ABNT NBR 15270-1:2005) e o valor de “**3,0 MPa**”, referente aos blocos cerâmicos para **alvenaria estrutural** (ABNT NBR 15270-2:2005); diante do quais, de acordo com essa classificação, todos os tijolos desenvolvidos nesse trabalho estariam aptos a serem usados em paredes para alvenaria de vedação, inclusive **T<sub>2</sub>** e **T<sub>4</sub>** se adequariam também para parte estrutural de obras.

Os resultados dos experimentos relacionados a resistência à compressão foram superiores aos de Pinto (2015), que avaliou tijolos obtidos com uso de solo juntamente com resíduos da construção civil, variando de 33,3%, 50,00% e 66,70% a proporção entre os aglomerantes, adicionando 10,00% e 12,00%, respectivamente, de cimento *Portland* no traço em volume da composição, onde as resistências variaram de 1,09 Mpa a 2,29 MPa aos 28 dias.

Os valores de **T<sub>2</sub>**, **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>** também são parecidos com os de Ramos *et al* (2009), onde para a avaliação da técnica de solidificação/estabilização, produziu blocos cerâmicos de vedação que tiveram valores de resistência à compressão variando de 2,4 a 4,4 MPa. Nesse trabalho, usou lodo contaminado com metais tóxicos



proveniente de indústrias têxteis, oscilando de 5% a 25% do material contaminado para 75,0% a 95,0% de argila.

De forma comparativa, não com tijolos, mas sim com outros tipos de corpos de provas, em diferentes metodologias dentro do espectro científico para o processo de E/S, podemos citar que os resultados dos tijolos **T<sub>2</sub>** e **T<sub>4</sub>**, se aproximam dos corpos de prova cilíndricos desenvolvidos por Brito e Soares (2009), que apresentaram valores de 3,09 MPa, 4,18 MPa e 4,47 Mpa aos 28 dias, sendo compostos, respectivamente, por proporções em massa, de “cimento / resíduos sintéticos (Cu<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup> e Cd<sup>2+</sup>)” com 28,00% para 6,66%, 23,33% para 33,33%, e 18,66% para 40,00%, além de apresentarem em média 33,33% de água e diferentes adições de bentonita e cal. O que não ocorreu com **T<sub>3</sub>**, cujo valor ficou um pouco abaixo, provavelmente devido à ausência de cal na composição, e principalmente **T<sub>1</sub>** devido a um alto volume de resíduos e ausência dos demais aglomerantes que auxiliam a liga com o cimento *Portland*.

O intuito do ensaio da verificação da porcentagem de água absorvida, está diretamente relacionada com o índice de vazios da massa estrutural do bloco, isto é, quanto maior a quantidade de água absorvida, maior presença de microfuros, e conseqüentemente, maior a porosidade existente na massa cerâmica.

Em relação ao parâmetro de índice de absorção de água (IAA), em geral, os tijolos comportaram-se como blocos cerâmicos para alvenaria de vedação e estrutural, cuja norma prevê o índice de absorção dentro da margem de 8,0% a 20,0%. Nesse caso os tijolos **T<sub>1B</sub>** e **T<sub>1C</sub>** não foram aprovados. Todavia, todos eles estão dentro da margem de absorção de água permissíveis pela técnica de E/S que infere até 40,0% para a aprovação dos blocos. Fatores como a prensagem, tempo no desmolde, cura úmida, presença de orifício, dentre outros, pode ter influenciado negativamente para esses dois tipos de blocos apresentarem discrepância em relação aos demais tipos.

Comparado aos resultados de outros trabalhos, o IAA foi menor que os resultados obtidos por nos estudos de Pinto (2015), cujos blocos variaram de 20,0 % a 25,73% (exceto **T<sub>1B</sub>** e **T<sub>1C</sub>**) com ensaios de tijolos de solo cimento, adicionados de resíduos da construção civil, e ainda menores que os corpos de prova, supracitados, de Brito (2009), dentre os quais, a variação foi de 36,85% a 50,06%.

Além desses, compara-se também com, quando comparado a outros trabalhos como: Ramos, *et al.*, (2009), que trabalhou com blocos cerâmicos na avaliação da técnica de E/S no tratamento de resíduo têxtil - produção de bloco cerâmico de vedação - com valores variando de 14,0 a 23,2 % de IAA, onde a medida que aumentava a concentração de resíduos (de 5%,0 a 25%) aumentava também a o índice de absorção de água.

Reddy e Gupta (2005) que empregaram 12% de cimento *Portland* para a estabilização de solo contendo maior teor de argila e obtiveram absorção de água de 11,40% (resistência à compressão de 7,19 Mpa); e Grande (2003) que obteve resultados de absorção de água próximos, com 13,30% a 16,68%, porém com resistência de 2,83 Mpa, onde o autor empregou menor teor de cimento de 10,00%.

Paralelamente ao estudo para a obtenção da classificação do material final, se registra de forma primordial a concentração de metal(is) contaminante(s) no extrato lixiviado e solubilizado com respectiva influência do pH, apresentando os valores dispostos na Tabela 15.

**Tabela 15 – Análises do contaminante lixiviado e solubilizado em mg.L<sup>-1</sup> de Cr<sup>3+</sup>**

Parâmetro Analisado	Tipo do Tijolo				Tratamento pós desmolde
	T <sub>1</sub>	T <sub>2</sub>	T <sub>3</sub>	T <sub>4</sub>	
Lixiviação dos blocos triturados (mg.L <sup>-1</sup> de Cr <sup>3+</sup> )	0,938 <sup>e</sup>	0,381 <sup>b</sup>	0,535 <sup>d</sup>	0,527 <sup>d</sup>	A
	0,238 <sup>a</sup>	0,443 <sup>c</sup>	0,410 <sup>b,c</sup>	0,256 <sup>a</sup>	B
	0,542 <sup>d</sup>	0,535 <sup>d</sup>	0,436 <sup>b,c</sup>	0,396 <sup>b</sup>	C
Solubilização dos blocos triturados (mg.L <sup>-1</sup> de Cr <sup>3+</sup> )	0,073 <sup>v</sup>	0,023 <sup>q</sup>	0,050 <sup>t</sup>	0,027 <sup>r</sup>	A
	0,057 <sup>u</sup>	0,020 <sup>p</sup>	0,041 <sup>s</sup>	0,027 <sup>r</sup>	B
	0,055 <sup>t,u</sup>	0,024 <sup>q</sup>	0,051 <sup>t</sup>	0,026 <sup>r</sup>	C
Solubilização dos blocos intactos (mg.L <sup>-1</sup> de Cr <sup>3+</sup> )	nd	nd	nd	nd	A
	nd	nd	nd	nd	B
	nd	nd	nd	nd	C

\*nd = não detectado pelo aparelho.

\*\*Letras iguais significam efeitos/diferenças não significativas (valor de p ≥ 0,05), representam igualdade ao nível de 95% de probabilidade.

Na análise dos contaminantes, no extrato lixiviado e solubilizado, houve realmente uma diminuição de contaminantes liberados em **T<sub>1</sub>**, **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>**, sempre de **A** para **B** ou **C**, mas houve aumento não esperado de **B** para **C**. Já na solubilização, a redução gradativa ficou comprovada apenas em **T<sub>1</sub>** para os tratamentos, embora **T<sub>2</sub>B** e **T<sub>3</sub>C**, serem semelhantes ao nível considerado. Nos demais casos os valores ficaram muito próximos entre si, não havendo modificações inerentes a aplicação dos tratamentos.

Sobre os blocos que não tiveram liberação de contaminantes, ao nível detectado pelo equipamento; ressalta-se que caso houvesse liberação, seria em traços mínimos, detectando apenas em partes por bilhão, devido a conservação do corpo de prova, onde não houve trituração, mas sim analisados de forma íntegra como o procedimento metodológico de algumas normas, ao exemplo da norma francesa.

No Anexo F (normativo) ABNT NBR 10004:2004, o cromo total aparece como código de identificação, D009, e *Chemical Abstract Substance*, CAS, 7440-47-3. Destaca-se que o limite máximo permissível, de acordo com o critério de classificação de resíduos sólidos, nesse parâmetro é de 5,0 mg.L<sup>-1</sup> para a lixiviação. Isso, permite classificar todos os tijolos produzidos, contendo resíduos de Cr<sup>3+</sup>, enquadrando-se na **Classe II**, ou seja, de “resíduos finais não perigosos”.

A principal finalidade da produção dos tijolos foi atendida com êxito, tendo em vista que nenhum dos blocos disseminou para o **extrato lixiviado**, altos teores de metal contaminante, outrossim, apenas traços do metal, porém, em quantidades permitidas pela legislação vigente, indicando que houve a estabilização desejada dos resíduos pelo processo de solidificação, encapsulado pelo cimento *Portland*.

Para os ensaios de solubilização, a norma supracitada que é apensada no Anexo G, que classifica o extrato dos procedimentos da NBR 10.006:2005, é ainda mais restritiva, e tem como o limite de 0,05 mg.L<sup>-1</sup>.

No tocante a solubilização do material triturado, é importante citar que há restrições aos tijolos **T<sub>1</sub>**, pois eles estão acima do limite permissível; devendo esse material ser devidamente coletado e descartado em aterros sanitários com classificação de não perigosos.

Os tijolos **T<sub>3</sub>A** e **T<sub>3</sub>B**, também foram aprovados quanto a solubilidade, inclusive o **T<sub>3</sub>C**, numericamente não apresenta diferença significativa ao nível de 95,0% de

probabilidade com relação ao limite permitido pela norma. No entanto, indica-se realizar uma breve diminuição de RSC com aumento de agregado(s) e aglomerante neste tipo de bloco, ocasionando em uma melhor margem de segurança, caso esse trabalho seja replicado; pois ele aparece limítrofe aos valores permissíveis.

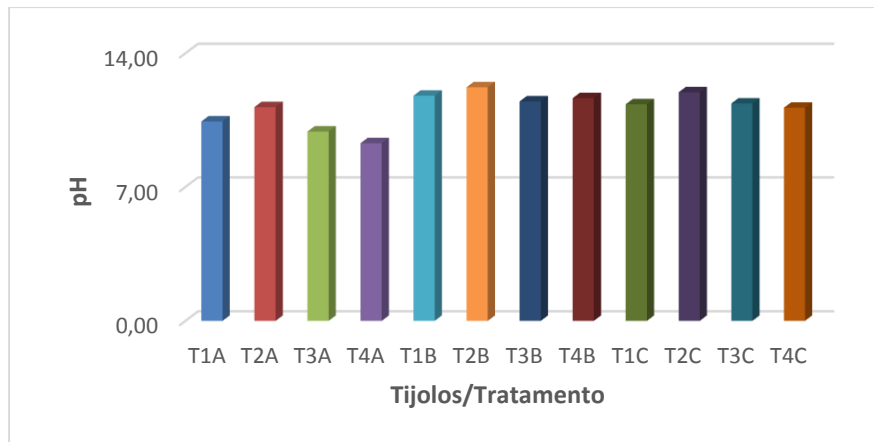
Portando, os tijolos **T<sub>1</sub>** classificam-se como **Classe II – A**, ou seja resíduos não perigosos e não inertes, apresentado restrições para aplicações, devendo ser estocado e disposto em aterro sanitário. Enquanto que os demais tijolos **T<sub>2</sub>**, **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>** como **Classe II – B**, ou seja, resíduos não perigosos e inertes, podendo ter aplicações no cotidiano.

Rego Silva (2007), utilizou resíduo galvânico, resíduo metalúrgico, resíduos têxteis (2 tipos) e resíduo automotivo em moldes hexagonais para o processo de E/S, onde encontrou valor de 9,09 mg.L<sup>-1</sup> de Cr<sup>3+</sup> além de outros metais poluentes para os resíduos galvânicos e cuja solubilização não foi detectada pelo equipamento de absorção atômica. As concentrações eram minimizadas ou não detectadas quando realizava um pré-tratamento aos resíduos.

Outros estudos que podem ser citados, tais como: blocos de concreto, produzidos por Franco (2011), no estudo da E/S de um resíduo sólido industrial em matrizes de cimento, quando usou de resíduos oriundos de uma indústria de galvanoplastia, diante do qual obteve valores de 0,898 mg.L<sup>-1</sup> de Cr<sup>3+</sup> para a lixiviação e 0,18 para a solubilização mg.L<sup>-1</sup> de Cr<sup>3+</sup>. Em estudo semelhante, Bertoli (2015) melhorou esses resultados ao diminuir a introdução de contaminante, variando de 2,0% a 10,0% de RSC, obtendo valores de 0,17 mg.L<sup>-1</sup> a 0,24 mg.L<sup>-1</sup> de Cr<sup>3+</sup> para a lixiviação e de 0,15 a 0,22 mg.L<sup>-1</sup> de Cr<sup>3+</sup> no que tange a solubilização. Em ambos os trabalhos, os blocos finais classificam-se como Classe II-A, resíduos não perigosos e não inertes. Os resultados da atual pesquisa são próximos aos referidos, todavia, o teor de cimento *Portland* usado, bem como, a quantidade de massa contaminada com os resíduos metálicos, foram maiores que as dos trabalhos citados.

No parâmetro de pH, para a lixiviação, aumentou de 2,88 ± 0,05 (solução extratora) para valores bem maiores até o final do processo, variando de 9,29 a 11,96, conforme demonstra a Figura 78, cujo caráter alcalino se deve principalmente às características inorgânicas do cimento *Portland*, conforme preconiza as fichas técnicas de cimento *Portland* no Brasil, cujo pH do mesmo em presença de solução aquosa varia entre 12 e 14 (CIMPOR, 2006).

**Figura 78 - Comportamento do pH nos extratos lixiviados em função dos tratamentos**



Também influenciou para o aumento de pH a quantidade de contaminante, que em questão ( $\text{Cr}^{3+}$ ) apresenta caráter alcalino; por esse fato explica-se maiores valores de pH nos tijolos **T<sub>1</sub>** quando comparados aos tijolos **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>**, que têm igualdade de CP, porém menores quantidades de resíduos, portanto, menores valores de pH.

Já para o extrato solubilizado, o pH apresentou valores com faixa de variações e desvios padrões entre eles menores, iniciando com  $7,2 \pm 0,1$  da água deionizada e oscilando até  $12,25 \pm 0,06$  para **T<sub>2</sub>** em A, B e C, e ao nível de  $11,61 \pm 0,22$  para **T<sub>1</sub>**, **T<sub>3</sub>** e **T<sub>4</sub>** em todos os tratamentos. Novamente é atribuído ao maior índice de pH para o **T<sub>2</sub>** em decorrência de um maior quantitativo na composição do cimento *Portland* no bloco, com 40% em termos volumétricos.

O aumento do pH com o decorrer do tempo, é uma das características quando se estuda a eficácia do processo de estabilização por solidificação, onde foi comprovado ao observar os valores obtidos nos extratos lixiviados e solubilizados. Esta fato corrobora com o que foi proposto por Chamie (1994) e Castilhos Jr (2001), os quais relatam que o pH da matriz de cimento favorece a formação de cátions em hidróxidos e carbonatos insolúveis, e que muitos íons metálicos podem ser incorporados à estrutura cristalina da matriz da argamassa.

## 5.6 Conclusões

No quesito sobre a resistência mecânica, observou-se uma melhores resultados quando houve o aumento do teor de cimento *Portland*, e também à medida que era acrescido agregados miúdos (argila e cal), e reduzida a massa de resíduos. Todos os blocos produzidos foram aprovados para blocos cerâmicos para funcionalidade de *alvenaria de vedação*, com valores  $\geq$  a 1,5 MPa conforme a (ABNT NBR 15270-1:2005), onde **T<sub>2</sub>** e **T<sub>4</sub>** com valores  $\geq$  3,0 MPa, estão também em conformidade para serem aplicados em obras com *função estrutural* para uso em elementos de alvenaria acima do nível do solo, conforme (ABNT NBR 15270-2:2005).

Quando comparados a blocos de “concreto vazado” pela NBR 6136:2014, certifica-se que os blocos **T<sub>2</sub>** e **T<sub>4</sub>** estão em conformidade para serem aplicados em obras com função estrutural com classificação C  $\geq$  3,0 Mpa. Já os tijolos **T<sub>2B</sub>** apresentam classificação B  $\geq$  4,0 Mpa, enquanto os tijolos **T<sub>3</sub>** só podem ser usados para paredes ou pisos simples, ou seja, em paredes de fechamento que não necessitam suportar cargas.

Em relação ao parâmetro de índice de absorção de água (IAA), em geral, os tijolos foram aprovados (excetuando-se **T<sub>1B</sub>** e **T<sub>1C</sub>**) como blocos cerâmicos para alvenaria de vedação e estrutural, cuja norma prevê o índice de absorção dentro da margem de 8,0% a 20,0%. Todavia, todos eles aprovados pelos limites aceitáveis pela técnica de E/S que permissível é de 40,0%.

Por fim, a técnica de E/S usada para a produção de tijolos com resíduos de vermiculita contaminada com metal tóxico, representou uma solução viável e está em conformidade com os padrões de segurança ambiental, pois além reduzir possíveis impactos ambientais causados pela toxicidade/periculosidade do material, e agressividade ao meio ambiente (dispensa a queima do bloco argiloso); promove concomitantemente, a fabricação de novos materiais que podem ser utilizados na construção civil minimizando desta forma geração de custos no ciclo do processo.

## PERSPECTIVAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- ▶ Estudar o comportamento da distribuição do tempo de residência dos outros tipos de vermiculita existentes, de acordo com a classificação granulométrica (grossa, fina, superfina e micron), em função das mesmas massas aplicadas nos leitos do sistema  $S_{ATIFIC}$ ;
- ▶ Monitorar a influência do pH no comportamento do processo de adsorção e troca iônica, da vermiculita VM com o sistema  $S_{ATIFIC}$ ;
- ▶ Aplicar a retrolavagem no protótipo, após batelada realizada, para diagnosticar o tempo de vida útil do material argiloso no leito processo;
- ▶ Desenvolver um estudo quantitativo, sobre a capacidade de adsorção e troca iônica da vermiculita, influenciada sob uma expansão com intervalos de temperatura controlados, cujos gradientes oscilem na escala de 600,0°C a 1.100,0°C;
- ▶ Invertigar o comportamento do sistema  $S_{ATIFIC}$  com a vermiculita, para adsorver poluentes, como: corantes, metais tóxicos e fármacos, entre outros; oriundos de rejeitos (efluentes) de indústrias, realizando um pré-tratamento, quando necessário.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABOLLINO, O.; GIACOMINO, A.; MALANDRINO, M.; MENTASTI, E. **The efficiency of vermiculite as Natural sorbent for heavy metals. Application to contaminated soil.** *Water Air Pollut*, v.181, p.149-160, 2007.
- ABOLLINO, O.; GIACOMINO, A.; MALANDRINO, M.; MENTASTI, E. **Interaction of metal ions with montmorillonite and vermiculite.** *Applied Clay Science*,v.38, p.227-236, 2008.
- AFKHAMI, A.; SABER-TEHRANI, M.; BAGHERI, H. **Simultaneous removal of heavy-metal ions in wastewater samples using nano-alumina modified with 2,4-dinitrophenylhydrazine.** *Journal of Hazardous Materials*. 181, 836–844. 2010.
- AGUIAR, M. R. M. P. de; NOVAES, A. C. **Remoção de metais pesados de efluentes por aluminossilicatos.** *Química Nova*, v. 25, n. 6, p.1145-1154, 2002.
- AIROLDI, C.; ARAKAKI, L.N.H. **Two Independent Routes to Synthesize Identical Silicas by Grafting Ethylenimine or 2-Aminoethanethiol, Their Cation Adsorbing Abilities, and Thermodynamic Data.** *Journal of Colloid and Interface Science* 249, 1, 2002.
- AKHTAR, N., IQBAL, J., IQBAL, M. **Removal and recovery of nickel (II) from aqueous solution by loofa sponge-immobilized biomass of *Chlorella sorokiniana*: characterization studies.** *Journal of Hazardous Materials*, B108, p. 85-94, 2004.
- AKSU, Z., GONEN, F. **Biosorption of phenol by immobilized activated sludge in a continuous packed bed: prediction of breakthrough curves.** *Process Biochem*, v. 50, p. 1-16, 2003.
- ALBUQUERQUE, L. Q. C.; BISCARO, G. A.; LIMA NEGRO, S. R.; OLIVEIRA, A. C. de; CARVALHO, L. A. de; LEAL, S. T. **Resistência à Compressão de Tijolos de Solo-Cimento Fabricados com o Montículo do Cupim *Cornitermes cumulans*.** *Ciências Agrícolas, Lavras*, v. 32, n. 2, p. 553-560, 2008.
- ALLOWAY, B. J. **Heavy metals in soils.** New York, John Wiley, 339 p. 1990.
- Alloway, Brian J. **Heavy Metals in Soils - Trace Metals and Metalloids in Soils and their Bioavailability.** Springer, 3<sup>a</sup>ed., 2013.
- ALMEIDA, R. K. de S. **Híbridos inorgânico-orgânicos de vermiculita e aminas alifáticas cíclicas e acíclicas – adsorção e calorimetria.** Dissertação de Mestrado, 87p. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – PB, 2008.
- ÁLVAREZ-AYUSO, E.; GARCIA-SÁNCHEZ, A. **Removal of heavy metals from waste water by vermiculite.** *Environ. Technol.* 24, 615–625, 2003.



ALVES, A. P. de M.; **Vermiculitas tratadas quimicamente na obtenção de sólidos microporosos como precursores para híbridos inorgânico-orgânicos com aplicações adsorptivas**. Tese de Doutorado, 122p. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – PB, 2009.

AMARO, E. M. L. **Introdução antropogénica de elementos traço no continente Antártico, um local pristino: Península de Fildes, Ilha de King George, Antártica**. Dissertação de Mestrado. Técnico Lisboa, 2014.

AWWA - AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION – AWWA; WATER ENVIRONMENT FEDERATION – WEF. **Standard methods for the examination of water and wastewater**. 22 ed., Washington, DC: APHA, 2012.

ANDRADE, C. P.; ANDRADE, M. C. de. **O uso de minerais industriais como adsorvente na recuperação de água dos processos de mineração**. Série anais XI JIC – Cetem, 2003/2004.

ANDRADE, M. G. **Elementos-traço As, Ba, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Se e Zn em latossolos e plantas de milho após treze aplicações anuais de lodo de esgoto**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual Paulista, Jaboticabal - SP, 2011.

APHA. American Public Health Association. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**, Editor by Leonore S. Clesceri, Arnold E. Greendberg, Andrew D. Eaton, 22th Edition, 2012.

ARAÚJO, M. J. S. M. **Síntese, caracterização e avaliação da atividade catalítica de compostos de nióbio/argila em reações de oxidação**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2016.

ARAÚJO, P. P. **Encapsulamento de nanopartículas magnéticas à base de maghemita em vermiculita expandida**. Tese de Doutorado, 145 p. Universidade de Brasília, Brasília-DF, 2014.

ARCHELA, E.; CARRARO, A.; FERNANDES, F.; BARROS, O. N. F.; ARCHELA, R. S. **Considerações sobre a geração de efluentes líquidos em centros urbanos**. Geografia, v.12, n.1, 2003.

Associação Brasileira de Cimento Portland. **Fabricação de Tijolos de Solo-Cimento com a Utilização de Prensas Manuais: Prática Recomendada**. Publicações ABCP, São Paulo, 1988.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. **NBR 10.004: Resíduos Sólidos – Classificação**. Rio de Janeiro - RJ. 71p, 2004a.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. **NBR 10.005: Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro - RJ 16p, 2004b.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. **NBR 10.006: Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro - RJ 3p, 2004c.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. **NBR 15270-1: Componentes cerâmicos Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação – Terminologia e requisitos.** Rio de Janeiro – RJ. 11p, 2005a.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. **NBR 15270-2: Componentes cerâmicos Parte 2: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural - Terminologia e requisitos.** Rio de Janeiro – RJ. 11p, 2005b.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. **NBR 15270-3: Componentes cerâmicos Parte 3: Blocos cerâmicos para alvenaria estrutural e de vedação - Métodos de ensaio.** Rio de Janeiro – RJ. 27p, 2005c.

Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT. NBR 6136: Blocos vazados de concreto simples para alvenaria - Requisitos. Rio de Janeiro – RJ. 10p, 2007.

AUGUSTO FILHA, V. L. da S. **Sílicas mesoporosas SBA-15 modificadas com aminas cíclicas – síntese, caracterização e adsorção de cátions.** Tese de Doutorado, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PB, 2011.

AVELINO, M. C. **Vermiculita organofuncionalizada com moléculas surfactantes como adsorventes para herbicidas em solução aquosa.** Dissertação de Mestrado, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2009.

AVELINO, M. C. **Vermiculitas organofuncionalizadas como adsorventes e sistemas de liberação de fármacos.** Tese de Doutorado, 160p., Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2013.

BADAWY, N. A.; EL-BAYAA, A. A.; ABD ALKHALIK, E. **Vermiculite as an exchanger for copper(II) and Cr(III) ions, kinetic studies.** Ionics 16:733-739. Springer-Verlag, 2010.

BAILEY, S. E.; OLIN, T.J.; BRICKA, R. M.; ADRIAN, D. D. **A review of potentially low-cost sorbents for heavy metals.** Water Res. 33, 2469–2479, 1999.

BARBOSA, F. R.; MOTA, J. M. F.; SILVA, A. J. C.; OLIVEIRA, R. A. **Análise da Influência do Capeamento de Corpos de Prova Cilíndricos na Resistência à Compressão do Concreto.** IBRACON, 51º Congresso Brasileiro do Concreto, Anais, Curitiba - PR, 2009.

BARROS A. A.; SANTOS R. dos; CARDOSO G. **Caracterização química e morfológica de mistura de ureia com vermiculita encapsulada em derivado celulósico.** Scientia Plena 12, n., 7p., 2016.

BEDMAR, A. P. **Isotopos en Hidrologia.** Ed. Alhambra, Madrid. p. 71-89, 1972.

BELHATECHE, D. H. **Choose appropriate wastewater treatment technologies.** Chemical engineering progress. p. 91 - 32, 1995.

BERGAYA F.; LAGALY G. **Handbook of clay science.** 2ª ed. Vol. 5A, Newnes, Elsevier, 1197 p., 2013.

BERGAYA, F. e LAGALY, G. **Surface modification of clay minerals**. Applied Clay Science. v. 19, 2001.

BERTOLI, R. F.; CAPUTO, N.; SGORLON, J. G.; GOMES, M. C. S.; MENEZES, M. L. **Estudo da solidificação/estabilização de um resíduo sólido industrial em matrizes de cimento: avaliação da lixiviabilidade e solubilidade de contaminantes**. XI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica. Campinas-SP, 2015.

BHATTACHARYYA, K. G.; GUPTA, S. S., **Adsorption of a few heavy metals on natural and modified kaolinite**. Advances in Colloid and Interface Science, p. 140 - 114, 2008.

MELLA, B. **Remoção de cromo de banhos residuais de curtimento através de precipitação química e eletrocoagulação**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre - RS, 2013.

BIBI, I.; ICENHOWERN, J.; NIAZI, K.; NAZ, T.; SHAHID, M.; BASHIR, S. **Clay Minerals: Structure, Chemistry, and Significance in Contaminated Environments and Geological CO<sub>2</sub> Sequestration**. Chapter 21. Environmental Materials and Waste. Resource Recovery and Pollution Prevention, p. 543-567. 2016.

BJERRUM, N. Bjerrum's Inorganic Chemistry, 3rd Danish ed., Heinemann, London (1936).

BJERRUM. **Bjerrum's Inorganic Chemistry**, 3rd Danish ed., London, 1936.

BLAIS, F. J.; SHEN, S.; MEUNIER, N.; TYAGI, R. D. **Comparison of natural adsorbents for metal removal from acidic effluent**. Environmental Technology, 24-205, 2003.

BOETCHER, M. L. **Cromo: aspectos toxicológicos e ocupacionais. Trabalho de Conclusão de Curso**. Ciências Farmacêuticas, FEEVALE, Novo Hamburgo - RS, 2008.

BORBA, C. E. **Estudo do processo de troca iônica do sistema multicomponente cobre-zinco-sódio utilizando a resina Amberlite IR 120**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2009.

BOUCHET, A.; MEUNIER, A.; SARDINI, P. **Minéraux argileux: structure cristalline, identification par diffraction de rayons X**. France. Centre Rech. Elf Explor. Prod. Bull. Mémoire 23, 136 p., 2000.

BRAGA, B. *et al.* **Introdução à Engenharia Ambiental**. Prentice Hall, São Paulo - SP, 2002.

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral - DNPM. **Sumário Mineral 2016**. Coordenadores: Thiers Muniz Lima, Carlos Augusto Ramos Neves Brasília – DF, 131 p., 2018.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. **Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA, Nº 430/2011**. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de

efluentes, complementa e altera a Resolução no 357, de 17 de março de 2005. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res05/res35705.pdf>>. Acesso em 16 julho 2013.

BRIGATTI, M. F.; GALAN, E.; THENG, B. K. G.; BERGAYA B. K. G.; LAGALY, G. **Handbook of Clay Science, and mineralogy of clay minerals**. Developments in Clay Science, Chaper 2, Vol. 1, p. 19-86, 2006.

BRIGATTI, M. F.; LAURORA, A.; Malferrari, D.; M'EDICI, L.; POPPI, L.; **Adsorption of  $[Al(Urea)_6]^{3+}$  and  $[Cr(Urea)_6]^{3+}$  complexes in the vermiculite interlayer**. Applied Clay Science, 30: 21, 2005.

BRINDELY, G. W.; BROWN, G. **Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification**. Mineralogical Society: London, 1980.

BRITO, A. L. F. **Protocolo de Avaliação de Materiais Resultantes da Estabilização por Solidificação**. Tese de Doutorado em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, Florianópolis - SC, 2007.

BRITO, A. L. F.; SOARES, S. R. **Avaliação da integridade e da retenção de metais pesados em materiais estabilizados por solidificação**. Eng Sanit Ambient, v.14 n.1, 2009.

BUCK, K. N.; ROSS, J. R. M.; FLEGAL, A. R.; BRULAND K. W. **A review of total dissolved copper and its chemical speciation in San Francisco Bay, California**. Environmental Research 105, n 1,p.5-19, 2007.

CANEDO, E. L. **Fenômenos de Transporte**. editora LTC, 1ª ed, 2011.

CASES, J. M.; BEREND, I.; FRANÇOIS, M.; URIOT, J. P.; MICHOT, L. J.; THOMAS, F. **Mechanism of Adsorption and Desorption of Water Vapor by Homoionic Montmorillonite: 3. the  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$  and  $Ba^{2+}$  Exchanged Forms**. Clays and Clay Minerals, 45: 8-22, 1997.

CASTILHOS JR, A. B.; SOARES, S. R.; AMARAL, C. V. **Solidificação/estabilização de lodos galvânicos (metais cromo e zinco) em matrizes de cimento portland**. 21º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental. João Pessoa – PB, 2001. Disponível em: <<http://www.bvsde.paho.org/bvsaidis/resisoli/brasil/iii-068.pdf>> Acesso em 04 de Agosto de 2017.

CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. **Qualidade das águas interiores no estado de São Paulo: Significado ambiental e sanitário das variáveis de qualidade das águas e dos sedimentos e metodologias analíticas e de amostragem**. Série Relatórios, 2009.

CHAGAS, M. A. **Tratamento de efluente têxtil por processo físico-químico e biológico**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco, Recife – PE, 2009.

CHAMIE, S. **Encapsulamento de resíduos de lamas galvânicas através da solidificação em matrizes de cimento**. Dissertação de Mestrado, 246 p. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 1994.

- CHAN, B. K. C.; DUDENEY, A. W. L. **Reverse osmosis removal of arsenic residues from bioleaching of refractory gold concentrates.** Miner. Eng., 21, p. 272-278, 2008.
- COELHO V. C. A.; SANTOS, P. S.; SANTOS, S. H. **Argilas especiais: argilas quimicamente modificadas - uma revisão.** Química Nova, v30, p.1282 -1294, 2007.
- COSSICH, E. S. **Biossorção de cromo(III) pela biomassa da alga marinha Sargassum sp.** Tese de Doutorado, 139p. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química, Campinas – SP, 2000.
- COSTA FILHO, F.; GOMES, W. D. E. **Geologia de uma Área a S-SW de Paulistana-PI Mina de Vermiculita.** Relatório de Graduação, Convênio UFPE-EUCATEX Mineração do NE S.A., 191 p. 1992.
- COVELO, E. F.; VEGA, F. A.; ANDRADE, M. L. **Simultaneous sorption and desorption of Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, and Zn in acid soils II. Soil ranking and influence of soil characteristics.** Journal of Hazardous Materials, 147: 862, 2007.
- CRISTELO, N. C. **Estabilização de solos residuais graníticos por meio da adição de cal.** Dissertação de mestrado. Universidade do Minho, Portugal, 2001.
- DAN'A, E.; SAYARI, A. **Desalination**, 285, 62, 2012.
- DAVIS, J.A.; VOLESKY B.; VIERRA R. **Sargassum seaweed as biosorbent for heavy metals.** Water Res 34:4270, 2000.
- DE LA CALLE, C.; SUQUET, H. **Vermiculite.** In: Bailey, S.W. (Ed.), Hydrous Phyllosilicates (Exclusive of Micas) Reviews in Mineralogy, vol. 19, p. 455 -496,1988.
- DEER, W. A.; HOWIE, R. A.; ZUSSMAN, J. **Minerais constituintes das rochas – Uma introdução.** Lisboa. Fundação Calouste Gulbenkian, 727 p., 2000.
- DELOZIER, D. M.; ORWOLL, R. A.; CAHOON, J. F.; JOHNSTON, N. J.; SMITH JR, J. G.; CONNELL, J. W. **Preparation and characterization of polyimide/organoclay nanocomposites.** Elsevier, Polymer, p. 813-822, V 43, 2002.
- DI IGLIA, R. A. **A redução de Cr (VI) sobre carbono vítreo reticulado: ensaios preliminares de sua remoção eletrolítica.** Dissertação de Mestrado, 96 p. Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, 1997.
- Dicionário de Ecologia e Ciências Ambientais. Henry W. Art. Editor-Geral.Título Original: **The Dictionary of Ecology and Environmental Science.** São Paulo: Companhia Melhoramentos, 1998.
- EMSLEY, J. **Moléculas em exposição: o fantástico mundo das substâncias e dos materiais que fazem parte de nosso dia a dia.** São Paulo: Edgar Blücher, 2001.
- EOM T. H.; LEE C. H.; KIM J. H.; LEE C. H. **Develop ment of an ion exchange system for plating wastewater treatment.** Desalination, v. 180, p. 163-172, 2005.
- FALONE, S. Z.; VIEIRA, E. M. **Adsorção/dessorção do explosivo tetril em turfa e em argissolo vermelho amarelo.** Química Nova, v.27, n.6, p.849-854, 2004.

FERNANE, F.; MECHERRI, M. O.; SHARROCK, P.; HADIOUI, M.; LOUNICI, H.; FEDOROFF, M. **Mater Charact.**, 59, 554p., 2008.

FOGLER, H. S. **Elements of Chemical Reaction Engineering**. 3rd ed. New Jersey: Prentice Hall, 1999.

FONSECA, M. G.; AIROLDI, C. J. **Híbridos inorgânico-orgânicos derivados da reação de filossilatos com organossilanos**. *Química Nova*, 5, 26: 700 p., 2003.

FONSECA, M. G.; WANDERLEY, F. A.; SILVA, G. O.; ARAKAKI, H. N. L.; ESPÍNOLA, P. G. J. **Tg and DSC as tools for confirming hybrid vermiculites derived from intercalation**. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. Vol. 87. p. 783-787, 2007

FONTES, M. P. F.; CAMARGO, O. A.; SPOSITO, G. **Eletroquímica das partículas coloidais e sua relação com a mineralogia de solos altamente intemperizados**. *Scientia Agrícola*, 3, p. 58 - 627, 2001.

FRANÇA, S. C. A.; LUZ, A. B. **Utilização da vermiculita como adsorvente de compostos orgânicos poluentes da indústria do petróleo**. In: XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. p. 547-553, Recife - PE, 2002.

FRANÇA, S. C. A.; UGARTE, J. F. O.; ARRUDA, G. M. **Vermiculite Utilization on Treatment of Water Contaminated With Organic Compounds**. In: 2nd Mercosur Congress on Chemical Engineering, 4th Mercosur Congress on Process Systems Engineering, Rio de Janeiro, 2005.

FRANÇA, S.C.A., ARRUDA, G.M. e UGARTE, J.F.O. **Desenvolvimento tecnológico para as vermiculitas brasileiras**. Relatório Técnico, CETEM/MPEG/MCT, Belém, 62p, 2006.

FRANCO, M. A.; ALBARRÁN, L. A. A.; SERRANO, V.G. **An identification study of vermiculites and micas Adsorption of metal ions in aqueous solution**. *Fuel Processing Technology*, Vol. 92, p. 200–205, 2011.

FREITAS, T. C. M., MELNIKOV, P. **O uso e os impactos da reciclagem de cromo em indústrias de curtume em Mato Grosso do Sul, Brasil**. Nota Técnica. *Eng. sanit. ambient.* Vol.11 - Nº 4 - out/dez 2006, p. 305-310. 2006.

GHARIN NASHTIFAN, S.; AZADMEHR, A.; MAGHSOUDI A. **Comparative and competitive adsorptive removal of Ni<sup>2+</sup> and Cu<sup>2+</sup> from aqueous solution using iron oxide-vermiculite composite**. *Applied Clay Science* 140 p.38–49, 2017.

GILLES, C. H.; SMITH, D. **A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm**. I theoretical, *Journal Colloid Interface Science*, 47: 755, 1974.

Gode, F.; Pehlivan, E. **Removal of chromium(III) from aqueous solutions using Lewatit S 100: the effect of pH, time, metal concentration and temperature**. *J Hazard Mater B136:330*, 2006.

GONÇALVES, O. M.; ILHA, M. S. O.; AMORIM, S. V.; PEDROSO, L. P. **Estimating water consumption in nursery and elementary schools. Plumbing Systems and Design.** Estados Unidos, v. 5, n. 2, 2006.

GRANDE, F. M. **Fabricação de tijolos modulares de solo-cimento por prensagem manual com e sem adição de sílica ativa.** Dissertação de Mestrado. São Carlos: Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 2003.

GREANPEACE. **Metais tóxicos,** 2006. Disponível em: <[http://www.greanpeace.org.br/toxicos/?conteudo\\_id=818&sub\\_campanha=0img=15](http://www.greanpeace.org.br/toxicos/?conteudo_id=818&sub_campanha=0img=15)> Acesso em 8 de novembro de 2017.

GUO, S.; LI, W.; ZHANG, L.; PENG, J.; XIA, H.; ZHANG, S. **Kinetics and equilibrium adsorption study of lead(II) onto the low cost adsorbent - Eupatorium adenophorum spreng.** Process Safety and Environmental Protection, v. 87, p. 343–351, 2009.

HAJEETH, T.; VIJAYALAKSHMI, K.; GOMATHI, T.; SUDHA, P.N. **Removal of Cu<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> using cellulose extracted from sisal fiber and cellulose-g-acrylic acid copolymer.** Int. J. Biol. Macromol. 62: p. 59–65, 2013.

HARLAND; C. E. **Discovery and Structure of Solid Inorganic Ion Exchange Materials.** Inorganic Materials, Royal society of chemistry, 2<sup>a</sup> Edição, 1994.

HARO, M.C. J.; RODRÍGUEZ J. L. P.; POYATO J.; MAQUEDA L.A. P. **Effect of ultrasound on preparation of porous materials from vermiculite.** Appl. Clay Sci. 2005.

HASHEM, F. S.; AMIN, M. S.; EL-GAMAL, S. M. A. **Chemical activation of vermiculite to produce highly efficient material for Pb<sup>2+</sup> and Cd<sup>2+</sup> removal.** Applied Clay Science 115 (2015) 189 - 200.

HENDERSHORT, W. H.; DUQUETTE, M. **A simple barium chloride method for determining cation exchange capacity and exchangeable cations.** Soil Sci. Soc. Am. J. Vol. 50, p. 602, 1986.

HINDMAN, J. R. **Vermiculite.** In: Industrial Minerals and Rocks. 6th Edition, D. D. Carr, Society of Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. Littleton, Colorado, p. 1103 - 1111, 1994.

HINDMAN, J. R. **Vermiculite.** In: Industrial Minerals and Rocks. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration. London - U. 5<sup>a</sup> Ed: p. 1103 – 1111, 1992.

International Atomic Energy Agency (IAEA). **Application of Ion Exchange Processes for the Treatment of Radioactive Waste and Management of Spent Ion Exchangers.** Technical Report Series. n 408, IAEA, Vienna, Áustria, 2002.

IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry. **“Heavy metals”- a meaningless term?** Vol. 74, No. 5, p. 793–807, 2002. Disponível em: <[https://www.researchgate.net/publication/279888293\\_Heavy\\_metals\\_a\\_meaningless\\_term\\_IUPAC\\_Technical\\_Report](https://www.researchgate.net/publication/279888293_Heavy_metals_a_meaningless_term_IUPAC_Technical_Report)>. Acesso em 22 de outubro de 2013.

IUPAC - International Union of Pure and Applied Chemistry. **Periodic Table of Elements**, 2016. Disponível em: <<https://iupac.org/what-we-do/periodic-table-of-elements>>. Acesso em: 23 de novembro de 2016.

JACKSON, M. L. **Chemical composition of soils**. In: Bear, F.E. (Ed.) Chemistry of the soil. New York: Reinhold Publishing Corporation, 71, 1965.

JANEGITZ, B. C.; LOURENÇÃO, B. C.; LUPETTI, K. O.; FATIBELLO-FILHO, O. **Desenvolvimento de um método empregando quitosana para remoção de íons metálicos de águas residuárias**. Química Nova, v. 30, n. 4, p. 879-884, 2007.

JIMENEZ, R. S.; BOSCO, S. M. D.; CARVALHO, W. A. **Remoção de metais pesados de efluentes aquosos pela Zeólita natural Escolécita – Influência da temperatura e do pH na adsorção em sistemas monoelementares**. Química Nova, 5, 27: 735, 2004.

KANDAH, M., ABU AL-RUB, F. A., AL-DABAYABEH, N. **Competitive adsorption of copper-nickel and copper-cadmium binaries on SMW**. Eng. Life Sci., v.8, 237-243, 2002.

KANDAH, M., ABU AL-RUB, F. A., AL-DABAYABEH, N. **The aqueous adsorption of copper and cadmium ions on sheep manure**. Adsorption Sci. Technol., v. 21, p. 501-509, 2003.

KEBABI, B.; TERCHI, S.; BOUGHERARA H.; REINERT L.; DUCLAUX, L. **Removal of manganese (II) by edge site adsorption on raw and milled vermiculites**. Applied Clay Science, 139 p. 92–98, 2017.

KLEINÜBING, S. J. **Bioadsorção competitiva dos íons níquel e cobre em alginato e alga marinha Sargassum filipendula**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2009.

KRAEPIEL, A. M. L.; JEAN-FRANÇOIS, C.; JEAN-MARIE, M.; FRANÇOIS, M. M. M. **Geochemistry of trace metals in the Gironde estuary**. Geochimica et Cosmochimica Acta 61, n. 7, p 1421–1436, 1997.

KREUSCH, M. A. **Avaliação com propostas de melhoria do processo industrial de reciclagem do chumbo e indicação de aplicabilidade para a escória gerada**. Dissertação de Mestrado, 129 p. Universidade Federal do Paraná, Curitiba-PR, 2005.

KUMAR, R.; KUMAR, M.; AHMAD, R.; Barakat, M.A. **L-Methionine modified Dowex-50 ion-exchanger of reduced size for the separation and removal of Cu<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> from aqueous solution**. Chem. Eng. J. v.218, p. 32–38, 2013

KUMAR, Y. P.; KING, P.; PRASAD, V. S. R. K. **Comparison for adsorption modeling of copper and zinc from aqueous solution by Ulva fasciata sp. J.** Hazardous Materials, v.137, p. 1246 - 1251, 2006.

LACOUR, S.; BOLLINGER, J. C.; SERPAUD, B.; CHANTRON, P.; ARCOS, R. **Removal of heavy metals in industrial wasters by ion-exchanger grafted textiles**. Anal Chim Acta. V. 428, p. 121-132, 2001.



LAGALY, G. **Characterization of clays by organic compounds**. Clay Minerals, v.16, p. 1 – 21, 1981.

LASAT, M.M. **Phytoextraction of metals from contaminated soil: A review of plant/soil/metal interaction and assessment of pertinent agronomic issues**. Journal of Hazardous Substance Research, v. 2, p. 5.1-5.25, 2000.

LEE, J. D. **Química inorgânica: não tão concisa**. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda. 527 p.,1999.

LIMA, A. P. D; FEITOSA J. P. A; NÁGILA R. M. P. S. **Compósitos a base de poli(acrilamida)/vermiculita: síntese e caracterização**. Anais do 9º Congresso Brasileiro de Polímeros, 2007.

LIMA, V. F.; MERÇON, F. **Metais Pesados no Ensino de Química**. QUÍMICA NOVA NA ESCOLA. Vol. 33, Nº 4, 2011.

LIU D.; DU X.; MENG MATER, Y. **Facile synthesis of exfoliated polyaniline/vermiculite nanocomposites**. Elsevier, Materials Letters Vol 60, Issue 15, p. 1847 – 1850, 2006.

LIU, Y.; ZHENG, Y.; WANG, A. **Enhanced adsorption of Methylene Blue from aqueous solution by chitosan-poly (acrylic acid) / vermiculite hydrogel composites**. Journal Environmental Science, v. 22, p. 486 - 493, 2010.

LOPES, M. S. **Montagem de um canal retangular hidráulico para o estudo experimental da dispersão de um traçador conservativo**. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas. Limeira-SP, 2016.

LOPES, T. R. **Caracterização do esgoto sanitário e lodo proveniente de reator anaeróbico e de lagoas de estabilização para avaliação da eficiência na remoção de contaminantes**. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Medianeira - PR, 2015.

LUNA, F. J.; SCHUCHARDT, U. **Argilas pilarizadas - uma introdução**, Química Nova, v. 22, p. 104 - 109, 1999.

LUZ, A. B. da; FRANÇA, S. C. A. **Utilização da vermiculita como adsorvente de compostos orgânicos poluentes da indústria do petróleo**. CETEM - Centro de Tecnologia Mineral, p. 547-553, 2002. XIX ENTMME, Recife - PE. Disponível em: <<http://www.cetem.gov.br/images/congressos/2002/ENTMME2002-11.pdf>>. Acesso em 10 de junho de 2014.

MAGDALENA, Carina P. **Adsorção de Corante reativo Remazol Vermelho RB de solução aquosa usando zeólita de cinzas de carvão e avaliação da toxicidade aguda com Daphnia similis**. Dissertação de Mestrado, 151 p. Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Autarquia Associada à Universidade de São Paulo – Ipen, 2010.

MALANDRINO, M.; ABOLLINO, O., GIACOMINO, A.; ACETO, M.; MENTASTI, E., **Adsorption of heavy metals on vermiculite: Influence of pH and organic ligands.**, Journal of Colloid and Interface Science, v. 299, 537 – 546, 2006.

MALANDRINO, M.; ABOLLINO, O.; BUOSO, S.; GIACOMINO, A.; GIOIA, C. L.; MENTASTI, E., **Accumulation of heavy metals from contaminated soil to plants and evaluation of soil remediation by vermiculite**, *Chemosphere*, v. 82, p. 169 - 178, 2011.

MANAHAM, S.E. **Environmental Chemistry**. 7<sup>a</sup> ed. Boca Raton: Lewis Publishers, 1999.

Manual de Mineralogia e Química do Solo, 2014. Composição da fase sólida mineral do solo. Disponível em: <<http://mineralogiaequimicadosolo.blogspot.com>>. Acesso em 22 de novembro de 2017.

MAQUEDA, C. **Effect of grinding on the preparation of porous materials by acid-leached vermiculite**. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 68, p. 1220 - 1224, 2007.

Materiais e recursos geológicos. Universidade do Minho. Licenciatura em Biologia Aplicada e Licenciatura em Geografia e Planeamento, 2007. Disposto em: <<https://www.uminho.pt/pt/ensino.uminho.portalum.ui/pages/catalogocursodetail.aspx?itemid=3300&catid=9>>. Acesso em 20 de outubro de 2017.

Mercier, L.; Detellier, C. **Preparation, Characterization and Applications as Heavy metals sorbents of covalently grafted thiol functionalities on the interlamellar surface of montmorillonite**. *Environmental Science and Technology*, v. 29(5), p.1318 - 1323, 1995.

MD, S.; MUNEKAGE, Y. **Lead removal from aqueous solution using silica ceramic: adsorption kinetics and equilibrium studies**. *Int J Chem* 1:23, 2009.

MEDHAT, S. A. **Thermodynamic profile of some heavy metal ions adsorption onto biomaterial surfaces**. *Am J Appl Sci* 4:605, 2007.

MELCHERT, M. B. M. **Solidificação e estabilização de resíduos de catalisadores contendo níquel e alumínio em cimento Portland**. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 2012.

MELLO, V. F. B.; GAMA, J.; FERREIRA, J. M.; BARAUNA, O. S.; JUCÁ, J. F. T.; MOTTA SOBRINHO, M. A. **Estudo e caracterização de propriedades da argila esmectita na remoção de corantes têxteis**. *Revista Matéria*, vol.18, n.4, pp.1467-1482, Rio de Janeiro - RJ, 2013.

METCALF & EDDY. Inc. **Wastewater Engineering treatment Disposal Reuse**. 4. ed. New York, McGraw - Hill Book, 1815 p., 2003.

MEUNIER, A. [Book Section] // *Clays*. Berlin : Springer, 2005. *Química Nova*, p. 809-817.

BRASIL. Ministério de Minas e Energia . Secretaria de Geologia, Mineração e Transformação Mineral. **PRODUTO 03 - Vermiculita**. Elaboração do Plano Duodenal (2010 - 2030). Relatório Técnico 48. Perfil da Vermiculita. Disposto em: <<http://www.mme.gov.br/web/guest/a-mineracao-brasileira>>. Acesso em 20 de novembro de 2017.

MIRSRA, R. K.; JAIN, S. K.; KHATRI, P. K. **Iminodiacetic acid functionalized cation exchange resin for adsorptive removal of Cr(VI), Cd(II), Ni(II) and Pb(II) from their aqueous solutions.** Journal of Hazardous Materials, v.185, p. 1508 – 1512, 2011.

MOHSEN-NIA, M.; MONTAZERI, P.; MODARRESS, H. **Removal of Cu<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> from wastewater with a chelating agent and reverse osmosis processes.** Desalination, v. 217, 276 - 281, 2007.

MORAIS, D. R. P. de; DELGADO, R. C.O. B.; MOTA, A. L. N.; SANTIAGO, R. C.; **Caracterização de Turfa e Vermiculita Hidrofobizadas por Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho – FTIR.** In: Anais do V Encontro Regional de Química & IV Encontro Nacional de Química. Blucher Chemistry Proceedings. São Paulo: Blucher, p. 1140-1147. 2015.

MOTA, J. S. **Eco-eficiência: avaliação de sustentabilidade de indústria do couro no MS.** Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília, Brasília-DF, 2001.

MYERS, D. **Surfaces, interfaces, and colloids: principles and applications.** 2<sup>a</sup> ed. 501p., New. York: Wiley-VCH, 1999.

NAJAFI, M.; YOUSEF, Y.; RAFATI, A. A. **Synthesis, characterization and adsorption studies of several heavy metal ions on amino-functionalized silica nano hollow sphere and silica gel.** Separation and Purification Technology. V.85, 193 - 205, 2012.

NASCIMENTO, R. F; LIMA, A. C. A. de; VIDAL C. B.; MELO D. Q.; RAULINO G. S. C. **Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais.** Estudos da Pós - Graduação. Fortaleza-CE: Imprensa Universitária, 256 p., 2014.

NETO, R. P. C.; UGARTE, J. F. O. **Utilização de Vermiculita em Sistema Dessalinizador com Colunas Percoladas.** In: XIV Jornada de Iniciação Científica – CETEM, 2007.

NEWMAN, A.C.D. **Chemistry of Clays and Clay Minerals.** Mineralogical Society Monograph, Longman Scientific & Technical, N° 6, 1987.

NGAH, W. S. W.; HANAFIAH, M. A. K. M. **Removal of heavy metal ions from wastewater by chemically modified plant wastes as adsorbents: a review.** Bioresource Technology, v.99, p. 3935-3948, 2008.

NRIAGU, J. O.; NIEBOER, E. **Chromium in the natural and human environments.** Ontario: Wiley Inter-Science, 1988.

O'CONNELL, D. W.; BIRKINSHAW, C.; O'DWYER, T. F. **Heavy metal adsorbents prepared from the modification of cellulose: a review.** Bioresour. Technol. 99, 6709 - 6724. Applied Clay Science journal homepage.

OLIVEIRA, M. M de. **Obtenção de isotermas de troca iônica de  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$  e  $\text{Zn}^{2+}$  em vermiculita e suas caracterizações.** Dissertação de Mestrado, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2008.

PEDRO, H. H. B.; MELAMED, R. **Eficiência de minerais industriais na imobilização de metais pesados.** Anais da X Jornada de Iniciação Científica, CETEM/MCT - CDRom, 2002.

PEGORARO, P. Rossato. **Distribuição do tempo de residência e letalidade no processamento térmico contínuo de líquidos com escoamento laminar não ideal em trocadores bitubulares.** Dissertação de Mestrado, 138p. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 2012.

PENDIAS, A. K. **Trace elements in soils and plants.** 4ª ed. CRC Press: Taylor & Francis Group, Nova York, 2012.

PERGHER, S.B.C.; CORMA, A.; FORNÉS, V., **Materiales laminares pilareados: preparación y propiedades.** Química Nova, 5, 22: p. 693 - 709, 1999.

PERTUSATTI, J. e PRADO, A.G.S. Buffer capacity of humic acid: Thermodynamic approach. J. Colloid Interf. Sci., v. 314, p. 484-489, 2007.

PINTO, C. F. **Estudo Da Estabilização Por Solidificação De Resíduos Contendo Metais Pesados.** Tese de Doutorado, 229 p. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo - SP, 2005.

PINTO, L. M. **Estudo de tijolos de solo cimento com adição de resíduo de construção civil.** Universidade Federal de Santa Maria - RS, 2015. Disponível em: [http://coral.ufsm.br/engcivil/images/PDF/1\\_2015/TCC\\_LUCAS%20PINTO.pdf](http://coral.ufsm.br/engcivil/images/PDF/1_2015/TCC_LUCAS%20PINTO.pdf). Acesso em 26 de novembro de 2017.

PISANI, M. A. J. P. **Um material de construção de baixo impacto ambiental: O Tijolo de Solo-Cimento.** ae ensaios, 17 p., São Paulo - SP, 2005. Disponível em: [http://www.aedificandi.com.br/aedificandi/Número%201/1\\_artigo\\_tijolos\\_solo\\_cimento.pdf](http://www.aedificandi.com.br/aedificandi/Número%201/1_artigo_tijolos_solo_cimento.pdf). Acesso em: 20 de agosto de 2016.

PISSATO, E.; SOARES, L. **Utilização de finos de pedra em misturas de solo-cimento: correção granulométrica de um solo argiloso.** Exacta, São Paulo, v.4, n.1, p. 143-148, 2006.

BRASIL. **Ministério da Saúde. Portaria nº 2.914/2011.** Programa Nacional de Vigilância da Qualidade da Água para Consumo Humano. Disponível em: <[http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm./2011/prt2914\\_12\\_12\\_2011.html](http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/gm./2011/prt2914_12_12_2011.html)>. Acesso em 25 maio de 2013.

QUEIROGA, M. S. **Resistência à compressão de painéis reduzidos de alvenaria de BTC.** Monografia. Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa- PB, 2016.

RAMOS, F. M. S.; KAMINATA O. T.; TAVARES, C. R. G.; BENATTI, C. T.; CAPELASSO M., INNOCENTI. B. D. **Avaliação da técnica de**

**solidificação/estabilização no tratamento de resíduo têxtil - produção de bloco cerâmico de vedação.** Cerâmica, v. 55, 408 - 414, 2009.

REDDY, B. V. V.; GUPTA, A. **Characteristics of soil-cement blocks using highly sandy soils.** Rilem: Materials and Structures 38 p. 651 - 658. Bangalore: Indian Institute of Science, 2005.

REGO SILVA, M. A. **Solidificação e estabilização de resíduos inorgânicos industriais: estudo da eficiência do processo e evidência de mecanismos de imobilização.** Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis - SC, 2007.

REICHLE, W.T., **Synthesis of anionic clay minerals (mixed metal hydroxides, hydrotalcite,** Solid State Ionics, v. 22, p. 135 - 141, 1986.

RENGARAJ S.; KYEONG-HO Y.; SEUNG-HYEON M. **Removal of chromium from water and wastewater by ion-exchange resins.** J Hazard Mater v.87, p. 273 - 287, 2001.

RENGARAJ, S; YEON, J. W; KIM, Y.; JUNG, Y; HA, Y. K.; KIM W. H. **Adsorption characteristics of Cu(II) onto ion exchange resins 252H and 1500H: kinetics isotherms and error analysis.** J Hazard Mater, v.143, p 469 - 477, 2007.

RUPPENTHAL, J. E. **Toxicologia.** Universidade Federal de Santa Maria, Colégio Técnico Industrial de Santa Maria ; Rede e-Tec Brasil, 128 p., 2013.

RUSSEL, J. B. **Química geral.** Tradução Márcia Guekezian *et al.*, volumes 1 e 2, 1268 p., 2<sup>a</sup> ed. São Paulo – SP. Pearson Education do Brasil, 1994.

SAKAI, H.; MATSUOKA, S.; ZINCHENKO, A.A.; MURATA, S. **Removal of heavy metal ions from aqueous solutions by complexation with DNA and precipitation with cationic surfactant.** Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp, v.347, p.210 -214, 2009.

SANTOS, A. C. V.; MASINI, J. C. **Evaluating the removal of Cd(II), Pb(II) and Cu(II) from a wastewater sample of a coating industry by adsorption onto vermiculite.** Applied Clay Science v.37 p.167-174, 2007.

SANTOS, J. S. dos; SOUZA, F. M. de; SANTOS, M. L. P. dos. **Distribuição de Zn, Pb, Ni, Cu, Mn e Fe nas frações do sedimento superficial do Rio Cachoeira na região sul da Bahia, Brasil.** Quim. Nova, v. 36, n. 2, p. 239 - 236, 2013.

SANTOS, P.S.; NAVAJAS, R. **Estudo sobre piroexpansão de vermiculitas brasileiras – uma revisão.** Cerâmica, v.27, n.143, p. 423 - 441, 1981.

SANTOS, S. S. G. **Vermiculitas quimicamente modificadas com grupos orgânicos contendo cloro e nitrogênio como adsorventes para cátions de cobre (II) em solução aquosa.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2012.

SASSAKI, R. A. **Distribuição de Tempos de Residência em Sistemas Alimentados com Vazão Variável**. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro - RJ, 2005.

SCHINDLER, P.W.; FUERST, B.; DICK, R.; WOLF, P.U. **Ligand properties of surface silanol groups. I. Surface complex formation with  $Fe^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  and  $Pb^{2+}$** . Journal of Colloid and Interface Science, v. 55, p. 469-475. 1976.

Secretaria Técnica do Fundo Setorial Mineral. Centro de Gestão e Estudos Estratégicos Ciência, Tecnologia e Inovação. CT Mineral. **Vermiculita no Brasil Situação atual**. Elpídio Reis. 2015. Disposto em: <<https://www.finep.gov.br/images/a-finep/fontes-de-orcamento/fundos-setoriais/ct-mineral/vermiculita-no-brasil.pdf>>. Acesso em: 05 de janeiro de 2018.

SEKAR, M.; SAKTHI, S.; S. RENGARAJ. **Kinetics and equilibrium adsorption study of lead (II) onto activated carbon prepared from coconut shell**. Journal Colloid and Interface Science v. 279, p.307-313, 2004.

SHIRINI, F.; MAMAGHANI, M.; ATGHIA, S.V.; **Sulfonic acid-functionalized ordered nanoporous  $Na^+$ -montmorillonite (SANM): A novel, efficient and recyclable catalyst for the chemoselective N-Boc protection of amines in solventless media**. Catalysis Communications v.12, p.1088, 2011.

SHRIVER, D. F.; ATKINS, P. W.; OVERTON, T. L.; ROURKE, J. P.; WELLER, M. T.; ARMSTRONG F. A. **Química Inorgânica**. 4ª ed, 848 p. Porto Alegre: Bookman, 2008.

SILVA, A. L.; VALDIVIEZO, E. V. Caracterização da vermiculita de Santa Luzia-PB, visando sua utilização na indústria cerâmica. In: 53º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Guarujá – SP, 2009. Disponível em: <<http://metallum.com.br/53cbq/detalhes.asp?id=109>>. Acesso em 8 de maio de 2014.

SILVA, A. L. P.; GERMANO, A. F. S.; OLIVEIRA, V. V.; ESPÍNOLA J. G. P.; FONSECA; M. G.; ARAKAKI, L. N. H. **A new organofunctionalized silica containing thioglycolic acid incorporated for divalent cations removal - a thermodynamic cation/basic center interaction**. Colloids and Surface A. v. 332, p.144 - 149, 2009.

SILVA, A. L.; BATISTA, H. A.; SOUZA, F. K. A. ; MENEZES, R. R. ; NEVES, G. A.; SANTANA, L. N. L.; **Estudo Comparativo de Organovermiculitas utilizando Vermiculita Natural e Expandida**. In: Anais do 56º Congresso Brasileiro de Cerâmica, p. 2989-2998, Curitiba – PR, 2012, Disponível em: <http://www.abceram.org.br/site/>. Acesso em: 15/07/2015.

SILVA, A. P. O. da; MELO, J. V. de; MELO, J. L. de S.; PEDROZA, M. M. **Remoção de íons chumbo ( $Pb^{2+}$ ) de efluentes sintéticos através de adsorção em vermiculita revestida com quitosana**. Revista Liberato, Novo Hamburgo, v. 12, n. 17, p. 01-106, 2011.

SILVA, E. A. **Estudo da remoção dos íons cromo (III) e cobre (II) em coluna de leito fixo pela alga marinha Sargassum sp.** - Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas. Campinas-SP, 2001.

- SILVA, H. H. A. B. **Caracterização Mineralógica e Filiação da Vermiculita da Mina Cerrado III, Sancrelândia – Goiás**. Dissertação de Mestrado. Universidade de Brasília. Instituto de Geociências, 2006.
- SILVA, M. A. do R. **Solidificação e estabilização de resíduos inorgânicos industriais: estudo da eficiência do processo e evidência de mecanismos de imobilização**. - Tese de Doutorado - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis -SC, 2007.
- SILVA, M. M. F. **Nanocompósitos resultantes da reação de mineral argiloso com agentes sililantes-síntese, caracterização e aplicação**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2007.
- SILVA, M. M. F. **Híbridos da montmorillonita-KSF contendo grupos alquilamina – síntese, caracterização e aplicações adsorptivas**. Tese de Doutorado, 142 p. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa - PB, 2011.
- SILVA, N. do S. L. L.; **Estudo da partição dos metais Cu(II), Pb (II) e Cd(II) entre a fase sólida (material particulado em suspensão) e a fase líquida em sistemas aquáticos simulados**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Maranhão, São Luiz – MA, 2000.
- SILVA, R. P. **Remoção de metais pesados em efluentes sintéticos utilizando vermiculita como adsorvente**. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal - RN, 2010.
- SILVA, U. G.; MELO, M. A. F.; SILVA, A. F.; FARIAS, R. F. **Adsorption of crude oil on anhydrous and hydrophobized vermiculite**. Journal Colloid Interface Science, v. 260, p. 302 - 304, 2003.
- SMALLEY, M. V. **Clay swelling and colloid stability**. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2006.
- SOARES, J. H. P. **Uso de Traçadores na Modelagem de Unidades de Aeração e Decantação em Estação de Tratamento de Esgotos**. Dissertação de Mestrado 100 p. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro - RJ, 1985.
- SOUSA NETO, V. O. **Equilibrium and Kinetic Studies in Adsorption of Toxic Metal Ions for Wastewater Treatment**. In: NAUSHAD, M; ALOTHMAN, Z. A. A Book on Ion Exchange, Adsorption and Solvent Extraction, New York, v. 1, p. 145-182.
- SOUSA, A., SOUZA, K. C.; SOUSA, E. M. B., **Mesoporous sílica / apatite nanocomposite: Special synthesis route to control local drug delivery**, Acta Biomaterials, v. 4, 671 - 679, 2008.
- SOUSA, J. K. C. **Avaliação de impactos ambientais causados por metais traço em água, sedimento e material biológico na Baía de São Marcos, São Luís - Maranhão**. Tese de Doutorado. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PB, 2009.
- SOUZA SANTOS, P. **Ciência e tecnologia de argilas**. São Paulo: Edgar Blucher, 1992.

SOUZA, J. M. F.; ALVES, J. D. **Construção com Tijolos Crus de Solo-Cimento estabilizado**. Relatório de Iniciação Científica. Universidade Estadual de Goiás. Goiânia - GO, 2008. Disponível em: <[http://www.engenhariaagricola.ueg.br/arquivos\\_download/Prof.Dafico/Construcao%20com%20tijolos.pdf](http://www.engenhariaagricola.ueg.br/arquivos_download/Prof.Dafico/Construcao%20com%20tijolos.pdf)>. Acesso em 01 outubro de 2016.

SOUZA, P. S.; **Tecnologia das Argilas**. Ed. da USP/Edgard Blucher Ltda: São Paulo - SP, v.1, 1975.

SOUZA, T. A. C.; NUNES, G. A.; SOARES J. M.; QUEIROZ, M. T. A. **Análise preliminar da resistência à compressão de tijolos ecológicos fabricados no município de ipaba**. Ijie - Iberoamerican Journal of Industrial Engineering. SC, v. 3, n. 1, p. 48 - 61, Julho, 2011.

SPENCE, R.; SHI, C.; **Stabilization and solidification of razardous, radioactive and mixed wastes**. Boca Raton. Ed. CRC, 378 p., 2005.

SRIVASTAVA, V.C., MALL, I.D., MISHRA, I.M. **Equilibrium modelling of single and binary adsorption of cadmium and nickel onto bagasse fly ash**. Chem. Eng. J. v. 117, p. 79–91, 2006.

STEGEMANN, J. A.; BUENFELD, N. R. **Prediction of unconfined compressive strength of cement paste containing industrial wastes**. Waste Manag., v.23, p.321-332, 2003.

TVA - The Vermiculite Association. **Crystal structure of magnesium-vermiculite**, 2005. Disponível em: <<https://www.vermiculite.org/>>. Acesso em 10/06/2013.

SILVA JR, U. G.; SOUZA, J. R.; MELO, M. A. F.; MELO, D. M. A.; SILVA, A. O. **Caracterização de uma vermiculita do estado da Paraíba**. Anais do 45º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis – SC, 2001.

UGARTE, J. F. O.; MONTE, M. B. M. **Adsorção e Dessorção de Óleo em Vermiculita**. In: XXI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa - ENTMMME, Natal - RN. Anais do evento, 2005.

UGARTE, J. F. O.; MONTE, M. B. M.; FRANÇA, S. C. A.; GRACIANO, F. P. R. **Comparação estatística do fator de expansão de concentrados de vermiculita**. In: XX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa. vol. 1, Florianópolis - SC, p. 201-208, 2004.

UGARTE, J. F. O.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. **Rochas e Minerais Industriais** – CETEM, 2ª Edição, Rio de Janeiro – RJ, 2008.

USEPA (Environmental Protection Agency) - SW 846 - **Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods**. Washington DC : EPA, Office of Solid Waste and Emergency Response, 168 p.,1996.

VALLS, M.; LORENZO, V. **Exploiting the genetic and biochemical capacities of bacteria for remediation of heavy metal pollution**. FEMS Microbiology Reviews, v. 26, p. 327 - 338, 2002.



VELDE, B.; MEUNIER, A. **The Origin of Clay Minerals in Soils and Weathered Rocks**. Berlin: Springer-Verlag, 406 p., 2008.

VELDE, B., **Introduction to Clay Minerals**. Chemistry, Origins, Uses and Environmental Significance. 198 p. London, Chapman & Hall., 1992.

VELI, S.; ALYUZ, B. **Adsorption of copper and zinc from aqueous solutions by using natural clay**. Journal of Hazardous Materials, v. 149, p. 226 - 233, 2007.

VOLESKY, B. **Detoxification of metal-bearing effluents: biosorption for the next century**. Hydrometallurgy, v. 59, p. 203 - 216, 2001.

WAN NGAHAL, W. S.; TEONG, L. C.; HANAFIAH, M. A. K. M. **Adsorption of dyes and heavy metal ions by chitosan composites: A review**. Carbohydrate Polymers. V. 83, Issue 4,1 , p.1446 – 1456, 2011.

WANDERLEY, A. F. **Vermiculitas Reestruturadas por Tratamento Ácido como Suportes para Silanos, Aminas Alifáticas e Aromáticas para Fins Adsorptivos**. - Tese de Doutorado. Universidade Federal da Paraíba - João Pessoa - PB, 2009.

Webster's Third New International Dictionary, Unabridged, Merriam-Webster: Springfield, MA, 1986.

WEN, C. Y; FAN, L. T. **Models for Flow Systems and Chemical Reactors**. New York, 1975.

WILLIAMS-DARYN, S.; THOMAS, R. K. **The interaction of a vermiculite by cationic surfactants and its subsequent swelling with organic solvents**. Journal Colloid Interface Science, v. 255, p. 303 - 311, 2002.

WYPYCH, F. e SATYANARAYANA, K. G. **Clay Surfaces: fundamentals and applications**. Amsterdam: Elsevier, p. 553, 2004.

XIN, X.; WEI, Q.; YANG, J.; YAN, L.; FENG, R.; CHEN, G.; DU, B.; LI, H. **Highly efficient removal of heavy metal ions by amine-functionalized mesoporous Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles**. Chem. Eng. J. v. 184, p. 132 – 140, 2012.

XU, J.; YI, R. K.; XU, Y.; LI, L.; MENG, Y. Z., **Preparation of poly(propylene carbonate)/organo-vermiculite nanocomposites via direct melt intercalation**, Eur. Polym. J., 41: 881, 2005.

YANG, P. **The Chemistry of Nanostructured Materials**. 1ª Edição. Singapore : World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2003.

# ANEXOS

## 1. Comprovações dos resultados das concentrações nas soluções, por meio do espectrômetro de absorção atômica da marca Varian - modelo AA240.

### 1.1 Resultados para os cátions de cromo.

Worksheet created 10:47:12 AM 6/19/2017

Worksheet details:

Name: Henrique E2D Cr 19-06-2017 lab

Analyst: Henrique César da Silva, Rodrigo Vieira, Kepler Borges França.

Optimize stopped 10:53:18 AM 6/19/2017

Optimize started [Cr] 10:53:20 AM 6/19/2017

Optimize stopped 10:53:38 AM 6/19/2017

Worksheet Saved

Analysis started 11:02:50 AM 6/19/2017 (AA Online)

Method: Cr (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:429.0 nm, Slit Width:0.5 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background

Correction:BC On

Measurement settings:

Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point

Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

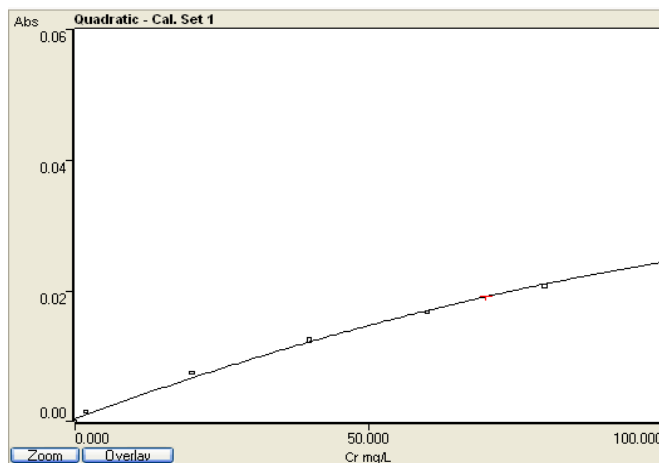
Flame settings:

Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.90 L/min

Burner Height: 0.0 mm

Instrument Zero [Postread=-0.0016Abs, Gain=41%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
11:03:34 AM	CAL ZERO	0.000	19.8	0.0003	-0.0016	0.0010	-0.0013	-0.0019	-0.0016
11:04:16 AM	CAL 1	2.000	25.4	0.0007	0.0028	0.0000	0.0021	0.0027	0.0035
11:04:52 AM	CAL 2	20.000	9.4	0.0021	0.0219	0.0005	0.0221	0.0238	0.0197
11:05:32 AM	CAL 3	40.000	5.3	0.0021	0.0398	0.0012	0.0422	0.0386	0.0385
11:06:08 AM	CAL 4	60.000	4.6	0.0030	0.0642	0.0013	0.0609	0.0652	0.0666
11:06:50 AM	CAL 5	80.000	4.2	0.0038	0.0919	0.0017	0.0913	0.0884	0.0960
11:07:30 AM	CAL 6	100.000	6.0	0.0075	0.1249	0.0015	0.1271	0.1165	0.1309



**Experimento Cr<sup>3+</sup>, M1 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	11:08:36	001	76.229	2.6	0.0023	0.0874	0.0015	0.0883	0.0848	0.0892
2h - A	11:09:40	002	75.099	2.7	0.0023	0.0858	0.0017	0.0836	0.0881	0.0857
3h - A	11:10:18	003	69.746	0.9	0.0007	0.0783	0.0016	0.0775	0.0786	0.0787
4h - A	11:10:52	004	61.691	7.4	0.0050	0.0673	0.0013	0.0728	0.0630	0.0661
5h - A	11:11:22	005	55.503	5.1	0.0030	0.0592	0.0016	0.0587	0.0565	0.0624
6h - A	11:12:20	006	51.033	6.5	0.0035	0.0536	0.0016	0.0497	0.0547	0.0563
7h - A	11:13:12	007	46.367	2.9	0.0014	0.0479	0.0012	0.0475	0.0467	0.0494
8h - A	11:13:50	008	44.796	7.9	0.0037	0.0460	0.0008	0.0489	0.0419	0.0472
9h - A	11:14:24	009	39.000	6.4	0.0025	0.0392	0.0010	0.0367	0.0417	0.0391
10h - A	11:14:50	010	34.482	3.6	0.0012	0.0341	0.0014	0.0335	0.0355	0.0332
11h - A	11:15:18	011	31.829	4.2	0.0013	0.0311	0.0014	0.0299	0.0325	0.0310
12h - A	11:15:52	012	31.093	3.8	0.0012	0.0304	0.0011	0.0314	0.0306	0.0291
13h - A	11:16:28	013	28.981	5.4	0.0015	0.0281	0.0012	0.0263	0.0290	0.0289
14h - A	11:17:02	014	29.668	6.0	0.0017	0.0289	0.0007	0.0309	0.0278	0.0279
15h - A	11:17:32	015	25.838	9.4	0.0023	0.0248	0.0011	0.0233	0.0235	0.0274
16h - A	11:18:20	016	24.855	7.5	0.0018	0.0237	0.0014	0.0251	0.0217	0.0244
17h - A	11:18:50	017	23.382	4.8	0.0011	0.0222	0.0010	0.0215	0.0218	0.0235
18h - A	11:19:24	018	22.301	5.2	0.0011	0.0211	0.0012	0.0205	0.0205	0.0224
19h - A	11:19:58	019	22.891	7.7	0.0017	0.0217	0.0008	0.0235	0.0216	0.0201
20h - A	11:20:30	020	21.123	5.4	0.0011	0.0199	0.0007	0.0198	0.0190	0.0211
21h - A	11:20:58	021	18.274	6.8	0.0012	0.0171	0.0013	0.0162	0.0167	0.0184
22h - A	11:21:24	022	17.095	5.5	0.0009	0.0160	0.0014	0.0168	0.0160	0.0151
23h - A	11:21:50	023	17.095	3.7	0.0006	0.0160	0.0011	0.0160	0.0154	0.0166
24h - A	11:22:16	024	16.408	0.4	0.0001	0.0153	0.0010	0.0154	0.0154	0.0153

**Experimento Cr<sup>3+</sup>, m1 - 2<sup>a</sup> Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	11:23:44	025	82.319	2.1	0.0020	0.0964	0.0018	0.0957	0.0986	0.0948
2h - A	11:24:26	026	70.433	3.7	0.0029	0.0792	0.0017	0.0759	0.0816	0.0802
3h - A	11:24:54	027	63.655	0.9	0.0006	0.0699	0.0014	0.0692	0.0699	0.0705
4h - A	11:25:42	028	62.771	4.4	0.0030	0.0687	0.0013	0.0722	0.0668	0.0672
5h - A	11:26:10	029	60.512	5.0	0.0033	0.0657	0.0011	0.0673	0.0620	0.0679
6h - A	11:26:38	030	57.172	2.7	0.0017	0.0614	0.0011	0.0633	0.0601	0.0607
7h - A	11:27:04	031	47.595	8.5	0.0042	0.0494	0.0012	0.0530	0.0448	0.0502
8h - A	11:27:32	032	46.171	2.4	0.0011	0.0476	0.0016	0.0465	0.0487	0.0477
9h - A	11:28:36	034	38.018	5.9	0.0022	0.0381	0.0013	0.0358	0.0402	0.0382
10h - A	11:29:54	035	37.920	7.1	0.0027	0.0380	0.0013	0.0352	0.0383	0.0405
As alíquotas de 035.1 a 035.15 não foram salvas pelo sistema (software), portanto, os procedimentos experimentais foram refeitos para tais amostras após as 114 análises.										
11h - A	10:28:22	035.1	17.842 (Dil 1:2) 35.684	1.6	0.0021	0.1296	0.0064	0.1301	0.1273	0.1314
12h - A	10:31:22	035.2	16.997 (Dil 1:2) 33.994	6.5	0.0081	0.1239	0.0059	0.1180	0.1331	0.1205
13h - A	10:33:34	035.3	15.440 (Dil 1:2) 30.880	3.0	0.0034	0.1133	0.0056	0.1170	0.1105	0.1124
14h - A	10:36:38	035.4	13.216 (Dil 1:2) 26.432	3.6	0.0036	0.0980	0.0077	0.0956	0.0964	0.1021
15h - A	10:38:02	035.6	27.450	0.8	0.0015	0.1922	0.0099	0.1921	0.1937	0.1908
16h - A	10:43:42	035.7	25.759	3.4	0.0061	0.1814	0.0107	0.1873	0.1752	0.1817
17h - A	10:44:30	035.8	24.781	0.9	0.0016	0.1752	0.0109	0.1735	0.1753	0.1767
18h - A	10:45:26	035.9	22.779	3.8	0.0061	0.1622	0.0094	0.1680	0.1628	0.1558
19h - A	10:46:24	035.10	22.334	3.2	0.0051	0.1593	0.0097	0.1626	0.1619	0.1535
20h - A	10:49:58	035.11	21.400	6.6	0.0101	0.1532	0.0100	0.1624	0.1423	0.1551
21h - A	11:00:46	035.12	21.163	0.4	0.0006	0.1517	0.0036	0.1524	0.1511	0.1516
22h - A	11:01:44	035.13	20.792	2.6	0.0039	0.1492	0.0037	0.1477	0.1536	0.1464
23h - A	11:02:44	035.14	19.399	1.7	0.0024	0.1400	0.0013	0.1423	0.1402	0.1376
24h - A	11:03:44	035.15	18.361	1.8	0.0024	0.1331	0.0018	0.1346	0.1344	0.1303

**Experimento Cr<sup>3+</sup>, m2 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	11:32:14	036	64.196	1.2	0.0009	0.0706	0.0016	0.0711	0.0696	0.0712
2h - A	11:32:54	037	52.752	5.3	0.0030	0.0557	0.0013	0.0542	0.0591	0.0538
3h - A	11:33:28	038	39.000	2.6	0.0010	0.0392	0.0011	0.0399	0.0380	0.0398
4h - A	11:33:58	039	30.552	1.3	0.0004	0.0298	0.0014	0.0295	0.0302	0.0296
5h - A	11:34:30	040	21.614	0.9	0.0002	0.0205	0.0016	0.0205	0.0207	0.0203
6h - A	11:34:58	041	18.274	0.7	0.0001	0.0171	0.0010	0.0171	0.0170	0.0172
7h - A	11:35:36	042	14.639	7.6	0.0010	0.0136	0.0010	0.0126	0.0137	0.0147
8h - A	11:36:06	043	12.577	8.6	0.0010	0.0116	0.0009	0.0110	0.0128	0.0111
9h - A	11:36:40	044	9.826	10.4	0.0009	0.0091	0.0008	0.0097	0.0080	0.0096
10h - A	11:37:54	045	7.076	2.0	0.0001	0.0067	0.0012	0.0065	0.0067	0.0068
11h - A	11:38:20	046	5.897	20.3	0.0011	0.0056	0.0011	0.0049	0.0050	0.0069
12h - A	11:39:14	047	4.718	6.7	0.0003	0.0046	0.0011	0.0046	0.0043	0.0049
13h - A	11:39:42	048	3.540	13.6	0.0005	0.0036	0.0012	0.0035	0.0031	0.0041
14h - A	11:40:10	049	2.361	16.0	0.0004	0.0026	0.0012	0.0021	0.0027	0.0029
15h - A	11:40:48	050	1.870	26.5	0.0006	0.0021	0.0009	0.0015	0.0025	0.0024
CAL: CAL ZERO										
	11:42:16	CAL	0.000	1.6	0.0000	-0.0022	0.0012	-0.0022	-0.0022	-0.0023
CAL: CAL 2 - Reslope										
	11:43:20	CAL	20.000	1.5	0.0003	0.0200	0.0012	0.0196	0.0202	0.0200
16h - A	11:44:18	051	2.158	14.5	0.0003	0.0018	0.0011	0.0021	0.0016	0.0018
17h - A	11:44:50	052	1.403	29.7	0.0004	0.0012	0.0011	0.0016	0.0013	0.0009
18h - A	11:45:26	053	0.863	55.6	0.0005	0.0009	0.0007	0.0004	0.0013	0.0009
Teste 17h	11:46:02	054	1.403	74.8	0.0010	0.0013	0.0006	0.0014	0.0003	0.0022
19h - A	11:46:58	055	-0.188	>100	0.0002	0.0000	0.0010	0.0000	0.0002	-0.0002
20h - A	11:47:48	056	-0.312	>100	0.0004	-0.0001	0.0009	-0.0006	0.0003	0.0001
21h - A	11:48:18	057	-0.458	>100	0.0004	-0.0002	0.0008	0.0003	-0.0005	-0.0004
22h - A	11:48:58	058	-0.424	>100	0.0003	-0.0002	0.0007	0.0001	-0.0002	-0.0004
23h - A	11:49:24	059	-0.731	>100	0.0006	-0.0004	0.0006	0.0003	-0.0008	-0.0007
24h - A	11:50:08	060	-1.049	38.9	0.0002	-0.0006	0.0007	-0.0008	-0.0007	-0.0004

**Experimento Cr<sup>3+</sup>, M2 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	11:51:20	061	65.588	7.9	0.0051	0.0644	0.0015	0.0628	0.0604	0.0701
2h - A	11:52:00	062	48.868	6.9	0.0031	0.0455	0.0012	0.0438	0.0436	0.0491
3h - A	11:52:28	063	33.873	3.7	0.0011	0.0299	0.0014	0.0287	0.0309	0.0301
Teste 3 h	11:52:56	064	32.363	5.8	0.0016	0.0285	0.0011	0.0267	0.0300	0.0286
4h - A	11:53:48	065	25.351	1.4	0.0003	0.0218	0.0011	0.0221	0.0217	0.0215
5h - A	11:54:18	066	22.978	5.3	0.0010	0.0195	0.0011	0.0188	0.0191	0.0207
6h - A	11:54:58	067	18.447	7.9	0.0012	0.0155	0.0010	0.0151	0.0145	0.0169
7h - A	11:55:26	068	14.563	11.0	0.0013	0.0121	0.0009	0.0123	0.0107	0.0133
8h - A	11:56:02	069	12.190	8.0	0.0008	0.0101	0.0010	0.0109	0.0093	0.0100
9h - A	11:56:28	070	8.954	1.1	0.0001	0.0074	0.0012	0.0074	0.0073	0.0074
10h - A	11:56:56	071	7.336	5.8	0.0003	0.0060	0.0014	0.0063	0.0056	0.0060
11h - A	11:57:34	072	6.365	15.1	0.0008	0.0052	0.0011	0.0043	0.0058	0.0056
12h - A	11:58:02	073	4.747	12.8	0.0005	0.0039	0.0012	0.0034	0.0044	0.0039
13h - A	11:58:32	074	3.560	18.0	0.0005	0.0030	0.0008	0.0035	0.0024	0.0030
14h - A	11:58:58	075	2.050	42.4	0.0008	0.0018	0.0011	0.0027	0.0013	0.0014
15h - A	11:59:30	076	0.971	34.0	0.0003	0.0009	0.0013	0.0006	0.0012	0.0011
16h - A	12:00:04	077	0.648	29.1	0.0002	0.0007	0.0011	0.0005	0.0008	0.0008
17h - A	12:00:30	078	0.648	19.7	0.0001	0.0007	0.0010	0.0006	0.0009	0.0006
18h - A	12:01:30	079	0.540	>100	0.0006	0.0006	0.0008	0.0012	0.0007	0.0000
19h - A	12:01:58	080	-0.371	>100	0.0005	-0.0001	0.0010	0.0004	-0.0004	-0.0004
20h - A	12:02:42	081	-0.107	>100	0.0004	0.0001	0.0010	-0.0002	0.0000	0.0006
21h - A	12:03:18	082	-0.724	65.7	0.0003	-0.0004	0.0011	-0.0003	-0.0007	-0.0002
22h - A	12:03:42	083	-0.929	59.1	0.0003	-0.0005	0.0011	-0.0009	-0.0005	-0.0002
23h - A	12:04:24	084	-0.732	>100	0.0005	-0.0004	0.0009	-0.0003	0.0000	-0.0009
24h - A	12:04:52	085	-0.948	77.6	0.0004	-0.0006	0.0010	-0.0009	-0.0001	-0.0007

**Experimento Cr<sup>3+</sup>, M3 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	12:08:24	086	55.556	11.6	0.0061	0.0528	0.0015	0.0544	0.0461	0.0581
2h - A	12:09:10	087	28.048	3.6	0.0009	0.0243	0.0013	0.0243	0.0253	0.0235
3h - A	12:09:40	088	16.397	5.7	0.0008	0.0136	0.0012	0.0140	0.0127	0.0142
4h - A	12:10:06	089	10.788	10.7	0.0010	0.0089	0.0009	0.0079	0.0099	0.0089
5h - A	12:10:34	090	6.365	7.1	0.0004	0.0053	0.0009	0.0048	0.0055	0.0054
6h - A	12:11:12	091	4.100	17.3	0.0006	0.0034	0.0007	0.0028	0.0039	0.0034
7h - A	12:11:40	092	1.079	76.3	0.0008	0.0010	0.0012	0.0003	0.0019	0.0009
8h - A	12:12:30	093	0.216	23.0	0.0001	0.0004	0.0009	0.0004	0.0003	0.0005
9h - A	12:13:04	094	-0.891	28.7	0.0001	-0.0005	0.0010	-0.0004	-0.0007	-0.0004
10h - A	12:13:50	095	-0.603	>100	0.0003	-0.0003	0.0006	0.0001	-0.0005	-0.0005
11h - A	12:14:18	096	-1.243	51.6	0.0004	-0.0008	0.0007	-0.0003	-0.0011	-0.0010
12h - A	12:14:48	097	-1.350	57.7	0.0005	-0.0009	0.0005	-0.0009	-0.0013	-0.0003
13h - A	12:15:18	098	-2.457	30.0	0.0005	-0.0017	0.0011	-0.0022	-0.0012	-0.0017
14h - A	12:15:44	099	-2.193	7.2	0.0001	-0.0015	0.0009	-0.0014	-0.0015	-0.0016
15h - A	12:16:24	100	-1.799	35.8	0.0004	-0.0012	0.0006	-0.0009	-0.0017	-0.0010
As alíquotas seguintes continuaram a apresentar valores referentes a concentração abaixo do detectável pelo equipamento (a nível de 0,0 mg/L), sendo executados no modo manual com a mesma curva de calibração no dia 03/11/2017, para fins de comprovação.										
Teste 5 h	12:47:22	100.1	6.574	1.2	0.0014	0.1119	-0.0030	0.1108	0.1115	0.1134
16h - A	12:48:12	100.2	-0.324	5.1	0.0007	-0.0137	-0.0039	-0.0144	-0.0137	-0.0130
17h - A	12:49:06	100.3	-0.328	5.9	0.0008	-0.0138	-0.0045	-0.0129	-0.0142	-0.0143
18h - A	12:50:14	100.4	-0.079	6.8	0.0007	-0.0096	-0.0050	-0.0091	-0.0094	-0.0103
19h - A	12:51:36	100.5	-0.029	10.2	0.0008	-0.0078	-0.0040	-0.0085	-0.0069	-0.0080
20h - A	12:52:28	100.6	-0.123	17.1	0.0018	-0.0104	-0.0051	-0.0094	-0.0124	-0.0093
21h - A	12:53:40	100.7	-0.056	4.4	0.0004	-0.0092	-0.0053	-0.0093	-0.0088	-0.0096
22h - A	12:54:46	100.8	-0.135	10.2	0.0011	-0.0106	-0.0046	-0.0109	-0.0115	-0.0094
23h - A	12:55:40	100.9	-0.015	2.2	0.0002	-0.0086	-0.0047	-0.0084	-0.0087	-0.0086
24h - A	12:56:34	100.10	-0.089	5.7	0.0004	-0.0068	-0.0046	-0.0063	-0.0070	-0.0069



**Experimento Cr<sup>3+</sup>, M3 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
	CAL: CAL ZERO									
	12:17:34	CAL	0.000	15.8	0.0003	-0.0019	0.0007	-0.0018	-0.0022	-0.0017
	CAL: STANDARD 1									
	12:19:16	CAL	2.000	>100	0.0006	0.0004	0.0013	0.0005	-0.0003	0.0008
	CAL: STANDARD 2									
	12:20:04	CAL	20.000	10.9	0.0024	0.0217	0.0006	0.0212	0.0196	0.0243
	CAL: STANDARD 3									
	12:20:50	CAL	40.000	8.2	0.0033	0.0405	0.0008	0.0389	0.0443	0.0382
	CAL: STANDARD 4									
	12:21:34	CAL	60.000	3.9	0.0023	0.0606	0.0016	0.0621	0.0617	0.0579
	CAL: STANDARD 5									
	12:22:14	CAL	80.000	3.7	0.0031	0.0849	0.0018	0.0876	0.0856	0.0815
	CAL: STANDARD 6									
	12:22:54	CAL	100.000	4.2	0.0048	0.1157	0.0018	0.1113	0.1209	0.1148
1h - A	12:24:10	101	52.914	3.9	0.0021	0.0539	0.0013	0.0532	0.0522	0.0563
2h - A	12:24:38	102	27.769	3.1	0.0008	0.0264	0.0014	0.0258	0.0273	0.0260
3h - A	12:25:48	103	18.838	1.9	0.0003	0.0172	0.0011	0.0176	0.0169	0.0172
4h - A	12:26:26	104	12.430	0.6	0.0001	0.0110	0.0007	0.0111	0.0110	0.0110
5h - A	12:27:00	105	8.061	12.5	0.0009	0.0069	0.0011	0.0065	0.0079	0.0063
6h - A	12:27:44	106	5.440	17.9	0.0008	0.0044	0.0005	0.0049	0.0035	0.0049
7h - A	12:28:12	107	3.304	17.7	0.0004	0.0024	0.0007	0.0027	0.0019	0.0027
8h - A	12:28:42	108	1.751	28.5	0.0003	0.0010	0.0011	0.0010	0.0007	0.0012
9h - A	12:29:14	109	0.683	>100	0.0003	0.0000	0.0009	-0.0002	-0.0001	0.0004
10h - A	12:29:46	110	0.081	40.6	0.0002	-0.0005	0.0009	-0.0003	-0.0004	-0.0007
11h - A	12:30:18	111	-0.104	65.2	0.0004	-0.0006	0.0007	-0.0002	-0.0011	-0.0006
12h - A	12:31:14	112	-0.926	15.1	0.0002	-0.0014	0.0009	-0.0014	-0.0016	-0.0011
13h - A	12:32:20	113	-0.916	24.2	0.0003	-0.0014	0.0008	-0.0010	-0.0015	-0.0016
14h - A	12:32:56	114	-0.896	37.9	0.0005	-0.0013	0.0005	-0.0016	-0.0008	-0.0017
Cr (Flame) - analysis time to date: 90minutes										
Worksheet Saved										
Analysis paused 12:33:34 PM 6/19/2017 - analysis time to date: 90minutes.										
As alíquotas seguintes continuaram a apresentar valores referentes a concentração abaixo do detectável pelo equipamento (a nível de 0,0 mg/L), sendo executados no modo manual com a mesma curva de calibração no dia 03/11/2017, para fins de comprovação.										
15h - A	12:58:22	114.1	-0.566	3.7	0.0007	-0.0177	-0.0046	-0.0171	-0.0177	-0.0184
16h - A	12:59:14	114.2	-0.328	2.4	0.0003	-0.0138	-0.0047	-0.0135	-0.0137	-0.0142
17h - A	1:00:14	114.3	-0.328	3.7	0.0005	-0.0138	-0.0052	-0.0132	-0.0142	-0.0140
18h - A	1:01:08	114.4	-0.261	5.1	0.0006	-0.0127	-0.0048	-0.0120	-0.0133	-0.0127
19h - A	1:02:14	114.5	-0.321	4.8	0.0007	-0.0137	-0.0052	-0.0141	-0.0140	-0.0129
20h - A	1:03:10	114.6	-0.038	10.5	0.0009	-0.0089	-0.0039	-0.0089	-0.0098	-0.0079
21h - A	1:03:46	114.7	-0.176	4.7	0.0005	-0.0112	-0.0045	-0.0111	-0.0108	-0.0118
22h - A	1:04:52	114.8	-0.042	6.8	0.0006	-0.0090	-0.0050	-0.0091	-0.0084	-0.0096
23h - A	1:05:38	114.9	-0.135	1.9	0.0002	-0.0106	-0.0059	-0.0105	-0.0105	-0.0108
24h - A	1:06:30	114.10	-0.075	7.1	0.0007	-0.0095	-0.0046	-0.0093	-0.0090	-0.0103

Worksheet created 8:22:52 PM 12/1/2017

Worksheet details:

Name: Cromo - Triplicatas  
Analyst: Henrique César da Silva, Rodrigo Vieira, Kepler Borges França.

Optimize stopped 8:25:48 PM 12/1/2017  
Optimize started [Cr] 8:25:48 PM 12/1/2017  
Optimize stopped 8:26:52 PM 12/1/2017  
Optimize started [Cr] 8:27:02 PM 12/1/2017  
Optimize stopped 8:27:08 PM 12/1/2017  
Worksheet Saved

Analysis started 8:27:12 PM 12/1/2017 (AA Online)

Method: Cr (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:429.0 nm, Slit Width:0.5 nm, Lamp Current:7.0 mA, Background Correction:BC On

Measurement settings:

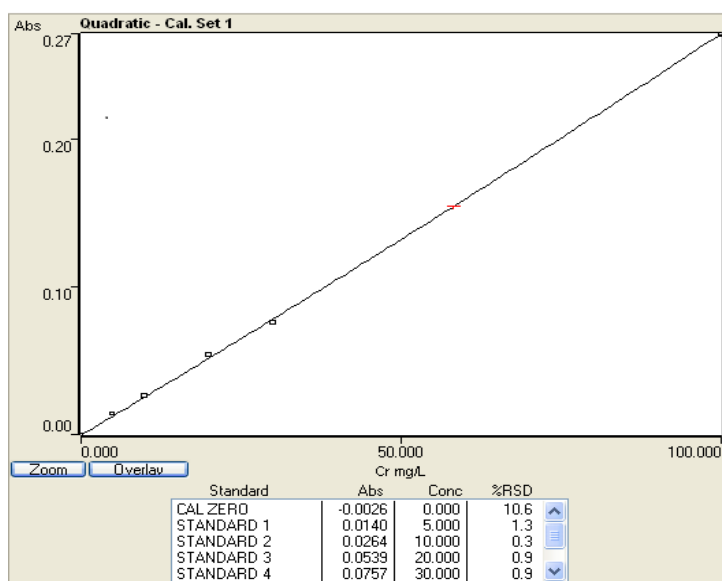
Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  
Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:

Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.90 L/min  
Burner Height: 0.0 mm

Instrument Zero [Postread=0.0004Abs, Gain=46%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
8:28:08 PM	CAL ZERO	0.000	10.6	0.0003	-0.0026	0.0025	-0.0026	-0.0023	-0.0028
8:29:16 PM	CAL 1	5.000	1.3	0.0002	0.0140	0.0023	0.0142	0.0138	0.0141
8:30:14 PM	CAL 2	10.000	0.3	0.0001	0.0264	0.0023	0.0264	0.0263	0.0265
8:31:04 PM	CAL 3	20.000	0.9	0.0005	0.0539	0.0023	0.0536	0.0538	0.0545
8:31:54 PM	CAL 4	30.000	0.9	0.0007	0.0757	0.0060	0.0750	0.0763	0.0758
8:32:42 PM	CAL 5	100.000	1.2	0.0031	0.2707	0.0042	0.2738	0.2707	0.2676



**Experimento Cr<sup>3+</sup>, ml - (Triplicata)**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	8:33:32	001	82.419	0.4	0.0010	0.2210	0.0066	0.2204	0.2204	0.2221
2h - A	8:34:14	002	75.421	0.8	0.0017	0.2015	0.0068	0.2031	0.1998	0.2016
3h - A	8:34:44	003	68.300	0.1	0.0002	0.1817	0.0069	0.1815	0.1818	0.1818
4h - A	8:35:16	004	60.888	0.4	0.0006	0.1614	0.0069	0.1622	0.1611	0.1610
5h - A	8:35:42	005	57.523	0.8	0.0012	0.1521	0.0067	0.1508	0.1526	0.1531
6h - A	8:36:10	006	51.573	3.2	0.0043	0.1359	0.0068	0.1313	0.1365	0.1400
7h - A	8:37:00	007	48.110	0.1	0.0001	0.1266	0.0069	0.1267	0.1265	0.1267
8h - A	8:37:28	008	42.502	0.6	0.0006	0.1115	0.0069	0.1110	0.1122	0.1113
9h - A	8:37:58	009	41.697	0.9	0.0009	0.1093	0.0083	0.1089	0.1086	0.1104
10h - A	8:39:04	010	38.210	1.0	0.0010	0.1000	0.0072	0.1005	0.1006	0.0987
11h - A	8:39:36	011	36.406	0.2	0.0002	0.0951	0.0072	0.0952	0.0953	0.0949
12h - A	8:40:22	012	35.601	0.9	0.0008	0.0930	0.0070	0.0930	0.0922	0.0938
13h - A	8:40:52	013	32.309	0.0	0.0000	0.0842	0.0072	0.0841	0.0842	0.0842
14h - A	8:41:20	014	30.846	1.1	0.0009	0.0803	0.0073	0.0808	0.0809	0.0793
15h - A	8:41:52	015	29.798	1.0	0.0008	0.0775	0.0074	0.0774	0.0769	0.0784
16h - A	8:42:42	016	29.725	0.6	0.0004	0.0774	0.0076	0.0779	0.0771	0.0772
17h - A	8:43:24	017	25.433	0.8	0.0005	0.0660	0.0075	0.0654	0.0661	0.0664
18h - A	8:43:56	018	25.189	1.6	0.0010	0.0654	0.0076	0.0643	0.0655	0.0663
19h - A	8:44:34	019	23.238	1.5	0.0009	0.0602	0.0076	0.0611	0.0601	0.0594
20h - A	8:45:26	020	22.556	1.9	0.0011	0.0584	0.0073	0.0571	0.0593	0.0589
21h - A	8:45:54	021	21.166	0.9	0.0005	0.0547	0.0078	0.0547	0.0543	0.0553
22h - A	8:46:20	022	20.166	0.3	0.0002	0.0521	0.0077	0.0522	0.0519	0.0522
23h - A	8:46:48	023	19.678	1.4	0.0007	0.0508	0.0075	0.0501	0.0509	0.0515
24h - A	8:47:50	024	18.361	1.0	0.0005	0.0474	0.0080	0.0469	0.0473	0.0479

**Experimento Cr<sup>3+</sup>, m2 - (Triplicata)**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	8:53:18	028	58.254	0.4	0.0006	0.1542	0.0091	0.1546	0.1535	0.1545
2h - A	8:54:06	029	43.794	0.6	0.0007	0.1150	0.0089	0.1155	0.1152	0.1142
3h - A	8:55:46	030	34.138	0.4	0.0004	0.0891	0.0094	0.0889	0.0889	0.0895
4h - A	8:57:04	031	26.238	1.3	0.0009	0.0681	0.0093	0.0679	0.0691	0.0673
5h - A	8:58:00	032	23.043	0.7	0.0004	0.0597	0.0092	0.0598	0.0599	0.0592
6h - A	8:58:44	033	17.752	0.5	0.0002	0.0458	0.0095	0.0455	0.0459	0.0460
7h - A	8:59:58	034	13.875	0.8	0.0003	0.0357	0.0096	0.0357	0.0359	0.0354
8h - A	9:00:40	035	12.412	1.6	0.0005	0.0318	0.0094	0.0324	0.0314	0.0316
9h - A	9:01:26	036	9.754	0.2	0.0001	0.0249	0.0094	0.0248	0.0249	0.0249
10h - A	9:01:52	037	8.266	2.2	0.0005	0.0210	0.0098	0.0211	0.0205	0.0214
11h - A	9:02:18	038	7.681	0.8	0.0002	0.0195	0.0067	0.0197	0.0196	0.0194
12h - A	9:02:44	039	6.413	1.4	0.0002	0.0162	0.0060	0.0165	0.0162	0.0160
13h - A	9:03:56	040	4.462	1.8	0.0002	0.0112	0.0066	0.0111	0.0114	0.0110
14h - A	9:05:20	041	3.633	2.6	0.0002	0.0090	0.0067	0.0088	0.0091	0.0092
15h - A	9:05:48	042	3.097	8.7	0.0007	0.0077	0.0070	0.0074	0.0072	0.0084
16h - A	9:06:18	043	2.707	9.3	0.0006	0.0067	0.0065	0.0066	0.0061	0.0073
17h - A	9:06:50	044	2.463	9.9	0.0006	0.0061	0.0064	0.0062	0.0066	0.0054
18h - A	9:08:12	045	2.048	3.8	0.0002	0.0050	0.0067	0.0049	0.0052	0.0048
19h - A	9:08:38	046	1.756	13.8	0.0006	0.0042	0.0072	0.0049	0.0041	0.0037
20h - A	9:09:54	047	1.683	2.3	0.0001	0.0040	0.0070	0.0040	0.0041	0.0039
21h - A	9:10:24	048	1.536	5.8	0.0002	0.0037	0.0068	0.0039	0.0035	0.0037
22h - A	9:10:50	049	1.195	6.2	0.0002	0.0028	0.0071	0.0027	0.0027	0.0030
23h - A	9:11:18	050	1.244	13.8	0.0004	0.0029	0.0071	0.0026	0.0028	0.0034
CAL: CAL ZERO										
	9:12:04	CAL	0.000	5.9	0.0001	0.0023	0.0075	0.0022	0.0024	0.0023
CAL: Reslope STANDARD 2										
	9:16:00	CAL	10.000	2.6	0.0006	0.0223	0.0084	0.0216	0.0227	0.0225
24h - A	9:21:00	054	1.072	29.6	0.0005	0.0016	0.0090	0.0020	0.0018	0.0011

Cr (Flame) - analysis time to date: 47minutes  
Worksheet Saved

Analysis paused 9:14:48 PM 12/1/2017 - analysis time to date: 47minutes  
Analysis resumed 9:14:52 PM 12/1/2017 (AA Online)

Method: Cr (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:429.0 nm, Slit Width:0.5 nm, Lamp Current:7.0 mA, Background Correction:BC On

Measurement settings:

Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  
Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:

Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.90 L/min  
Burner Height: 0.0 mm

**Experimento Cr<sup>3+</sup>, M3 - (Triplicata)**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	9:27:08	055	49.344	0.6	0.0007	0.1061	0.0142	0.1059	0.1056	0.1069
2h - A	9:28:24	056	30.147	0.9	0.0006	0.0646	0.0138	0.0652	0.0641	0.0646
3h - A	9:29:14	057	20.439	0.9	0.0004	0.0436	0.0137	0.0432	0.0440	0.0436
4h - A	9:29:56	058	12.483	1.4	0.0004	0.0264	0.0136	0.0266	0.0265	0.0260
5h - A	9:30:58	059	7.909	4.0	0.0007	0.0165	0.0134	0.0158	0.0171	0.0165
6h - A	9:32:06	060	5.816	3.3	0.0004	0.0119	0.0104	0.0115	0.0121	0.0122
7h - A	9:32:32	061	2.434	0.7	0.0000	0.0045	0.0135	0.0046	0.0045	0.0045
8h - A	9:32:58	062	2.726	3.6	0.0002	0.0052	0.0100	0.0053	0.0050	0.0053
9h - A	9:33:26	063	0.974	10.7	0.0001	0.0014	0.0104	0.0014	0.0015	0.0012
10h - A	9:34:30	064	1.120	24.3	0.0004	0.0017	0.0097	0.0017	0.0021	0.0013
11h - A	9:35:20	065	0.390	>100	0.0001	0.0001	0.0103	0.0003	0.0000	0.0001

F9919: Low oxidant pressure 66:  
Sample 066 9:35:20 PM 12/1/2017

Cr (Flame) - analysis time to date: 72minutes  
Worksheet Saved  
Analysis stopped 9:40:38 PM 12/1/2017 - analysis time to date: 72minutes  
Worksheet Saved  
Analysis started 9:41:34 PM 12/1/2017 (AA Online)

Method: Cr (Flame)  
Instrument settings:  
Wavelength:429.0 nm, Slit Width:0.5 nm, Lamp Current:7.0 mA, Background Correction:BC On

Measurement settings:  
Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  
Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:  
Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.90 L/min  
Burner Height: 0.0 mm  
Instrument Zero [Postread=-0.0005Abs, Gain=46%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
9:42:24 PM	CAL ZERO	0.000	15.6	0.0003	-0.0020	0.0018	-0.0022	-0.0016	-0.0021
9:43:00 PM	CAL 1	5.000	3.3	0.0004	0.0121	0.0021	0.0121	0.0117	0.0125
9:43:46 PM	CAL 2	10.000	2.7	0.0006	0.0239	0.0020	0.0246	0.0233	0.0239
9:44:28 PM	CAL 3	20.000	1.2	0.0006	0.0474	0.0025	0.0478	0.0477	0.0468
9:45:06 PM	CAL 4	30.000	2.4	0.0016	0.0673	0.0055	0.0657	0.0671	0.0689
9:45:44 PM	CAL 5	100.000	1.2	0.0029	0.2370	0.0069	0.2371	0.2340	0.2398

12h - A	9:46:34	066	-0.208	80.9	0.0006	-0.0007	0.0029	-0.0001	-0.0008	-0.0012
13h - A	9:47:16	067	-0.175	33.9	0.0002	-0.0006	0.0026	-0.0004	-0.0007	-0.0007
14h - A	9:47:42	068	-0.292	74.7	0.0007	-0.0009	0.0027	-0.0011	-0.0014	-0.0001
15h - A	9:48:08	069	-0.369	67.7	0.0007	-0.0011	0.0027	-0.0017	-0.0003	-0.0012
16h - A	9:48:36	070	-0.616	9.3	0.0002	-0.0016	0.0029	-0.0016	-0.0018	-0.0015
17h - A	9:49:02	071	-0.588	33.7	0.0005	-0.0016	0.0027	-0.0019	-0.0019	-0.0010
18h - A	9:50:14	072	-0.183	>100	0.0007	-0.0006	0.0017	-0.0008	-0.0013	0.0001
19h - A	9:50:42	073	-0.338	>100	0.0012	-0.0010	0.0014	-0.0007	-0.0023	0.0000
20h - A	9:51:08	074	-0.117	>100	0.0008	-0.0005	0.0015	-0.0001	-0.0014	0.0000
21h - A	9:51:36	075	-0.254	99.6	0.0008	-0.0008	0.0012	-0.0003	-0.0017	-0.0004
22h - A	9:52:02	076	-0.608	33.2	0.0005	-0.0016	0.0021	-0.0010	-0.0021	-0.0017
23h - A	9:52:28	077	-0.372	>100	0.0014	-0.0011	0.0017	0.0003	-0.0025	-0.0010
24h - A	9:52:54	078	-0.581	62.4	0.0010	-0.0016	0.0017	-0.0007	-0.0013	-0.0026

**Experimento: Cr<sup>3+</sup> na Mistura de Sais, M2 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	9:56:38	079	13.220	13.0	0.0039	0.0302	0.0050	0.0326	0.0256	0.0322
1h - F	9:57:14	080	9.317	7.0	0.0015	0.0211	0.0024	0.0212	0.0226	0.0196
1h - C	9:57:46	081	13.024	11.8	0.0035	0.0298	0.0046	0.0305	0.0259	0.0328
3h - A	9:58:20	082	2.439	35.4	0.0019	0.0054	0.0019	0.0039	0.0075	0.0047
3h - F	9:59:04	083	1.317	39.7	0.0011	0.0028	0.0021	0.0040	0.0027	0.0018
3h - C	9:59:30	084	0.781	73.8	0.0012	0.0016	0.0053	0.0011	0.0029	0.0007
5h - A	10:01:16	085	-0.370	26.2	0.0003	-0.0011	0.0030	-0.0014	-0.0011	-0.0008
5h - F	10:01:54	086	-1.799	34.6	0.0015	-0.0043	0.0059	-0.0051	-0.0053	-0.0026
5h - C	10:02:22	087	-0.153	>100	0.0011	-0.0006	0.0025	-0.0007	-0.0016	0.0006
7h - A	10:03:20	088	-0.446	55.7	0.0007	-0.0012	0.0015	-0.0016	-0.0004	-0.0016
7h - F	10:03:50	089	-0.630	77.4	0.0013	-0.0017	0.0020	-0.0020	-0.0002	-0.0028
7h - C	10:05:40	090	-2.012	19.0	0.0009	-0.0048	0.0052	-0.0043	-0.0043	-0.0059
9h - A	10:06:14	091	-1.736	23.7	0.0010	-0.0042	0.0049	-0.0044	-0.0050	-0.0031
9h - F	10:06:58	092	-2.182	10.6	0.0006	-0.0052	0.0056	-0.0058	-0.0050	-0.0048
9h - C	10:07:30	093	-0.865	27.6	0.0006	-0.0022	0.0025	-0.0017	-0.0021	-0.0029
12h - A	10:08:00	094	-2.000	12.4	0.0006	-0.0048	0.0049	-0.0044	-0.0055	-0.0046
12h - F	10:09:08	095	-0.952	32.8	0.0008	-0.0024	0.0029	-0.0015	-0.0026	-0.0031
12h - C	10:09:40	096	-2.000	12.2	0.0006	-0.0048	0.0052	-0.0049	-0.0053	-0.0042
15h - A	10:10:14	097	-0.687	41.8	0.0008	-0.0018	0.0023	-0.0021	-0.0009	-0.0024
15h - F	10:11:38	098	-0.995	23.5	0.0006	-0.0025	0.0030	-0.0024	-0.0020	-0.0031
15h - C	10:12:26	099	-0.629	73.2	0.0012	-0.0017	0.0021	-0.0023	-0.0025	-0.0003
18h - A	10:13:42	100	-0.673	49.3	0.0009	-0.0018	0.0021	-0.0008	-0.0025	-0.0020
18h - F	10:14:38	101	-0.579	34.2	0.0005	-0.0015	0.0020	-0.0011	-0.0021	-0.0014
18h - C	10:15:18	102	-2.228	16.9	0.0009	-0.0053	0.0058	-0.0043	-0.0059	-0.0057
21h - A	10:15:46	103	-0.749	40.1	0.0008	-0.0019	0.0024	-0.0010	-0.0024	-0.0024
21h - F	10:16:22	104	-0.830	70.2	0.0015	-0.0021	0.0025	-0.0029	-0.0004	-0.0030
21h - C	10:17:02	105	-1.888	21.0	0.0010	-0.0045	0.0051	-0.0053	-0.0035	-0.0049
24h - A	10:19:04	106	-0.771	36.4	0.0007	-0.0020	0.0026	-0.0028	-0.0018	-0.0014
24h - F	10:20:22	107	-1.990	15.5	0.0007	-0.0048	0.0051	-0.0047	-0.0056	-0.0041
24h - C	10:21:10	108	-0.911	53.1	0.0012	-0.0023	0.0027	-0.0029	-0.0009	-0.0031

Worksheet Saved  
10:21:34 PM 12/1/2017

Cr (Flame) - analysis time to date: 111minutes  
Worksheet Saved

Analysis stopped 10:21:36 PM 12/1/2017 - analysis time to date: 112minutes  
Worksheet Saved  
Worksheet closed 10:21:42 PM 12/1/2017.

Worksheet created 9:54:06 PM 7/31/2017

Worksheet details:

Name: Henrique Cr 01-08-2017 pad mae  
 Analyst: Henrique César da Silva, Rodrigo Vieira, Kepler Borges França.  
 Comments:

Optimize stopped 9:55:30 PM 7/31/2017  
 Optimize started [Cr] 9:55:30 PM 7/31/2017  
 F9923: Flame failed to ignite  
 F9921: Flame out

Optimize stopped 9:58:06 PM 7/31/2017  
 Optimize stopped 9:58:26 PM 7/31/2017  
 Optimize started [Cr] 9:58:26 PM 7/31/2017  
 Optimize stopped 10:00:02 PM 7/31/2017  
 Worksheet Saved

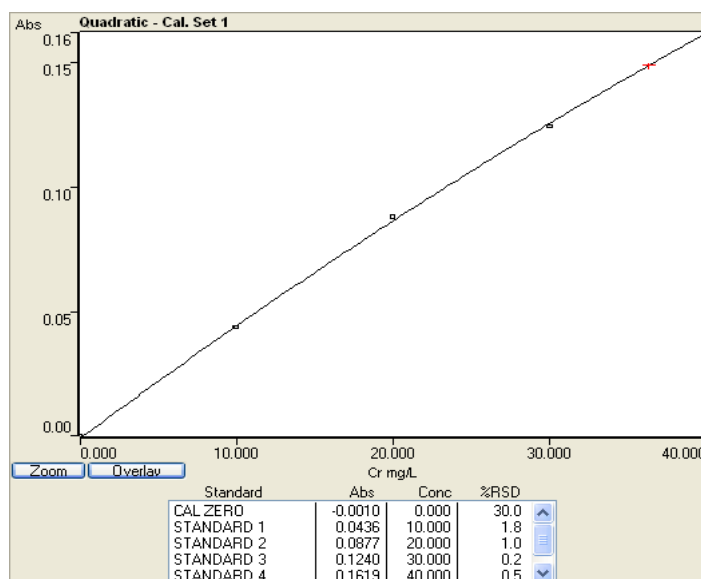
Analysis started 10:04:32 PM 7/31/2017 (AA Online)  
 Method: Cr(Flame)  
 Instrument settings:  
 Wavelength:425.4 nm, Slit Width:0.2 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background  
 Correction:BC On

Measurement settings:  
 Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  
 Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:  
 Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.90 L/min  
 Burner Height: 0.0 mm

Instrument Zero [Postread=0.0018Abs, Gain=46%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
10:05:26 AM	CAL ZERO	0.000	30.0	0.0003	-0.0010	0.0009	-0.0009	-0.0013	-0.0007
10:06:12 AM	CAL 1	10.000	1.8	0.0008	0.0436	0.0024	0.0427	0.0441	0.0441
10:07:06 AM	CAL 2	20.000	1.0	0.0009	0.0877	0.0029	0.0874	0.0870	0.0887
10:08:02 AM	CAL 3	30.000	0.2	0.0003	0.1240	0.0051	0.1239	0.1243	0.1238
10:09:08 AM	CAL 4	40.000	0.5	0.0007	0.1619	0.0064	0.1611	0.1622	0.1625



**Experimento: Cr<sup>3+</sup> na Mistura de Sais, M3 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Solução mãe	10:10:00	001	36.348	0.9	0.0014	0.1487	0.0052	0.1474	0.1485	0.1501
Solução mãe	10:10:32	002	36.620	0.2	0.0002	0.1496	0.0052	0.1497	0.1493	0.1498
1h - A	10:13:50	003	9.326	0.4	0.0002	0.0412	0.0013	0.0410	0.0413	0.0411
1h - F	10:14:30	004	3.459	4.5	0.0007	0.0150	0.0001	0.0145	0.0147	0.0157
1h - C	10:14:58	005	8.840	1.6	0.0006	0.0390	0.0009	0.0396	0.0383	0.0392
2h - A	10:15:42	006	2.701	5.0	0.0006	0.0115	0.0002	0.0120	0.0116	0.0109
2h - F	10:16:10	007	1.594	8.9	0.0006	0.0064	-0.0006	0.0068	0.0058	0.0067
2h - C	10:16:38	008	2.507	7.5	0.0008	0.0106	0.0000	0.0110	0.0112	0.0097
3h - A	10:17:12	009	1.011	17.0	0.0006	0.0037	0.0003	0.0032	0.0036	0.0044
3h - F	10:17:44	010	0.720	25.2	0.0006	0.0023	0.0001	0.0028	0.0017	0.0026
3h - C	10:18:26	011	1.147	15.6	0.0007	0.0044	-0.0001	0.0039	0.0051	0.0040
4h - A	10:19:06	012	0.526	39.5	0.0006	0.0015	0.0006	0.0017	0.0008	0.0019
4h - F	10:19:34	013	0.545	58.1	0.0009	0.0015	-0.0002	0.0026	0.0010	0.0011
4h - C	10:20:02	014	0.603	21.7	0.0004	0.0018	0.0000	0.0018	0.0023	0.0015
5h - A	10:20:44	015	0.467	86.3	0.0010	0.0012	-0.0002	0.0018	0.0000	0.0017
5h - F	10:21:10	016	0.429	92.7	0.0009	0.0010	-0.0004	0.0000	0.0011	0.0018
5h - C	10:21:52	017	0.467	>100	0.0013	0.0012	-0.0001	0.0017	0.0022	-0.0003
6h - A	10:22:22	018	0.273	>100	0.0007	0.0003	0.0007	0.0010	-0.0004	0.0003
6h - F	10:22:50	019	0.370	43.1	0.0003	0.0007	0.0000	0.0004	0.0010	0.0008
6h - C	10:23:22	020	0.331	>100	0.0017	0.0005	0.0003	0.0023	0.0004	-0.0011
As alíquotas seguintes continuaram a apresentar baixos valores de concentração, sendo executados no modo manual no dia 03/11/2017, para fins de comprovação.										
7h - A	11:42:52	020.1	0.039	12.2	0.0005	0.0040	-0.0013	0.0045	0.0035	0.0039
7h - F	11:43:32	020.2	-0.020	27.9	0.0009	0.0031	-0.0015	0.0021	0.0037	0.0035
7h - C	11:44:18	020.3	-0.035	14.5	0.0004	0.0029	-0.0009	0.0030	0.0024	0.0032
9h - A	11:45:18	020.4	-0.050	24.9	0.0007	0.0027	-0.0019	0.0031	0.0019	0.0031
9h - F	11:46:32	020.5	-0.079	17.3	0.0004	0.0022	-0.0012	0.0018	0.0025	0.0024
9h - C	11:47:14	020.6	-0.057	42.9	0.0011	0.0026	-0.0015	0.0026	0.0037	0.0015
12h - A	11:47:48	020.7	-0.109	16.7	0.0003	0.0019	-0.0010	0.0022	0.0016	0.0018
12h - F	11:48:26	020.8	-0.035	18.0	0.0005	0.0029	-0.0008	0.0034	0.0023	0.0030
12h - C	11:49:06	020.9	-0.065	26.9	0.0007	0.0025	-0.0011	0.0030	0.0027	0.0017
15h - A	11:50:04	020.10	-0.072	14.8	0.0004	0.0024	-0.0008	0.0025	0.0020	0.0026
15h - F	11:51:22	020.11	0.046	15.2	0.0006	0.0040	-0.0020	0.0035	0.0040	0.0047
15h - C	11:52:18	020.12	-0.006	19.4	0.0007	0.0033	-0.0017	0.0027	0.0034	0.0040
18h - A	11:53:20	020.13	-0.065	17.5	0.0004	0.0025	-0.0009	0.0020	0.0028	0.0027
18h - F	11:53:58	020.14	-0.035	48.2	0.0014	0.0029	-0.0008	0.0040	0.0013	0.0034
18h - C	11:54:30	020.15	-0.065	28.2	0.0007	0.0025	-0.0015	0.0020	0.0033	0.0022
21h - A	11:55:58	020.16	0.039	10.2	0.0004	0.0040	-0.0014	0.0037	0.0045	0.0038
21h - F	11:56:44	020.17	-0.006	10.6	0.0004	0.0033	-0.0003	0.0029	0.0035	0.0036
21h - C	11:57:20	020.18	0.061	9.0	0.0004	0.0042	-0.0011	0.0047	0.0039	0.0042
24h - A	11:58:08	020.19	0.120	23.7	0.0012	0.0051	-0.0019	0.0055	0.0038	0.0061
24h - F	11:59:02	020.20	0.050	8.7	0.0004	0.0041	-0.0007	0.0039	0.0045	0.0039
24h - C	11:59:48	020.21	0.031	23.3	0.0009	0.0039	-0.0010	0.0049	0.0032	0.0035



**Experimento: Cr<sup>3+</sup> na Mistura de Sais, m2 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Solução mãe	10:28:04	021	38.368	0.3	0.0005	0.1558	0.0053	0.1557	0.1563	0.1554
Solução mãe	10:29:06	022	38.854	0.9	0.0015	0.1575	0.0046	0.1588	0.1559	0.1578
1h - A	10:30:02	023	14.260	1.7	0.0011	0.0625	0.0020	0.0632	0.0612	0.0629
1h - F	10:30:34	024	10.064	2.0	0.0009	0.0444	0.0011	0.0447	0.0451	0.0434
1h - C	10:31:04	025	13.969	0.7	0.0004	0.0612	0.0021	0.0612	0.0616	0.0608
3h - A	10:31:44	026	3.226	12.1	0.0017	0.0139	0.0008	0.0131	0.0127	0.0158
3h - F	10:32:14	027	2.410	7.3	0.0007	0.0101	0.0007	0.0093	0.0104	0.0107
3h - C	10:32:42	028	3.187	2.8	0.0004	0.0137	0.0008	0.0133	0.0137	0.0141
5h - A	10:33:18	029	1.380	2.9	0.0002	0.0054	-0.0002	0.0055	0.0054	0.0052
5h - F	10:34:32	030	1.167	3.9	0.0002	0.0044	-0.0004	0.0042	0.0046	0.0045
5h - C	10:35:10	031	1.361	17.7	0.0010	0.0054	-0.0005	0.0043	0.0061	0.0057
7h - A	10:36:02	032	0.565	49.7	0.0008	0.0017	0.0000	0.0008	0.0017	0.0025
7h - F	10:36:34	033	0.467	98.4	0.0012	0.0012	0.0001	0.0001	0.0011	0.0024
7h - C	10:37:10	034	0.429	58.2	0.0006	0.0010	0.0003	0.0005	0.0009	0.0016
9h - A	10:38:00	035	0.487	88.4	0.0012	0.0013	-0.0003	0.0014	0.0024	0.0001
9h - F	10:39:32	036	0.126	>100	0.0011	-0.0004	0.0013	-0.0014	-0.0006	0.0008
9h - C	10:40:00	037	0.565	63.1	0.0010	0.0017	-0.0007	0.0020	0.0025	0.0005
Teste 9A	10:41:18	038	0.331	>100	0.0009	0.0006	0.0005	-0.0001	0.0016	0.0003
12h - A	10:44:30	039	0.007	87.8	0.0008	-0.0010	0.0017	-0.0005	-0.0005	-0.0019
12h - F	10:45:08	040	0.197	>100	0.0002	-0.0001	0.0007	0.0001	0.0000	-0.0003
12h - C	10:45:40	041	0.273	>100	0.0003	0.0003	0.0004	0.0006	0.0002	0.0001
15h - A	10:46:36	042	0.169	>100	0.0003	-0.0002	0.0011	-0.0005	0.0000	-0.0001
15h - F	10:47:22	043	0.273	>100	0.0012	0.0003	0.0006	0.0003	-0.0010	0.0015
15h - C	10:48:02	044	0.254	>100	0.0004	0.0002	0.0007	0.0001	-0.0002	0.0006
18h - A	10:48:42	045	0.351	57.9	0.0004	0.0006	0.0003	0.0002	0.0008	0.0009
18h - F	10:49:26	046	0.331	67.6	0.0004	0.0005	0.0001	0.0002	0.0009	0.0004
18h - C	10:50:04	047	0.174	>100	0.0004	-0.0002	0.0012	-0.0003	-0.0006	0.0003
21h - A	10:50:54	048	0.370	46.8	0.0003	0.0007	0.0007	0.0003	0.0008	0.0010
21h - F	10:51:50	049	0.273	>100	0.0011	0.0003	0.0008	0.0001	0.0015	-0.0008
21h - C	10:52:20	050	0.234	>100	0.0003	0.0001	0.0009	-0.0002	0.0002	0.0003
CAL: CAL ZERO										
	10:53:42	CAL	0.000	>100	0.0005	-0.0004	0.0013	-0.0009	0.0000	-0.0004
CAL: Reslope										
	10:54:40	CAL	20.000	1.0	0.0011	0.1031	0.0035	0.1043	0.1021	0.1031
24h - A	10:55:42	051	0.261	27.5	0.0003	0.0009	0.0009	0.0006	0.0010	0.0011
24h - F	10:56:22	052	0.180	>100	0.0006	0.0005	0.0011	0.0003	0.0012	0.0000
24h - C	10:56:52	053	0.375	73.5	0.0011	0.0016	0.0014	0.0020	0.0003	0.0024
Teste 24 h	10:57:42	054	0.359	41.8	0.0006	0.0014	0.0016	0.0017	0.0008	0.0019
Teste 12h - A	10:58:18	055	0.261	67.2	0.0006	0.0009	0.0008	0.0011	0.0013	0.0002
Cr(Flame) - analysis time to date: 54minutes Worksheet Saved  Analysis paused 10:58:56 PM 7/31/2017 - analysis time to date: 54minutes Operator stopped analysis whilst paused Worksheet Saved Worksheet closed 10:59:20 PM 7/31/2017 Worksheet opened 1:12:56 AM 8/25/2017 Worksheet renamed: Old Name:Henrique Cr 01-08-2017 pad mae Name: Henrique Cr 01-08 pad mae										

Worksheet created 11:37:06 AM 10/31/2017

Worksheet details:

Name: Cr3+, Mistura M3 - Novo  
 Analyst:  
 Comments:

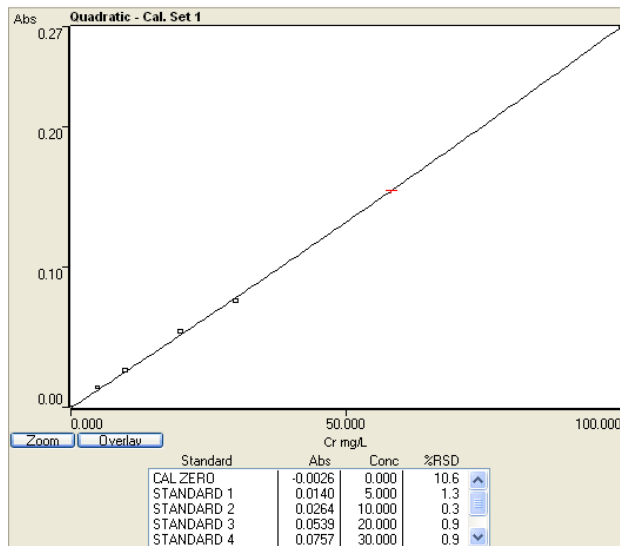
Optimize stopped 12:06:18 PM 10/31/2017  
 Optimize started [Cr] 12:06:18 PM 10/31/2017  
 Optimize stopped 12:07:12 PM 10/31/2017  
 Optimize stopped 12:07:40 PM 10/31/2017  
 Optimize started [Cr] 12:07:42 PM 10/31/2017  
 Optimize stopped 12:07:46 PM 10/31/2017  
 Optimize stopped 12:12:52 PM 10/31/2017  
 Optimize started [Cr] 12:12:54 PM 10/31/2017  
 Optimize stopped 12:14:06 PM 10/31/2017  
 Worksheet Saved

Analysis started 12:16:42 PM 10/31/2017 (AA Online)  
 Method: Cr (Flame)  
 Instrument settings:  
 Wavelength:425.4 nm, Slit Width:0.2 nm, Lamp Current:7.0 mA, Background Correction:BC On

Measurement settings:  
 Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  
 Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:  
 Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.90 L/min  
 Burner Height: 0.0 mm  
 Instrument Zero [Postread=0.0007Abs, Gain=56%]  
 Tube Sample ID

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
12:17:50 PM	CAL ZERO	0.000	>100	0.0009	-0.0003	0.0004	-0.0004	-0.0012	0.0006
12:18:32 PM	CAL 1	5.000	1.0	0.0004	0.0435	0.0025	0.0434	0.0432	0.0440
12:19:18 PM	CAL 2	10.000	1.7	0.0013	0.0774	0.0035	0.0783	0.0781	0.0759
12:19:54 PM	CAL 3	20.000	1.2	0.0017	0.1397	0.0052	0.1409	0.1377	0.1404
12:20:26 PM	CAL 4	30.000	0.5	0.0011	0.2097	0.0065	0.2086	0.2107	0.2098



**Experimento: Cr<sup>3+</sup> na Mistura de Sais, m3 - 2<sup>a</sup> Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Teste sol 5,5 ppm	12:25:28	002	5.654	2.7	0.0012	0.0444	0.0014	0.0437	0.0458	0.0437
Teste Sol 5,5 ppm	12:26:10	003	5.594	5.2	0.0023	0.0440	0.0020	0.0415	0.0460	0.0444
Solução mãe	12:29:02	004	16.825 (Dil 1:2) 33,650	3.2	0.0037	0.1160	0.0042	0.1198	0.1124	0.1158
Solução mãe	12:29:46	005	16.647 (Dil 1:2) 33,224	4.5	0.0052	0.1148	0.0038	0.1128	0.1108	0.1207
1h - A	12:31:32	006	6.217	3.7	0.0018	0.0485	0.0015	0.0504	0.0468	0.0482
1h - F	12:32:24	007	3.074	8.1	0.0021	0.0256	0.0020	0.0269	0.0232	0.0267
1h - C	12:33:22	008	6.143	6.8	0.0033	0.0480	0.0016	0.0478	0.0448	0.0513
3h - A	12:35:02	009	0.271	22.3	0.0011	0.0047	0.0018	0.0035	0.0053	0.0053
3h - F	12:36:04	010	0.212	13.5	0.0006	0.0043	-0.0004	0.0050	0.0039	0.0041
3h - C	12:37:34	011	0.553	7.4	0.0005	0.0069	-0.0006	0.0071	0.0072	0.0063
5h - A	12:40:06	012	0.019	50.9	0.0014	0.0028	-0.0001	0.0013	0.0041	0.0031
5h - F	12:41:14	013	0.019	8.7	0.0003	0.0029	-0.0003	0.0032	0.0027	0.0027
5h - C	12:42:18	014	-0.040	15.9	0.0004	0.0025	0.0002	0.0028	0.0020	0.0026
7h - A	12:45:14	015	-0.173	78.5	0.0011	0.0014	0.0004	0.0028	0.0008	0.0007
7h - F	12:46:26	016	-0.211	70.1	0.0008	0.0011	0.0008	0.0016	0.0002	0.0016
7h - C	12:47:16	017	-0.144	64.1	0.0011	0.0017	0.0004	0.0029	0.0013	0.0008
9h - A	12:49:08	018	-0.307	62.1	0.0003	0.0005	0.0018	0.0006	0.0001	0.0007
9h - F	12:50:44	019	-0.262	>100	0.0011	0.0007	0.0017	-0.0005	0.0013	0.0014
9h - C	12:51:52	020	-0.292	>100	0.0009	0.0005	0.0021	-0.0005	0.0006	0.0014
12h - A	12:54:56	021	-0.277	>100	0.0007	0.0007	0.0024	0.0008	0.0013	-0.0001
12h - F	12:55:40	022	-0.159	76.8	0.0012	0.0016	0.0022	0.0024	0.0002	0.0021
12h - C	12:56:10	023	-0.262	72.4	0.0006	0.0008	0.0024	0.0003	0.0007	0.0014
15h - A	12:57:04	024	-0.159	65.4	0.0010	0.0015	0.0018	0.0019	0.0004	0.0022
15h - F	12:58:38	025	-0.203	23.6	0.0003	0.0012	0.0024	0.0016	0.0010	0.0011
15h - C	12:59:18	026	-0.144	26.2	0.0004	0.0016	0.0020	0.0013	0.0015	0.0021
18h - A	1:00:24	027	-0.262	>100	0.0009	0.0007	0.0029	0.0015	0.0011	-0.0003
18h - F	1:01:08	028	-0.173	44.8	0.0006	0.0014	0.0029	0.0020	0.0014	0.0008
18h - C	1:02:04	029	-0.233	>100	0.0013	0.0010	0.0026	0.0023	-0.0003	0.0009
21h - A	1:03:48	031	0.257	15.0	0.0007	0.0046	-0.0014	0.0045	0.0054	0.0040
21h - F	1:05:52	032	-0.582	85.2	0.0014	-0.0016	0.0063	-0.0007	-0.0032	-0.0009
21h - C	1:06:44	033	-0.526	56.9	0.0007	-0.0012	0.0056	-0.0016	-0.0016	-0.0004
24h - A	1:07:30	034	-0.430	>100	0.0006	-0.0005	0.0052	-0.0004	0.0001	-0.0011
24h - F	1:08:56	035	-0.489	>100	0.0011	-0.0009	0.0057	0.0003	-0.0013	-0.0018
24h - C	1:10:12	036	-0.516	>100	0.0012	-0.0011	0.0064	-0.0023	0.0002	-0.0013

**1.2 Resultados para os cátions de cobre.**

Worksheet created 9:41:42 PM 7/16/2017

Worksheet details:

Name: Henrique CU 18-07-2017 pad gel

Analyst: Henrique César da Silva, Rodrigo Vieira, Kepler Borges França.

Optimize stopped 9:45:54 PM 7/16/2017

Optimize started [Cu] 9:45:54 PM 7/16/2017

Optimize stopped 9:47:50 PM 7/16/2017

Worksheet Saved

Analysis started 9:47:58 PM 7/16/2017 (AA Online)

Method: Cu (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:218.2 nm, Slit Width:0.2 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background

Correction:BC On

Measurement settings:

Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point

Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:

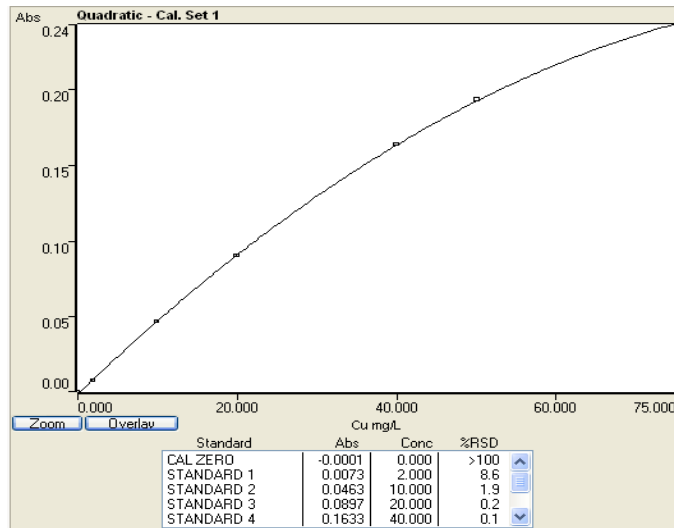
Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min

Burner Height: 0.0 mm

Instrument Zero [Postread=-0.0033Abs, Gain=67%]

Tube Sample ID

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
9:48:46 PM	CAL ZERO	0.000	>100	0.0004	-0.0001	-0.0028	0.0003	-0.0002	-0.0004
9:49:44 PM	CAL 1	2.000	8.6	0.0006	0.0073	-0.0013	0.0080	0.0068	0.0071
9:50:32 PM	CAL 2	10.000	1.9	0.0009	0.0463	-0.0034	0.0472	0.0454	0.0463
9:51:14 PM	CAL 3	20.000	0.2	0.0002	0.0897	-0.0035	0.0895	0.0897	0.0899
9:52:02 PM	CAL 4	40.000	0.1	0.0001	0.1633	-0.0048	0.1631	0.1633	0.1634
9:52:40 PM	CAL 5	50.000	0.4	0.0009	0.1931	-0.0044	0.1938	0.1932	0.1922
9:53:20 PM	CAL 6	75.000	0.4	0.0009	0.2429	-0.0048	0.2426	0.2440	0.2423



**Experimento Cu<sup>2+</sup>, M2 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Teste 100 ppm	09:54:02	001	OVER	0.0	0.0000	0.2840	-0.0017	0.2840		
W0545: Sample result OVER the calibration range										
Sol mãe	09:54:40	002	51.926 (Dil 1:2) 103.852	0.8	0.0015	0.2021	-0.0038	0.2035	0.2023	0.2005
1h - A	09:56:08	003	40.444	0.4	0.0007	0.1645	-0.0043	0.1644	0.1653	0.1639
1h - F	09:57:06	004	31.076	0.2	0.0003	0.1331	-0.0060	0.1332	0.1328	0.1334
1h - C	09:57:58	005	39.569	0.5	0.0009	0.1618	-0.0048	0.1616	0.1628	0.1611
3h - A	10:06:02	009	19.120	0.7	0.0006	0.0868	0.0028	0.0872	0.0870	0.0862
3h - F	10:08:16	011	15.967	0.6	0.0005	0.0734	0.0026	0.0736	0.0738	0.0729
3h - C	10:07:00	010	16.769	0.3	0.0002	0.0769	0.0033	0.0767	0.0768	0.0772
5h - A	09:58:58	006	13.489	1.0	0.0006	0.0626	-0.0078	0.0629	0.0619	0.0630
5h - F	09:59:44	007	11.721	0.1	0.0000	0.0546	-0.0087	0.0547	0.0546	
F8510: Instrument has gone offline										
Cu (Flame) - analysis time to date: 11minutes Analysis stopped 9:59:44 PM 7/16/2017 - analysis time to date: 11minutes Worksheet Saved										
(AA Online) Method: Cu (Flame) Instrument settings: Wavelength:218.2 nm, Slit Width:0.2 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background Correction:BC On										
Measurement settings: Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s										
Flame settings: Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min Burner Height: 0.0 mm Instrument Zero [Postread=0.0003Abs, Gain=67%]										
5h - C	10:02:32	008	13.397	0.6	0.0004	0.0622	0.0030	0.0626	0.0619	0.0621
7h - A	10:09:40	012	7.766	1.7	0.0006	0.0364	0.0017	0.0365	0.0369	0.0357
7h - F	10:10:28	013	7.419	0.2	0.0001	0.0348	0.0012	0.0347	0.0348	0.0348
7h - C	10:11:10	014	8.057	1.1	0.0004	0.0378	0.0021	0.0377	0.0374	0.0382
9h - A	10:12:26	015	6.545	1.7	0.0005	0.0305	0.0012	0.0307	0.0299	0.0310
9h - F	10:14:18	016	6.162	1.5	0.0004	0.0287	0.0016	0.0285	0.0292	0.0285
9h - C	10:16:56	017	6.763	0.9	0.0003	0.0316	0.0003	0.0313	0.0319	0.0315
12h - A	10:18:08	018	5.123	0.7	0.0002	0.0238	-0.0024	0.0236	0.0239	0.0238
12h - F	10:18:48	019	4.212	1.3	0.0003	0.0193	0.0008	0.0193	0.0196	0.0190
12h - C	10:19:50	020	4.649	0.8	0.0002	0.0214	0.0006	0.0215	0.0213	0.0216
15h - A	10:21:10	021	3.984	3.1	0.0006	0.0178	0.0011	0.0177	0.0173	0.0184
15h - F	10:22:06	022	3.674	3.2	0.0006	0.0174	0.0006	0.0167	0.0178	0.0176
15h - C	10:23:04	023	4.038	1.6	0.0003	0.0209	-0.0024	0.0205	0.0212	0.0209
18h - A	10:26:50	024	3.392	2.0	0.0003	0.0153	0.0005	0.0153	0.0155	0.0149
18h - F	10:27:50	025	3.282	2.0	0.0003	0.0147	0.0002	0.0144	0.0148	0.0150
18h - C	10:28:40	026	3.300	2.2	0.0003	0.0148	0.0006	0.0152	0.0148	0.0145
21h - A	10:29:50	027	3.428	3.2	0.0005	0.0154	0.0004	0.0159	0.0149	0.0154
21h - F	10:30:42	028	3.209	2.5	0.0004	0.0144	0.0001	0.0145	0.0147	0.0140
21h - C	10:31:40	029	3.264	3.7	0.0005	0.0147	0.0002	0.0151	0.0149	0.0140
24h - A	10:32:52	030	3.282	1.0	0.0001	0.0147	0.0003	0.0147	0.0146	0.0149
24h - F	10:33:50	031	2.936	4.8	0.0006	0.0130	0.0004	0.0131	0.0135	0.0123
24h - C	10:34:38	032	2.462	0.5	0.0001	0.0106	0.0005	0.0106	0.0107	0.0106
Teste Sol Mãe	10:36:06	033	51.926 (Dil 1:2) 103.852	0.2	0.0003	0.1972	0.0036	0.1975	0.1968	0.1972
Cu (Flame) - analysis time to date: 47minutes Worksheet Saved										

**Experimento Cu<sup>2+</sup>, M2 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	5:28:38	072	39.746	1.4	0.0017	0.1227	0.0053	0.1216	0.1247	0.1218
1h - F	5:30:22	073	30.529	1.5	0.0014	0.0976	0.0049	0.0990	0.0962	0.0978
1h - C	5:31:30	074	38.889	1.7	0.0021	0.1204	0.0052	0.1225	0.1184	0.1203
3h - A	5:32:48	075	18.605	0.9	0.0005	0.0624	0.0054	0.0624	0.0619	0.0630
3h - F	5:34:02	076	16.515	0.1	0.0001	0.0558	0.0045	0.0559	0.0557	0.0559
3h - C	5:35:54	077	15.487	1.4	0.0007	0.0526	0.0050	0.0530	0.0530	0.0518
5h - A	5:37:30	079	13.089	1.6	0.0007	0.0449	0.0039	0.0457	0.0444	0.0446
5h - F	5:41:30	080	11.444	1.4	0.0006	0.0396	0.0057	0.0392	0.0402	0.0393
5h - C	5:42:28	081	13.157	1.3	0.0006	0.0452	0.0056	0.0447	0.0458	0.0450
7h - A	5:43:30	082	7.230	2.5	0.0006	0.0256	0.0053	0.0249	0.0262	0.0256
7h - F	5:43:56	083	7.059	2.8	0.0007	0.0250	0.0048	0.0249	0.0243	0.0257
7h - C	5:44:24	084	7.744	1.8	0.0005	0.0273	0.0059	0.0269	0.0271	0.0278
9h - A	5:45:48	085	6.065	2.3	0.0005	0.0217	0.0058	0.0221	0.0211	0.0218
9h - F	5:46:34	086	5.688	1.6	0.0003	0.0204	0.0051	0.0208	0.0202	0.0202
9h - C	5:47:40	087	6.168	1.6	0.0004	0.0220	0.0062	0.0218	0.0224	0.0218
12h - A	5:49:14	089	4.249	2.1	0.0003	0.0154	0.0058	0.0153	0.0158	0.0152
12h - F	5:50:50	090	3.769	1.9	0.0003	0.0138	0.0075	0.0137	0.0141	0.0136
12h - C	5:51:40	091	4.146	2.3	0.0004	0.0151	0.0076	0.0155	0.0148	0.0152
15h - A	5:52:28	092	3.392	4.3	0.0005	0.0125	0.0071	0.0125	0.0121	0.0130
15h - F	5:53:44	093	3.153	2.9	0.0004	0.0117	0.0071	0.0116	0.0116	0.0119
15h - C	5:54:42	094	3.315	1.9	0.0003	0.0122	0.0075	0.0121	0.0122	0.0124
18h - A	5:58:06	098	2.365	2.4	0.0002	0.0089	0.0111	0.0091	0.0088	0.0087
18h - F	5:58:38	099	2.502	5.7	0.0005	0.0095	0.0092	0.0101	0.0092	0.0091
18h - C	5:59:10	100	2.947	2.3	0.0002	0.0110	0.0083	0.0112	0.0107	0.0109
21h - A	6:00:04	101	2.193	1.1	0.0001	0.0084	0.0105	0.0082	0.0084	0.0084
CAL: CAL ZERO										
	6:00:36	CAL	0.000	5.4	0.0005	0.0084	0.0108	0.0084	0.0088	0.0079
CAL: Reslope										
	6:01:24	CAL	20.000	1.5	0.0009	0.0628	0.0126	0.0633	0.0634	0.0618
21h - F	6:02:12	102	0.581	2.0	0.0002	0.0082	0.0111	0.0083	0.0082	0.0080
21h - C	6:02:52	103	0.395	1.3	0.0001	0.0076	0.0116	0.0075	0.0077	0.0076
24h - A	6:03:26	104	0.710	5.4	0.0005	0.0086	0.0118	0.0086	0.0081	0.0090
24h - F	6:03:54	105	0.080	8.1	0.0005	0.0067	0.0124	0.0069	0.0061	0.0071
24h - C	6:04:32	106	-0.217	7.1	0.0004	0.0058	0.0123	0.0055	0.0062	0.0055
Cu (Flame) - analysis time to date: 108minutes Worksheet Saved										
Analysis paused 6:04:56 AM 7/26/2017 - analysis time to date: 108minutes Operator stopped analysis whilst paused Worksheet Saved										

**Experimento Cu<sup>2+</sup>, M3 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Sol mãe	3:13:44	001	49.993 Dil 1:2 99.986	0.8	0.0013	0.1532	0.0080	0.1529	0.1522	0.1547
1h - A	3:14:52	002	25.088	1.3	0.0011	0.0847	0.0071	0.0834	0.0854	0.0852
1h - F	3:15:46	003	16.908	0.6	0.0003	0.0583	0.0063	0.0587	0.0583	0.0581
1h - C	3:16:34	004	23.761	0.7	0.0006	0.0806	0.0076	0.0812	0.0805	0.0801
3h - A	3:17:14	005	8.438	1.9	0.0006	0.0291	0.0070	0.0297	0.0289	0.0287
3h - F	3:17:52	006	6.875	4.4	0.0010	0.0235	0.0071	0.0245	0.0235	0.0225
3h - C	3:18:38	007	8.583	1.3	0.0004	0.0296	0.0068	0.0293	0.0295	0.0300
5h - A	3:19:30	008	3.730	6.1	0.0007	0.0120	0.0082	0.0124	0.0111	0.0124
5h - F	3:20:10	009	3.403	8.1	0.0009	0.0108	0.0077	0.0118	0.0104	0.0101
5h - C	3:20:48	010	3.876	6.0	0.0008	0.0125	0.0076	0.0118	0.0124	0.0133
7h - A	3:21:26	011	2.440	2.8	0.0002	0.0072	0.0077	0.0071	0.0074	0.0071
7h - F	3:22:04	012	1.931	10.8	0.0006	0.0052	0.0081	0.0059	0.0049	0.0049
7h - C	3:22:46	013	2.112	4.2	0.0003	0.0060	0.0087	0.0059	0.0058	0.0063
9h - A	3:23:30	014	1.476	16.7	0.0006	0.0035	0.0092	0.0030	0.0034	0.0042
9h - F	3:24:06	015	1.295	16.0	0.0005	0.0029	0.0085	0.0031	0.0023	0.0032
9h - C	3:24:44	016	1.313	33.2	0.0010	0.0029	0.0084	0.0022	0.0040	0.0025
12h - A	3:25:28	017	0.677	50.5	0.0003	0.0005	0.0099	0.0003	0.0008	0.0005
12h - F	3:26:06	018	0.586	>100	0.0004	0.0002	0.0095	0.0006	-0.0001	0.0002
12h - C	3:26:44	019	0.520	>100	0.0010	-0.0001	0.0091	0.0010	-0.0008	-0.0005
15h - A	3:27:30	020	0.622	>100	0.0006	0.0003	0.0091	-0.0003	0.0006	0.0007
15h - F	3:28:16	021	0.447	>100	0.0009	-0.0004	0.0094	-0.0003	0.0005	-0.0013
15h - C	3:28:56	022	0.586	>100	0.0006	0.0002	0.0101	-0.0005	0.0006	0.0005
18h - A	3:29:32	023	0.586	>100	0.0003	0.0002	0.0096	0.0004	0.0002	-0.0002
18h - F	3:30:06	024	0.492	>100	0.0006	-0.0002	0.0098	0.0000	-0.0009	0.0002
18h - C	3:30:40	025	0.320	59.3	0.0005	-0.0009	0.0096	-0.0003	-0.0013	-0.0010
21h - A	3:31:36	026	0.396	>100	0.0011	-0.0006	0.0102	0.0007	-0.0013	-0.0011
21h - F	3:32:12	027	0.251	75.3	0.0009	-0.0011	0.0109	-0.0010	-0.0020	-0.0004
21h - C	3:32:46	028	0.322	76.9	0.0007	-0.0009	0.0100	-0.0004	-0.0005	-0.0016
24h - A	3:33:36	029	0.223	47.5	0.0006	-0.0012	0.0104	-0.0019	-0.0009	-0.0009
24h - F	3:34:34	030	0.333	35.7	0.0003	-0.0008	0.0105	-0.0010	-0.0010	-0.0005
24h - C	3:35:50	031	0.080	11.7	0.0002	-0.0018	0.0113	-0.0020	-0.0017	-0.0016

**Experimento Cu<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, m2 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Sol mãe	4:41:16	020	31,274	0.9	0.0010	0.1090	0.0123	0.1098	0.1093	0.1079
1h - A	4:42:26	021	19.175	0.4	0.0003	0.0704	0.0095	0.0707	0.0703	0.0701
1h - F	4:43:36	022	16.030	0.9	0.0006	0.0596	0.0077	0.0593	0.0593	0.0602
1h - C	4:44:04	023	19.346	1.0	0.0007	0.0710	0.0070	0.0716	0.0702	0.0712
3h - A	4:44:50	024	9.536	1.2	0.0004	0.0364	0.0072	0.0359	0.0364	0.0368
3h - F	4:45:24	025	8.015	1.4	0.0004	0.0308	0.0067	0.0312	0.0303	0.0308
3h - C	4:45:56	026	9.622	1.7	0.0006	0.0367	0.0075	0.0374	0.0367	0.0361
5h - A	4:46:56	027	5.605	1.0	0.0002	0.0217	0.0070	0.0215	0.0219	0.0216
5h - F	4:47:22	028	4.888	1.2	0.0002	0.0190	0.0068	0.0193	0.0188	0.0189
5h - C	4:47:52	029	5.947	1.3	0.0003	0.0231	0.0063	0.0228	0.0231	0.0234
7h - A	4:48:20	030	3.657	4.5	0.0006	0.0143	0.0066	0.0142	0.0149	0.0136
7h - F	4:48:54	031	3.418	1.4	0.0002	0.0134	0.0063	0.0133	0.0136	0.0133
7h - C	4:49:22	032	3.486	3.5	0.0005	0.0136	0.0067	0.0136	0.0131	0.0141
9h - A	4:49:54	033	2.717	3.6	0.0004	0.0106	0.0069	0.0109	0.0108	0.0102
9h - F	4:50:36	034	2.700	1.6	0.0002	0.0105	0.0067	0.0104	0.0107	0.0105
9h - C	4:51:02	045	2.734	5.9	0.0006	0.0107	0.0063	0.0103	0.0115	0.0104
12h - A	4:51:30	036	2.290	4.2	0.0004	0.0090	0.0067	0.0086	0.0092	0.0092
12h - F	4:52:42	037	2.051	9.1	0.0007	0.0081	0.0068	0.0089	0.0074	0.0080
12h - C	4:53:10	038	2.017	5.2	0.0004	0.0079	0.0076	0.0082	0.0075	0.0082
15h - A	4:53:44	039	2.000	5.5	0.0004	0.0079	0.0071	0.0076	0.0084	0.0076
15h - F	4:54:10	040	1.931	2.7	0.0002	0.0076	0.0079	0.0076	0.0074	0.0078
15h - C	4:54:38	041	2.085	1.2	0.0001	0.0082	0.0075	0.0083	0.0081	0.0082
18h - A	4:55:06	042	1.863	1.2	0.0001	0.0073	0.0082	0.0074	0.0072	0.0073
18h - F	4:55:46	043	1.675	4.8	0.0003	0.0065	0.0074	0.0068	0.0062	0.0066
18h - C	4:56:18	044	1.812	3.8	0.0003	0.0071	0.0077	0.0069	0.0071	0.0074
21h - A	4:56:56	045	1.777	10.5	0.0007	0.0069	0.0084	0.0072	0.0061	0.0075
21h - F	4:57:28	046	1.846	5.6	0.0004	0.0073	0.0081	0.0077	0.0073	0.0069
21h - C	4:57:58	047	1.743	1.1	0.0001	0.0068	0.0081	0.0069	0.0068	0.0068
24h - A	4:58:28	048	1.880	4.7	0.0003	0.0074	0.0082	0.0072	0.0078	0.0072
24h - F	4:58:56	049	1.914	4.0	0.0003	0.0075	0.0081	0.0075	0.0078	0.0072
24h - C	4:59:20	050	1.760	7.5	0.0005	0.0069	0.0092	0.0075	0.0067	0.0066



**Experimento Cu<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, m3 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Sol mãe	3:44:40	032	30.759	1.0	0.0010	0.1019	0.0145	0.1009	0.1029	0.1019
1h - A	3:45:58	033	11.201	0.9	0.0004	0.0389	0.0141	0.0387	0.0393	0.0387
1h - F	3:47:36	034	7.311	2.7	0.0007	0.0251	0.0135	0.0253	0.0256	0.0243
1h - C	3:48:18	035	11.237	0.2	0.0001	0.0391	0.0139	0.0390	0.0391	0.0390
3h - A	3:49:14	036	1.676	7.1	0.0003	0.0043	0.0129	0.0046	0.0043	0.0040
3h - F	3:50:04	037	0.858	66.0	0.0008	0.0012	0.0129	0.0012	0.0020	0.0004
3h - C	3:50:38	038	1.640	14.0	0.0006	0.0042	0.0130	0.0045	0.0045	0.0035
5h - A	3:51:38	039	-0.407	17.2	0.0006	-0.0036	0.0132	-0.0030	-0.0043	-0.0036
5h - F	3:53:22	040	-0.572	14.6	0.0006	-0.0043	0.0132	-0.0048	-0.0036	-0.0045
5h - C	3:55:26	041	-0.426	10.8	0.0004	-0.0037	0.0135	-0.0038	-0.0040	-0.0033
7h - A	3:56:44	042	-0.946	6.9	0.0004	-0.0057	0.0137	-0.0056	-0.0053	-0.0061
7h - F	3:57:32	043	-1.004	14.0	0.0008	-0.0059	0.0141	-0.0059	-0.0067	-0.0051
7h - C	3:58:26	044	-1.031	5.0	0.0003	-0.0060	0.0144	-0.0060	-0.0057	-0.0063
9h - A	3:59:36	045	-1.204	9.5	0.0006	-0.0067	0.0132	-0.0073	-0.0066	-0.0061
9h - F	4:00:24	046	-1.159	9.9	0.0006	-0.0065	0.0138	-0.0068	-0.0069	-0.0058
9h - C	4:01:10	047	-1.125	1.4	0.0001	-0.0064	0.0139	-0.0065	-0.0063	-0.0063
12h - A	4:02:52	048	-1.282	6.4	0.0004	-0.0070	0.0136	-0.0065	-0.0074	-0.0069
12h - F	4:06:02	049	-1.318	1.6	0.0001	-0.0071	0.0142	-0.0070	-0.0070	-0.0072
12h - C	4:06:46	050	-1.197	7.9	0.0005	-0.0066	0.0142	-0.0067	-0.0071	-0.0061
CAL: CAL ZERO										
	4:08:10	CAL	0.000	1.4	0.0001	-0.0081	0.0146	-0.0082	-0.0082	-0.0080
CAL: Reslope										
	4:09:40	CAL	10.000	1.8	0.0005	0.0261	0.0152	0.0258	0.0259	0.0267
Teste 10,0 ppm	4:10:30	051	10.117	1.0	0.0003	0.0266	0.0150	0.0265	0.0269	0.0265
15h - A	4:12:16	052	-0.191	10.8	0.0007	-0.0067	0.0144	-0.0058	-0.0072	-0.0069
15h - F	4:14:04	053	-0.163	9.0	0.0006	-0.0066	0.0149	-0.0065	-0.0060	-0.0072
15h - C	4:15:10	054	-0.228	8.8	0.0006	-0.0068	0.0147	-0.0075	-0.0063	-0.0066
18h - A	4:16:10	055	-0.170	4.9	0.0003	-0.0066	0.0148	-0.0069	-0.0063	-0.0066
18h - F	4:16:34	056	-0.105	8.3	0.0005	-0.0064	0.0149	-0.0060	-0.0070	-0.0061
18h - C	4:17:20	057	-0.195	10.1	0.0007	-0.0067	0.0152	-0.0073	-0.0067	-0.0060
21h - A	4:18:14	058	-0.436	10.7	0.0008	-0.0075	0.0152	-0.0083	-0.0074	-0.0067
21h - F	4:18:52	059	-0.273	4.9	0.0003	-0.0069	0.0147	-0.0065	-0.0072	-0.0071
21h - C	4:19:30	060	-0.058	10.5	0.0007	-0.0062	0.0149	-0.0067	-0.0065	-0.0055
24h - A	4:23:56	061	-0.197	8.6	0.0006	-0.0067	0.0158	-0.0073	-0.0062	-0.0065
24h - F	4:25:06	062	-0.163	7.5	0.0005	-0.0066	0.0151	-0.0068	-0.0060	-0.0069
24h - C	4:26:50	063	-0.184	4.8	0.0003	-0.0066	0.0157	-0.0064	-0.0070	-0.0066

Cu (Flame) - analysis time to date: 79minutes  
Worksheet Saved

Analysis paused 4:27:30 PM 9/27/2017 - analysis time to date: 79minutes  
Worksheet Saved

Worksheet closed 4:27:38 PM 9/27/2017  
Worksheet opened 12:01:36 PM 11/10/2017

Worksheet renamed:  
Old Name:Henr m3 Cu 29-09  
Name: Henr m3 Cu 26-09  
Analyst:  
Comments:

Worksheet created 4:20:38 PM 11/30/2017

Worksheet details:

Name: Henrique Cobre 30-11-17 rep  
 Analyst:  
 Comments:

Optimize stopped 4:24:22 PM 11/30/2017  
 Optimize started [Cu ] 4:24:24 PM 11/30/2017  
 F9317: Low HC lamp energy  
 F9329: No Peak Detected  
 Optimize stopped 4:24:56 PM 11/30/2017  
 Optimize started [Cu ] 4:25:04 PM 11/30/2017  
 F9317: Low HC lamp energy  
 F9329: No Peak Detected  
 Optimize stopped 4:25:32 PM 11/30/2017  
 Optimize started [Cu ] 4:26:14 PM 11/30/2017  
 Optimize stopped 4:26:40 PM 11/30/2017  
 Worksheet Saved  
 Analysis started 4:29:26 PM 11/30/2017 (AA Online)

Method: Cu (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:217.9 nm, Slit Width:0.2 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background Correction:BC On

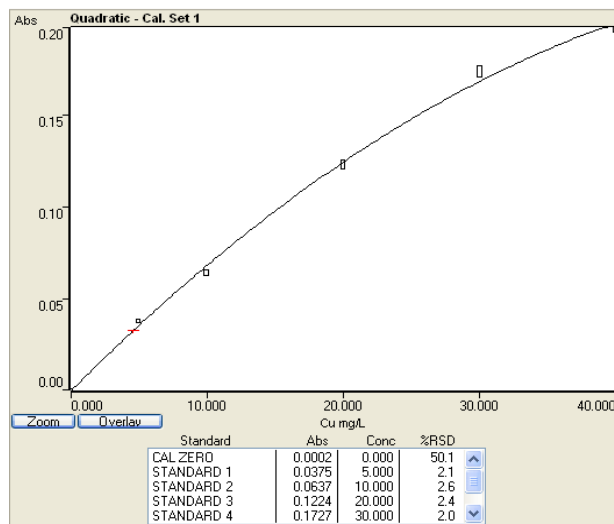
Measurement settings:

Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  
 Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

Flame settings:

Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min  
 Burner Height: 0.0 mm  
 Instrument Zero [Postread=0.0004Abs, Gain=71%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
4:30:26 PM	CAL ZERO	0.000	50.1	0.0001	0.0002	-0.0014	0.0004	0.0002	0.0002
4:31:00 PM	CAL 1	5.000	2.1	0.0008	0.0375	-0.0018	0.0383	0.0367	0.0374
4:31:42 PM	CAL 2	10.000	2.6	0.0017	0.0637	-0.0011	0.0640	0.0619	0.0652
4:32:24 PM	CAL 3	20.000	2.4	0.0029	0.1224	-0.0003	0.1206	0.1209	0.1257
4:33:06 PM	CAL 4	30.000	2.0	0.0034	0.1727	0.0017	0.1742	0.1689	0.1751
4:33:42 PM	CAL 5	40.000	1.8	0.0035	0.1973	0.0025	0.2013	0.1952	0.1954



**Experimento Cu<sup>2+</sup>, M3 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Teste 4,5 ppm	4:34:36	001	4.603	3.7	0.0012	0.0325	0.0003	0.0316	0.0339	0.0321
1h - A	4:35:58	002	25.178	1.6	0.0024	0.1482	0.0023	0.1481	0.1507	0.1459
1h - F	4:36:36	003	17.767	2.9	0.0032	0.1125	0.0011	0.1095	0.1159	0.1121
1h - C	4:37:06	004	25.119	2.4	0.0035	0.1479	0.0027	0.1472	0.1518	0.1449
3h - A	4:38:44	005	8.962	1.5	0.0009	0.0613	0.0011	0.0622	0.0604	0.0614
3h - F	4:39:24	006	7.801	2.1	0.0011	0.0539	0.0004	0.0542	0.0548	0.0526
3h - C	4:39:56	007	9.878	1.7	0.0011	0.0671	-0.0002	0.0673	0.0659	0.0681
5h - A	4:40:44	008	5.159	5.7	0.0021	0.0363	0.0010	0.0354	0.0387	0.0349
5h - F	4:42:28	009	4.456	3.2	0.0010	0.0315	0.0004	0.0318	0.0304	0.0324
5h - C	4:43:28	010	4.651	3.9	0.0013	0.0328	0.0014	0.0319	0.0343	0.0323
7h - A	4:45:26	011	3.335	4.6	0.0011	0.0237	0.0014	0.0229	0.0232	0.0249
7h - F	4:46:32	012	2.623	3.1	0.0006	0.0186	0.0011	0.0188	0.0180	0.0192
7h - C	4:47:06	013	2.808	5.7	0.0011	0.0200	0.0014	0.0189	0.0212	0.0199
9h - A	4:48:16	014	2.633	9.4	0.0018	0.0187	0.0012	0.0172	0.0206	0.0183
9h - F	4:49:22	015	1.921	1.3	0.0002	0.0136	0.0012	0.0137	0.0138	0.0134
9h - C	4:50:18	016	2.165	5.5	0.0009	0.0154	0.0012	0.0146	0.0163	0.0153
12h - A	4:51:06	017	1.989	7.2	0.0010	0.0141	0.0012	0.0152	0.0140	0.0131
12h - F	4:51:42	018	1.853	4.8	0.0006	0.0132	0.0016	0.0135	0.0135	0.0124
12h - C	4:52:24	019	1.716	7.9	0.0010	0.0121	0.0008	0.0126	0.0128	0.0110
15h - A	4:53:08	020	2.019	5.7	0.0008	0.0143	0.0007	0.0153	0.0138	0.0139
15h - F	4:53:46	021	1.424	4.4	0.0004	0.0100	0.0015	0.0097	0.0097	0.0105
15h - C	4:54:12	022	2.116	2.4	0.0004	0.0150	0.0013	0.0148	0.0149	0.0154
18h - A	4:54:50	023	1.950	6.4	0.0009	0.0139	0.0010	0.0130	0.0139	0.0147
18h - F	4:55:20	024	1.931	7.0	0.0010	0.0137	0.0008	0.0135	0.0147	0.0129
18h - C	4:55:52	025	2.048	2.0	0.0003	0.0145	0.0007	0.0149	0.0144	0.0144
21h - A	4:56:54	026	1.248	9.8	0.0009	0.0088	-0.0007	0.0078	0.0095	0.0089
21h - F	4:57:32	027	1.911	3.1	0.0004	0.0136	-0.0032	0.0137	0.0131	0.0139
21h - C	4:58:24	028	1.658	2.7	0.0003	0.0117	-0.0078	0.0121	0.0115	0.0116
24h - A	4:59:02	029	0.956	11.1	0.0007	0.0066	-0.0060	0.0066	0.0074	0.0059
<p>F9919: Low oxidant pressure  30: Sample 030  4:59:02 PM 11/30/2017</p> <p>Cu (Flame) - analysis time to date: 33minutes  Worksheet Saved</p> <p>Analysis stopped 5:03:18 PM 11/30/2017 - analysis time to date: 33minutes  Optimize stopped 5:03:56 PM 11/30/2017  Optimize started [Cu ] 5:03:58 PM 11/30/2017  Worksheet Saved</p> <p>(AA Online)  Method: Cu (Flame)  Instrument settings:  Wavelength:217.9 nm, Slit Width:0.2 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background Correction:BC On</p> <p>Measurement settings:  Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point  Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s</p> <p>Flame settings:  Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min  Burner Height: 0.0 mm  Instrument Zero [Postread=-0.0009Abs, Gain=70%]</p>										
24h - F	5:06:08	030	1.258m	15.1	0.0013	0.0088	-0.0003	0.0098	0.0073	0.0093
24h - C	5:07:16	031	1.092m	4.2	0.0003	0.0076	-0.0003	0.0080	0.0074	0.0075

**Experimento Cu<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, m2 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	5:16:08	033	20.517m	0.6	0.0007	0.1265	0.0043	0.1270	0.1268	0.1257
1h - F	5:16:54	034	16.616m	1.7	0.0018	0.1063	0.0036	0.1072	0.1042	0.1075
1h - C	5:17:52	035	20.166m	1.9	0.0024	0.1248	0.0037	0.1244	0.1227	0.1274
3h - A	5:18:54	036	9.771m	3.5	0.0023	0.0664	0.0028	0.0676	0.0679	0.0637
3h - F	5:19:40	037	7.713m	4.0	0.0022	0.0533	0.0024	0.0521	0.0521	0.0558
3h - C	5:20:14	038	9.361m	2.9	0.0018	0.0639	0.0026	0.0620	0.0656	0.0640
5h - A	5:20:52	039	5.510m	4.6	0.0018	0.0387	0.0019	0.0369	0.0405	0.0387
5h - F	5:21:32	040	4.778m	2.8	0.0009	0.0337	0.0016	0.0326	0.0341	0.0343
5h - C	5:22:10	041	5.461m	3.9	0.0015	0.0384	0.0016	0.0370	0.0382	0.0399
7h - A	5:22:44	042	3.218m	0.8	0.0002	0.0229	0.0024	0.0228	0.0231	0.0228
7h - F	5:23:32	043	2.906m	6.0	0.0012	0.0206	0.0018	0.0215	0.0192	0.0212
7h - C	5:24:08	044	3.130m	1.0	0.0002	0.0222	0.0029	0.0220	0.0224	0.0223
9h - A	5:24:52	045	2.184m	3.3	0.0005	0.0155	0.0021	0.0154	0.0150	0.0160
9h - F	5:25:40	046	2.067m	11.6	0.0017	0.0146	0.0021	0.0144	0.0164	0.0131
9h - C	5:26:34	047	1.931m	7.0	0.0010	0.0137	0.0021	0.0138	0.0145	0.0127
12h - A	5:27:28	048	1.755m	7.7	0.0010	0.0124	0.0027	0.0121	0.0135	0.0117
12h - F	5:28:12	049	1.629m	10.2	0.0012	0.0115	0.0021	0.0102	0.0122	0.0122
12h - C	5:29:54	050	1.580m	4.8	0.0005	0.0111	0.0012	0.0117	0.0109	0.0107
15h - A	5:30:34	051	1.219m	6.2	0.0005	0.0085	0.0008	0.0084	0.0081	0.0091
15h - F	5:31:04	052	1.248m	11.3	0.0010	0.0087	0.0016	0.0090	0.0076	0.0095
15h - C	5:32:02	053	1.317m	5.8	0.0005	0.0092	0.0031	0.0087	0.0098	0.0093
18h - A	5:32:54	054	1.151m	5.5	0.0004	0.0080	0.0018	0.0079	0.0076	0.0085
18h - F	5:33:24	055	1.287m	9.4	0.0008	0.0090	0.0018	0.0080	0.0094	0.0096
18h - C	5:34:08	056	1.180m	2.3	0.0002	0.0082	0.0025	0.0080	0.0083	0.0083
21h - A	5:35:06	057	1.229m	7.4	0.0006	0.0086	0.0027	0.0093	0.0083	0.0081
21h - F	5:35:54	058	1.190m	6.7	0.0006	0.0084	0.0027	0.0077	0.0087	0.0087
21h - C	5:37:36	059	1.317m	5.3	0.0005	0.0092	0.0031	0.0098	0.0088	0.0091
24h - A	5:38:22	060	1.385m	8.3	0.0008	0.0097	0.0028	0.0098	0.0089	0.0105
24h - F	5:39:02	061	0.819m	10.2	0.0006	0.0056	0.0021	0.0062	0.0050	0.0057
24h - C	5:39:50	062	0.878m	8.3	0.0005	0.0060	0.0025	0.0060	0.0066	0.0056

**Experimento Cu<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, M3 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1h - A	5:49:32	063	12.248m	2.3	0.0018	0.0816	0.0046	0.0821	0.0795	0.0831
1h - F	5:50:10	064	8.737m	3.1	0.0018	0.0599	0.0029	0.0619	0.0584	0.0593
1h - C	5:51:12	065	12.014m	1.9	0.0015	0.0801	0.0039	0.0784	0.0813	0.0807
3h - A	5:52:00	066	3.433m	1.6	0.0004	0.0244	0.0038	0.0248	0.0245	0.0240
3h - F	5:52:48	067	2.769m	2.2	0.0004	0.0197	0.0028	0.0198	0.0192	0.0201
3h - C	5:54:26	068	2.896m	7.0	0.0014	0.0206	0.0036	0.0199	0.0222	0.0196
5h - A	5:55:12	069	1.824m	7.7	0.0010	0.0129	0.0019	0.0136	0.0118	0.0134
5h - F	5:55:40	070	1.580m	6.6	0.0007	0.0111	0.0023	0.0118	0.0104	0.0112
5h - C	5:56:12	071	1.560m	7.7	0.0008	0.0110	0.0021	0.0106	0.0105	0.0120
7h - A	5:57:00	072	1.151m	9.7	0.0008	0.0080	0.0031	0.0089	0.0076	0.0076
7h - F	5:57:34	073	1.229m	3.1	0.0003	0.0086	0.0017	0.0088	0.0086	0.0083
7h - C	5:58:08	074	1.151m	2.8	0.0002	0.0080	0.0016	0.0082	0.0077	0.0080
9h - A	5:58:58	075	0.819m	17.9	0.0010	0.0056	0.0021	0.0047	0.0067	0.0055
9h - F	5:59:32	076	0.936m	5.3	0.0003	0.0065	0.0022	0.0069	0.0064	0.0062
9h - C	6:00:04	077	0.917m	3.1	0.0002	0.0063	0.0017	0.0064	0.0060	0.0064
12h - A	6:00:38	078	0.683m	22.9	0.0010	0.0046	0.0030	0.0055	0.0048	0.0034
12h - F	6:01:22	079	0.897m	11.8	0.0007	0.0062	0.0013	0.0070	0.0058	0.0056
12h - C	6:02:18	080	0.800m	13.4	0.0007	0.0055	0.0020	0.0058	0.0046	0.0060
15h - A	6:03:28	081	0.858m	4.6	0.0003	0.0059	0.0014	0.0060	0.0056	0.0060
15h - F	6:03:58	082	0.926m	2.2	0.0001	0.0064	0.0023	0.0063	0.0063	0.0066
15h - C	6:04:38	083	0.917m	2.3	0.0001	0.0063	0.0016	0.0065	0.0062	0.0063
18h - A	6:05:18	084	0.673m	10.2	0.0005	0.0045	0.0018	0.0040	0.0046	0.0049
18h - F	6:05:50	085	0.800m	17.7	0.0010	0.0055	0.0025	0.0051	0.0066	0.0047
18h - C	6:06:26	086	0.780m	11.8	0.0006	0.0053	0.0013	0.0049	0.0050	0.0060
18h - A	6:05:18	084	0.673m	10.2	0.0005	0.0045	0.0018	0.0040	0.0046	0.0049
18h - F	6:05:50	085	0.800m	17.7	0.0010	0.0055	0.0025	0.0051	0.0066	0.0047
18h - C	6:06:26	086	0.780m	11.8	0.0006	0.0053	0.0013	0.0049	0.0050	0.0060
21h - A	6:07:06	087	0.400m	15.1	0.0004	0.0025	0.0057	0.0029	0.0021	0.0025
21h - F	6:07:48	088	0.780m	6.4	0.0003	0.0053	0.0028	0.0055	0.0049	0.0055
21h - C	6:08:26	089	0.712m	7.9	0.0004	0.0048	0.0018	0.0049	0.0052	0.0044
24h - A	6:09:00	090	0.731m	1.3	0.0001	0.0050	0.0025	0.0049	0.0050	0.0049
24h - F	6:09:42	091	0.897m	15.7	0.0010	0.0062	0.0019	0.0056	0.0073	0.0057
24h - C	6:10:18	092	0.800m	3.8	0.0002	0.0055	0.0019	0.0053	0.0057	0.0054

Worksheet Saved

Worksheet renamed:

Old Name: Henrique Cobre 30-11-17 rep

Name: Henrique Cobre 30-11-17 rep 01

Analyst:

Comments:

Worksheet Saved

Cu (Flame) - analysis time to date: 99minutes

Worksheet Saved

Worksheet READ mode off 6:11:40 PM 11/30/2017 - analysis time to date: 99 minutes

Worksheet closed 6:11:44 PM 11/30/2017

**1.3 Resultados para os cátions de chumbo.**

Worksheet created 9:48:16 PM 7/12/2017

Worksheet details:

Name: Henrique pb 12-07-2017 pad gel

Analyst: Henrique César da Silva, Rodrigo Vieira, Kepler Borges França.

Optimize stopped 9:50:46 PM 7/12/2017

Optimize started [Pb] 9:55:38 PM 7/12/2017

Worksheet Saved

Analysis started 9:55:42 PM 7/12/2017 (AA Online)

Method: Pb (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:283.3 nm, Slit Width:0.5 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background Correction:BC On

Measurement settings:

Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point

Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

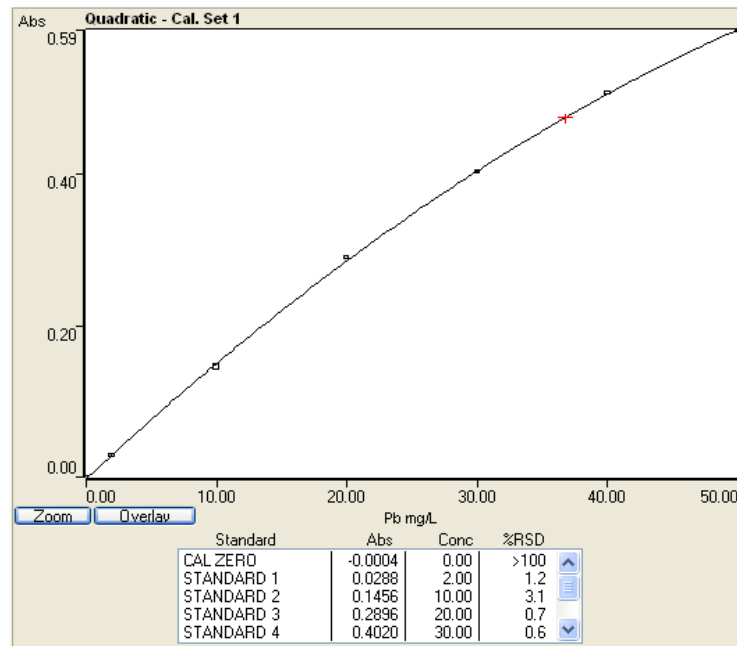
Flame settings:

Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min

Burner Height: 0.0 mm

Instrument Zero [Postread=0.0013Abs, Gain=41%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
9:56:48 PM	CAL ZERO	0.00	>100	0.0004	-0.0004	-0.0003			
9:57:34 PM	CAL 1	2.00	1.2	0.0004	0.0288	-0.0003	0.0290	0.0284	0.0291
9:58:38 PM	CAL 2	10.00	3.1	0.0046	0.1456	0.0004	0.1480	0.1485	0.1404
9:59:28 PM	CAL 3	20.00	0.7	0.0021	0.2896	0.0012	0.2884	0.2920	0.2883
10:00:22 PM	CAL 4	30.00	0.6	0.0024	0.4020	0.0019	0.3993	0.4028	0.4038
10:01:16 PM	CAL 5	40.00	0.6	0.0028	0.5060	0.0025	0.5082	0.5028	0.5071
10:01:58 PM	CAL 6	50.00	0.4	0.0023	0.5897	0.0027	0.5886	0.5924	0.5882



Experimento Pb<sup>2+</sup>, M2 - 1ª Batelada

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Teste 35,0 ppm	10:03:02	001	36.71	1.5	0.0070	0.4738	0.0026	0.4675	0.4726	0.4813
Teste 15,0 ppm	10:04:18	002	15.38	0.9	0.0020	0.2249	0.0012	0.2240	0.2272	0.2234
Teste 5,0 ppm	10:05:56	003	5.23	1.3	0.0010	0.0793	0.0002	0.0801	0.0796	0.0782
Teste 1,0 ppm	10:16:16	010	1.00	1.3	0.0002	0.0136	0.0004	0.0135	0.0138	0.0135
Teste 4,0 ppm	10:18:00	011	4.11	3.0	0.0019	0.0623	0.0009	0.0621	0.0643	0.0606
Teste 10,0 ppm	10:19:52	012	10.17	1.6	0.0024	0.1523	0.0017	0.1521	0.1549	0.1500
1 h - A	10:25:28	013	6.92	0.4	0.0004	0.1048	0.0015	0.1046	0.1045	0.1053
1 h - F	10:31:58	015	3.12	1.2	0.0005	0.0469	0.0016	0.0463	0.0474	0.0470
1 h - C	10:33:30	016	6.11	0.6	0.0005	0.0927	0.0015	0.0932	0.0926	0.0922
3 h - A	10:34:48	017	1.28	1.5	0.0003	0.0180	0.0013	0.0178	0.0181	0.0183
3 h - F	10:35:42	018	1.13	0.5	0.0001	0.0157	0.0013	0.0157	0.0156	0.0158
3 h - C	10:36:32	019	1.32	1.1	0.0002	0.0187	0.0013	0.0187	0.0189	0.0185
5 h - A	10:37:22	020	1.08	1.9	0.0003	0.0149	0.0014	0.0146	0.0150	0.0151
5 h - F	10:38:06	021	1.02	1.6	0.0002	0.0140	0.0014	0.0142	0.0138	0.0139
5 h - C	10:39:12	022	1.15	1.9	0.0003	0.0160	0.0014	0.0157	0.0160	0.0163
7 h - A	10:39:56	023	1.15	1.4	0.0002	0.0160	0.0014	0.0162	0.0161	0.0157
7 h - F	10:41:16	024	1.04	1.6	0.0002	0.0143	0.0014	0.0143	0.0145	0.0141
7 h - C	10:42:22	025	1.25	0.2	0.0000	0.0176	0.0015	0.0176	0.0176	0.0176
7 h - C	10:43:02	026	1.24	2.6	0.0004	0.0174	0.0015	0.0177	0.0169	0.0176
9 h - A	10:43:38	027	1.21	2.3	0.0004	0.0169	0.0016	0.0173	0.0169	0.0165
9 h - F	10:44:26	028	1.14	2.1	0.0003	0.0159	0.0015	0.0158	0.0157	0.0163
9 h - C	10:45:10	029	1.25	2.9	0.0005	0.0176	0.0017	0.0170	0.0178	0.0179
12 h - A	10:45:54	030	1.35	0.9	0.0002	0.0191	0.0016	0.0190	0.0193	0.0191
12 h - F	10:46:40	031	1.28	1.3	0.0002	0.0181	0.0017	0.0183	0.0178	0.0181
12 h - C	10:48:04	032	1.36	1.5	0.0003	0.0194	0.0015	0.0192	0.0197	0.0192
15 h - A	10:48:44	033	1.54	1.6	0.0003	0.0222	0.0012	0.0223	0.0218	0.0225
15 h - F	10:49:46	034	1.39	1.7	0.0003	0.0199	0.0013	0.0197	0.0203	0.0196
15 h - C	10:50:46	035	1.50	0.8	0.0002	0.0215	0.0013	0.0213	0.0216	0.0216
18 h - A	10:52:06	036	1.66	1.9	0.0005	0.0240	0.0013	0.0245	0.0237	0.0238
18 h - F	10:54:14	037	1.58	1.3	0.0003	0.0228	0.0013	0.0226	0.0227	0.0232
18 h - C	10:55:10	038	1.63	2.3	0.0005	0.0236	0.0015	0.0230	0.0240	0.0238
21 h - A	10:55:48	039	1.74	1.4	0.0003	0.0254	0.0015	0.0254	0.0250	0.0257
21 h - F	10:56:56	040	1.69	1.8	0.0005	0.0246	0.0014	0.0244	0.0243	0.0251
21 h - C	10:57:44	041	1.75	2.1	0.0005	0.0256	0.0015	0.0260	0.0250	0.0258
24 h - A	11:03:16	042	1.89	0.9	0.0002	0.0278	0.0018	0.0279	0.0279	0.0275
24 h - F	11:04:56	043	1.75	1.1	0.0003	0.0255	0.0017	0.0258	0.0252	0.0256
24 h - C	11:05:52	044	1.78	2.1	0.0005	0.0260	0.0018	0.0261	0.0254	0.0264

**Experimento Pb<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, m2 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Sol mãe	6:21:30	001	37.39	0.8	0.0026	0.3294	0.0026	0.3299	0.3266	0.3317
1 h - A	6:22:40	002	18.37	0.3	0.0005	0.1667	0.0016	0.1662	0.1672	0.1667
1 h - F	6:23:36	003	13.96	0.6	0.0008	0.1275	0.0015	0.1270	0.1284	0.1270
1 h - C	6:24:42	004	18.30	0.5	0.0008	0.1660	0.0018	0.1669	0.1652	0.1659
3 h - A	6:25:24	005	7.53	1.2	0.0008	0.0695	0.0014	0.0689	0.0690	0.0704
3 h - F	6:26:18	006	6.04	0.6	0.0003	0.0558	0.0016	0.0557	0.0556	0.0562
3 h - C	6:26:58	007	7.69	0.4	0.0003	0.0709	0.0013	0.0709	0.0711	0.0706
5 h - A	6:27:42	008	3.91	1.0	0.0004	0.0362	0.0014	0.0359	0.0366	0.0362
5 h - F	6:28:38	009	3.27	2.0	0.0006	0.0304	0.0014	0.0305	0.0309	0.0297
5 h - C	6:29:20	010	3.97	0.5	0.0002	0.0368	0.0013	0.0369	0.0368	0.0366
7 h - A	6:30:00	011	2.17	0.3	0.0001	0.0202	0.0015	0.0202	0.0201	0.0202
7 h - F	6:30:40	012	1.90	1.0	0.0002	0.0177	0.0016	0.0178	0.0175	0.0177
7 h - C	6:31:20	013	2.14	1.1	0.0002	0.0198	0.0016	0.0199	0.0196	0.0200
9 h - A	6:32:22	014	1.49	1.5	0.0002	0.0139	0.0017	0.0136	0.0139	0.0141
9 h - F	6:33:08	015	1.37	1.9	0.0002	0.0127	0.0017	0.0130	0.0125	0.0127
9 h - C	6:33:40	016	1.48	0.9	0.0001	0.0137	0.0015	0.0136	0.0139	0.0137
12 h - A	6:34:30	017	1.16	1.2	0.0001	0.0109	0.0018	0.0109	0.0107	0.0110
12 h - F	6:35:16	018	1.11	2.4	0.0003	0.0104	0.0019	0.0101	0.0105	0.0105
12 h - C	6:36:12	019	1.12	1.3	0.0001	0.0105	0.0020	0.0107	0.0105	0.0104
15 h - A	6:36:58	020	1.02	4.2	0.0004	0.0095	0.0022	0.0096	0.0091	0.0099
15 h - F	6:37:38	021	1.05	2.3	0.0002	0.0098	0.0020	0.0099	0.0096	0.0100
15 h - C	6:38:20	022	1.04	0.5	0.0000	0.0097	0.0020	0.0097	0.0097	0.0098
18 h - A	6:39:18	023	0.92	1.7	0.0001	0.0085	0.0025	0.0086	0.0083	0.0085
18 h - F	6:40:00	024	0.90	1.4	0.0001	0.0084	0.0022	0.0085	0.0083	0.0085
18 h - C	6:40:46	025	0.87	3.8	0.0003	0.0081	0.0025	0.0078	0.0081	0.0085
21 h - A	6:41:42	026	0.83	2.8	0.0002	0.0077	0.0026	0.0077	0.0075	0.0079
21 h - F	6:42:26	027	0.82	3.6	0.0003	0.0076	0.0028	0.0073	0.0078	0.0078
21 h - C	6:43:02	028	0.83	2.3	0.0002	0.0077	0.0027	0.0076	0.0079	0.0077
24 h - A	6:45:28	029	0.83	1.5	0.0001	0.0078	0.0031	0.0079	0.0077	0.0078
24 h - F	6:46:30	030	0.79	2.5	0.0002	0.0074	0.0032	0.0075	0.0072	0.0074
24 h - C	6:47:12	031	0.84	2.9	0.0002	0.0079	0.0032	0.0077	0.0079	0.0081



**Experimento Pb<sup>2+</sup>, M3 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
	CAL: CAL ZERO									
	7:09:12	CAL	0.00	10.2	0.0003	0.0030	0.0064	0.0026	0.0032	0.0030
	CAL: Reslope [20.00]									
	7:12:18	CAL	20.00	0.6	0.0010	0.1732	0.0074	0.1722	0.1742	0.1732
Sol mãe	7:13:50	051	52.92 (Dil 1:2) 105,84	0.4	0.0015	0.4186	0.0088	0.4176	0.4203	0.4177
1 h - A	7:17:56	052	1.90	1.4	0.0003	0.0183	0.0070	0.0180	0.0183	0.0185
1 h - F	7:19:10	053	0.56	3.1	0.0002	0.0071	0.0069	0.0073	0.0070	0.0069
1 h - C	7:20:20	054	1.80	0.5	0.0001	0.0173	0.0071	0.0172	0.0174	0.0174
2 h - A	7:21:22	055	0.69	2.4	0.0002	0.0082	0.0071	0.0080	0.0084	0.0083
2 h - F	7:21:52	056	0.64	3.2	0.0002	0.0078	0.0071	0.0079	0.0075	0.0080
2 h - C	7:22:32	057	0.38	4.0	0.0002	0.0057	0.0075	0.0058	0.0058	0.0054
3 h - A	7:25:10	058	0.54	7.8	0.0005	0.0069	0.0078	0.0073	0.0063	0.0072
3 h - F	7:26:04	059	0.39	0.4	0.0000	0.0057	0.0077	0.0057	0.0057	0.0057
3 h - C	7:26:40	060	0.51	5.2	0.0003	0.0066	0.0079	0.0064	0.0065	0.0070
4 h - A	7:27:20	061	0.57	3.3	0.0002	0.0072	0.0078	0.0070	0.0074	0.0071
4 h - F	7:28:20	062	0.41	3.1	0.0002	0.0058	0.0081	0.0056	0.0059	0.0059
4 h - C	7:29:02	063	0.51	2.0	0.0001	0.0066	0.0080	0.0066	0.0066	0.0068
5 h - A	7:29:40	064	0.60	2.6	0.0002	0.0074	0.0082	0.0072	0.0075	0.0074
5 h - F	7:30:34	065	0.44	0.1	0.0000	0.0060	0.0081	0.0060	0.0060	0.0060
5 h - C	7:31:10	066	0.55	4.6	0.0003	0.0069	0.0083	0.0071	0.0071	0.0066
6 h - A	7:32:26	067	0.59	1.2	0.0001	0.0074	0.0085	0.0073	0.0073	0.0074
6 h - F	7:32:56	068	0.47	4.4	0.0003	0.0063	0.0082	0.0061	0.0066	0.0062
6 h - C	7:33:46	069	0.55	2.0	0.0001	0.0070	0.0088	0.0072	0.0069	0.0070
7 h - A	7:34:42	071	0.61	1.3	0.0001	0.0075	0.0086	0.0076	0.0074	0.0075
7 h - F	7:35:22	072	0.50	2.2	0.0001	0.0067	0.0087	0.0066	0.0066	0.0068
7 h - C	7:36:10	073	0.57	1.8	0.0001	0.0072	0.0088	0.0071	0.0074	0.0072
9 h - A	1:47:32	091	0.48	2.4	0.0002	0.0064	0.0119	0.0064	0.0066	0.0063
9 h - F	1:48:24	092	0.52	4.4	0.0003	0.0068	0.0111	0.0068	0.0065	0.0071
9 h - C	1:49:04	093	0.60	4.2	0.0003	0.0074	0.0118	0.0070	0.0075	0.0076
12 h - A	1:55:34	094	0.61	3.3	0.0002	0.0075	0.0121	0.0073	0.0074	0.0078
12 h - F	1:56:20	095	0.51	4.0	0.0003	0.0067	0.0125	0.0069	0.0068	0.0064
12 h - C	1:57:04	096	0.49	2.1	0.0001	0.0066	0.0121	0.0064	0.0067	0.0066
15 h - A	2:27:38	032	0.80	7.2	0.0005	0.0075	-0.0001	0.0081	0.0075	0.0070
15 h - F	2:28:38	033	0.95	8.5	0.0008	0.0097	-0.0001	0.0092	0.0094	0.0107
15 h - C	2:29:22	034	0.92	6.7	0.0006	0.0093	0.0000	0.0086	0.0095	0.0098
18 h - A	2:30:38	035	0.67	5.6	0.0003	0.0057	0.0000	0.0054	0.0056	0.0061
18 h - F	2:31:54	036	0.64	1.5	0.0001	0.0054	0.0000	0.0053	0.0053	0.0055
18 h - C	2:32:54	037	0.65	7.9	0.0004	0.0055	-0.0004	0.0054	0.0060	0.0052
21 h - A	2:33:56	038	0.55	6.5	0.0003	0.0041	-0.0003	0.0038	0.0043	0.0041
21 h - F	2:35:12	039	0.69	0.1	0.0000	0.0060	-0.0007	0.0060	0.0060	0.0060
21 h - C	2:36:04	040	0.56	22.1	0.0009	0.0042	-0.0006	0.0052	0.0033	0.0042
24 h - A	2:37:20	041	0.84	7.4	0.0006	0.0082	-0.0008	0.0075	0.0086	0.0084
24 h - F	2:38:02	042	0.61	8.1	0.0004	0.0049	-0.0006	0.0050	0.0053	0.0045
24 h - C	2:38:42	043	0.85	4.4	0.0004	0.0083	-0.0002	0.0080	0.0082	0.0087

**Experimento Pb<sup>2+</sup>, M2 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1 h - A	7:56:48	079	6.59	0.5	0.0003	0.0571	0.0108	0.0569	0.0569	0.0574
1 h - F	7:57:58	080	2.59	0.6	0.0001	0.0240	0.0105	0.0239	0.0239	0.0242
1 h - C	7:59:10	081	5.69	0.9	0.0004	0.0496	0.0106	0.0501	0.0492	0.0496
3 h - A	8:00:44	006	1.17	2.3	0.0009	0.0396	0.0051	0.0385	0.0399	0.0403
3 h - F	8:01:32	083	0.54	1.8	0.0001	0.0069	0.0104	0.0070	0.0069	0.0068
3 h - C	8:02:54	084	0.63	1.4	0.0001	0.0077	0.0113	0.0076	0.0078	0.0077
5 h - A	8:04:02	085	0.80	2.1	0.0007	0.0316	0.0050	0.0324	0.0311	0.0315
5 h - F	8:04:58	086	0.50	0.1	0.0000	0.0253	0.0034	0.0253	0.0253	0.0253
5 h - C	8:05:36	087	0.59	2.7	0.0007	0.0274	0.0036	0.0282	0.0272	0.0268
7 h - A	8:06:22	088	0.75	1.9	0.0006	0.0307	0.0049	0.0311	0.0308	0.0300
7 h - F	8:07:00	089	0.51	0.5	0.0001	0.0256	0.0030	0.0257	0.0255	0.0255
7 h - C	8:07:50	090	0.67	1.8	0.0005	0.0291	0.0031	0.0296	0.0286	0.0290
9 h - A	8:09:22	014	0.80	7.0	0.0005	0.0076	0.0015	0.0078	0.0070	0.0080
9 h - F	8:10:16	015	0.88	8.7	0.0008	0.0087	0.0074	0.0093	0.0079	0.0089
9 h - C	8:10:57	016	0.80	4.2	0.0003	0.0076	0.0152	0.0079	0.0076	0.0072
12 h - A	8:11:22	017	0.90	8.9	0.0008	0.0090	0.0020	0.0097	0.0092	0.0081
12 h - F	8:12:12	018	1.17	2.9	0.0004	0.0127	-0.0013	0.0123	0.0131	0.0128
12 h - C	8:13:00	019	1.00	4.1	0.0004	0.0103	-0.0020	0.0106	0.0106	0.0099
8:13:00 AM 7/27/2017 Pb (Flame) - analysis time to date: 126minute Worksheet Saved										
Analysis stopped 8:16:32 AM 7/27/2017 - analysis time to date: 126minutes Worksheet Saved										
Optimize stopped 8:32:08 AM 7/27/2017										
Optimize started [Pb ] 8:32:10 AM 7/27/2017										
Optimize stopped 8:32:26 AM 7/27/2017 Worksheet Saved Worksheet closed 9:00:36 AM 7/27/2017 Worksheet opened 8:49:44 PM 7/27/2017 Worksheet closed 8:49:50 PM 7/27/2017 Worksheet opened 12:11:36 PM 11/3/2017 Worksheet closed 12:12:18 PM 11/3/2017										
15 h - A	2:27:38	020	1.10	1.2	0.0001	0.0118	-0.0018	0.0119	0.0116	0.0118
15 h - F	2:28:38	021	1.05	10.9	0.0012	0.0110	-0.0026	0.0123	0.0106	0.0100
15 h - C	2:29:22	022	1.11	2.8	0.0003	0.0119	-0.0028	0.0122	0.0116	0.0118
18 h - A	2:30:38	023	0.97	3.7	0.0004	0.0101	-0.0032	0.0101	0.0097	0.0104
18 h - F	2:31:54	024	1.12	7.1	0.0008	0.0120	-0.0031	0.0118	0.0129	0.0112
18 h - C	2:32:54	025	1.11	2.7	0.0003	0.0119	-0.0029	0.0123	0.0118	0.0117
21 h - A	2:33:56	026	1.17	4.2	0.0005	0.0128	-0.0027	0.0131	0.0131	0.0122
21 h - F	2:35:12	027	1.23	6.0	0.0008	0.0136	-0.0037	0.0144	0.0137	0.0128
21 h - C	2:36:04	028	1.30	4.3	0.0006	0.0146	-0.0037	0.0153	0.0141	0.0144
24 h - A	2:37:20	029	1.26	6.8	0.0010	0.0140	-0.0034	0.0130	0.0149	0.0141
24 h - F	2:38:02	030	1.36	6.4	0.0010	0.0153	-0.0032	0.0150	0.0146	0.0165
24 h - C	2:38:42	031	1.28	3.3	0.0005	0.0143	-0.0029	0.0138	0.0148	0.0142

**Experimento Pb<sup>2+</sup>, M3 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1 h - A	3:51:44	003	1.91	1.7	0.0010	0.0554	0.0041	0.0561	0.0543	0.0558
1 h - F	3:52:24	004	0.82	2.1	0.0007	0.0322	0.0038	0.0329	0.0319	0.0316
1 h - C	3:53:06	005	1.71	1.0	0.0005	0.0511	0.0033	0.0509	0.0506	0.0516
3 h - A	3:54:04	006	0.60	3.9	0.0003	0.0074	0.0108	0.0075	0.0071	0.0077
3 h - F	3:54:40	007	0.44	1.5	0.0004	0.0241	0.0034	0.0243	0.0237	0.0243
3 h - C	3:55:22	008	0.63	1.7	0.0005	0.0282	0.0035	0.0288	0.0279	0.0279
5 h - A	3:56:28	009	0.49	4.6	0.0003	0.0065	0.0110	0.0068	0.0066	0.0062
5 h - F	3:58:12	010	0.44	0.4	0.0000	0.0061	0.0111	0.0061	0.0061	0.0061
5 h - C	3:58:58	011	0.57	1.9	0.0001	0.0072	0.0112	0.0072	0.0071	0.0074
7 h - A	4:00:02	012	0.52	3.8	0.0003	0.0067	0.0108	0.0070	0.0065	0.0067
7 h - F	4:00:52	013	0.42	2.4	0.0001	0.0059	0.0111	0.0058	0.0061	0.0059
7 h - C	4:01:34	014	0.48	2.9	0.0002	0.0064	0.0113	0.0062	0.0065	0.0065
9 h - A	4:02:32	015	0.78	1.9	0.0006	0.0313	0.0042	0.0314	0.0306	0.0318
9 h - F	4:03:14	016	0.63	2.7	0.0008	0.0280	0.0033	0.0284	0.0272	0.0286
9 h - C	4:03:58	017	0.72	2.2	0.0007	0.0299	0.0034	0.0294	0.0297	0.0307
12 h - A	4:05:14	018	0.82	1.9	0.0006	0.0322	0.0037	0.0321	0.0316	0.0328
12 h - F	4:06:54	019	0.77	2.2	0.0007	0.0311	0.0044	0.0304	0.0318	0.0312
12 h - C	4:08:36	020	0.78	2.6	0.0008	0.0312	0.0036	0.0313	0.0303	0.0319
15 h - A	4:10:18	021	0.89	1.4	0.0005	0.0336	0.0028	0.0333	0.0342	0.0334
15 h - F	4:11:16	022	0.77	3.1	0.0010	0.0310	0.0047	0.0301	0.0310	0.0320
15 h - C	4:14:18	023	0.96	1.5	0.0005	0.0350	0.0032	0.0344	0.0351	0.0355
18 h - A	4:16:38	025	0.98	1.4	0.0005	0.0354	0.0034	0.0356	0.0348	0.0358
18 h - F	4:17:36	026	0.90	1.0	0.0003	0.0338	0.0041	0.0338	0.0342	0.0335
18 h - C	4:18:18	027	0.91	2.0	0.0007	0.0341	0.0036	0.0349	0.0338	0.0337
21 h - A	4:20:04	028	1.07	0.6	0.0002	0.0375	0.0042	0.0377	0.0375	0.0372
21 h - F	4:21:16	029	0.95	2.5	0.0009	0.0350	0.0049	0.0360	0.0346	0.0343
21 h - C	4:22:20	030	1.04	2.5	0.0009	0.0368	0.0046	0.0362	0.0364	0.0378
24 h - A	4:23:28	031	1.19	0.1	0.0000	0.0400	0.0045	0.0400	0.0400	0.0401
24 h - F	4:25:18	032	1.05	1.6	0.0006	0.0370	0.0046	0.0364	0.0376	0.0369
24 h - C	4:26:10	033	1.14	0.7	0.0003	0.0388	0.0041	0.0385	0.0390	0.0389

4:34:58 PM 9/29/2017

Pb (Flame) - analysis time to date: 63minutes

Worksheet Saved

Analysis paused 4:37:28 PM 9/29/2017 - analysis time to date: 63minutes

Operator stopped analysis whilst paused

Worksheet Saved

Worksheet Saved

Worksheet closed 4:37:56 PM 9/29/2017

**Experimento Pb<sup>2+</sup>, m3 na Mistura de Sais - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240										
Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
Sol mãe	5:45:40	035	OVER	0.0	0.0000	0.2592	0.0043	0.2592		
W0545: Sample result OVER the calibration range										
Sol mãe	5:48:24	036	18.86 (Dil 1:2) 37,72	0.7	0.0010	0.1416	0.0039	0.1420	0.1404	0.1423
1 h - A	5:49:34	037	12.34	1.4	0.0013	0.0936	0.0042	0.0933	0.0925	0.0949
1 h - F	5:51:14	038	6.95	1.1	0.0006	0.0524	0.0040	0.0519	0.0530	0.0522
1 h - C	5:52:12	039	11.96	0.5	0.0004	0.0854	0.0043	0.0857	0.0850	0.0855
3 h - A	5:53:14	040	3.78	2.0	0.0005	0.0276	0.0039	0.0271	0.0282	0.0274
3 h - F	5:54:16	041	2.19	1.6	0.0002	0.0150	0.0036	0.0152	0.0148	0.0148
3 h - C	5:55:06	042	2.58	1.0	0.0002	0.0181	0.0041	0.0179	0.0182	0.0182
5 h - A	5:56:18	043	1.17	4.3	0.0003	0.0067	0.0045	0.0064	0.0070	0.0068
5 h - F	5:57:30	044	1.10	6.2	0.0004	0.0062	0.0034	0.0065	0.0057	0.0062
5 h - C	5:58:12	045	1.15	4.5	0.0003	0.0066	0.0043	0.0062	0.0067	0.0068
7 h - A	5:59:32	046	0.81	6.6	0.0003	0.0039	0.0038	0.0039	0.0041	0.0036
7 h - F	6:00:20	047	0.79	9.3	0.0003	0.0036	0.0044	0.0037	0.0040	0.0033
7 h - C	6:01:16	048	0.79	8.6	0.0003	0.0037	0.0039	0.0037	0.0040	0.0033
9 h - A	6:02:34	049	0.64	6.6	0.0002	0.0025	0.0045	0.0026	0.0026	0.0023
9 h - F	6:03:34	050	0.67	0.4	0.0000	0.0027	0.0037	0.0027	0.0028	0.0027
CAL: CAL ZERO										
	6:04:42	CAL	0.00	62.7	0.0002	0.0004	0.0037	0.0006	0.0001	0.0003
CAL: Reslope [10.00]										
	6:05:24	CAL	10.00	0.9	0.0007	0.0700	0.0048	0.0696	0.0695	0.0707
9 h - C	6:06:32	051	0.69	8.7	0.0003	0.0034	0.0047	0.0037	0.0034	0.0031
12 h - A	6:08:04	052	0.50	3.6	0.0001	0.0021	0.0051	0.0021	0.0021	0.0020
12 h - F	6:08:50	053	0.53	11.1	0.0003	0.0023	0.0049	0.0026	0.0021	0.0023
12 h - C	6:09:34	054	0.48	12.1	0.0002	0.0019	0.0055	0.0020	0.0021	0.0017
15 h - A	6:10:40	055	0.42	30.3	0.0004	0.0014	0.0053	0.0013	0.0019	0.0011
15 h - F	6:11:56	056	0.51	1.5	0.0000	0.0022	0.0057	0.0022	0.0022	0.0021
15 h - C	6:14:00	057	0.53	3.4	0.0001	0.0023	0.0058	0.0024	0.0023	0.0022
18 h - A	6:15:32	058	0.45	13.0	0.0002	0.0017	0.0060	0.0015	0.0016	0.0019
18 h - F	6:16:18	059	0.45	12.8	0.0002	0.0017	0.0062	0.0018	0.0019	0.0015
18 h - C	6:17:04	060	0.43	13.4	0.0002	0.0016	0.0061	0.0015	0.0014	0.0018
21 h - A	6:18:36	061	0.43	13.4	0.0002	0.0016	0.0066	0.0018	0.0016	0.0013
21 h - F	6:19:20	062	0.45	5.4	0.0001	0.0017	0.0067	0.0018	0.0016	0.0016
21 h - C	6:20:20	063	0.48	10.8	0.0002	0.0019	0.0066	0.0020	0.0020	0.0017
24 h - A	6:21:22	064	0.45	5.2	0.0001	0.0017	0.0071	0.0018	0.0017	0.0016
24 h - F	6:22:10	065	0.51	8.4	0.0002	0.0021	0.0072	0.0022	0.0023	0.0019
24 h - C	6:22:56	066	0.46	7.1	0.0001	0.0018	0.0077	0.0019	0.0017	0.0017
6:22:56 PM 9/26/2017										
Pb (Flame) - analysis time to date: 82minutes Worksheet Saved										
Analysis paused 6:23:54 PM 9/26/2017 - analysis time to date: 82minutes Worksheet Saved Worksheet Saved Worksheet closed 6:24:26 PM 9/26/2017 Worksheet opened 12:05:00 PM 11/10/2017										

Worksheet created 11:42:52 AM 11/17/2017

Worksheet details:

Name: Pb novo 17-19-2017

Analyst: Henrique César da Silva, Rodrigo Vieira, Kepler Borges França.

Optimize stopped 11:45:14 AM 11/17/2017

Optimize started [Pb ] 11:45:14 AM 11/17/2017

Optimize stopped 11:45:42 AM 11/17/2017

Worksheet Saved

Analysis started 11:45:58 AM 11/17/2017 (AA Online)

Method: Pb (Flame)

Instrument settings:

Wavelength:217.0 nm, Slit Width:1.0 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background

Correction:BC On

Measurement settings:

Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point

Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s

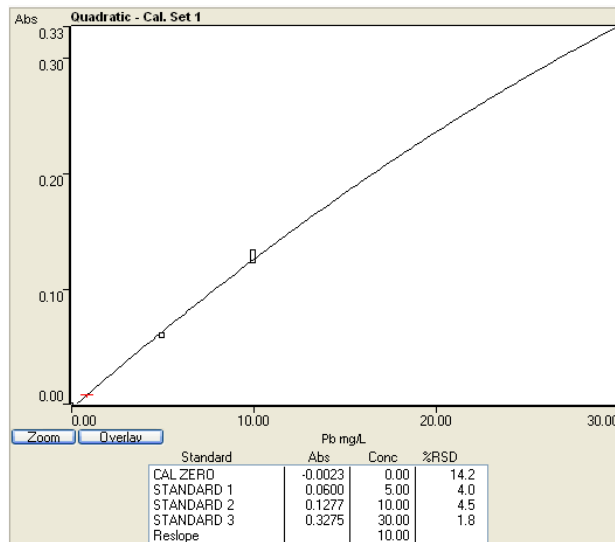
Flame settings:

Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min

Burner Height: 0.0 mm

Instrument Zero [Postread=-0.0014Abs, Gain=62%]

Time	STANDARD	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
							Reading 1	Reading 2	Reading 3
11:46:44 AM	CAL ZERO	0.00	14.2	0.0003	-0.0023	-0.0033	-0.0019	-0.0025	-0.0026
11:47:58 AM	CAL 1	5.00	4.0	0.0024	0.0600	-0.0023	0.0584	0.0588	0.0627
11:48:32 AM	CAL 2	10.00	4.5	0.0057	0.1277	-0.0022	0.1233	0.1342	0.1256
11:49:16 AM	CAL 3	30.00	1.8	0.0057	0.3275	-0.0023	0.3323	0.3290	0.3211



**Experimento Pb<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, m3 - 1ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1 h - A	12:07:56	004	12.83	2.4	0.0037	0.1588	-0.0048	0.1555	0.1629	0.1581
1 h - F	12:09:00	005	7.37	3.1	0.0029	0.0934	-0.0046	0.0908	0.0930	0.0965
1 h - C	12:09:30	006	11.89	3.9	0.0058	0.1480	-0.0048	0.1437	0.1545	0.1456
3 h - A	12:10:20	007	4.03	1.6	0.0008	0.0507	-0.0052	0.0510	0.0498	0.0513
3 h - F	12:11:10	008	2.17	5.7	0.0015	0.0259	-0.0059	0.0259	0.0274	0.0244
3 h - C	12:11:48	009	2.62	5.5	0.0018	0.0320	-0.0058	0.0305	0.0339	0.0315
5 h - A	12:12:34	010	1.05	8.8	0.0009	0.0108	-0.0056	0.0118	0.0105	0.0100
5 h - F	12:13:32	011	0.98	8.5	0.0008	0.0098	-0.0057	0.0101	0.0088	0.0103
5 h - C	12:14:16	012	1.05	4.9	0.0005	0.0108	-0.0058	0.0103	0.0108	0.0113
7 h - A	12:15:18	013	0.67	2.5	0.0001	0.0055	-0.0054	0.0056	0.0054	0.0056
7 h - F	12:16:16	014	0.61	2.3	0.0001	0.0047	-0.0061	0.0048	0.0046	0.0047
7 h - C	12:17:02	015	0.65	10.9	0.0006	0.0052	-0.0062	0.0048	0.0059	0.0050
9 h - A	12:17:48	016	0.50	19.5	0.0006	0.0031	-0.0059	0.0031	0.0038	0.0026
9 h - F	12:18:28	017	0.47	6.5	0.0002	0.0027	-0.0064	0.0029	0.0027	0.0025
9 h - C	12:19:22	018	0.53	9.6	0.0003	0.0035	-0.0068	0.0031	0.0038	0.0036
12 h - A	12:20:12	019	0.43	33.4	0.0007	0.0022	-0.0056	0.0020	0.0017	0.0031
12 h - F	12:21:12	020	0.45	41.6	0.0010	0.0025	-0.0054	0.0030	0.0031	0.0013
12 h - C	12:21:56	021	0.48	13.3	0.0004	0.0029	-0.0054	0.0034	0.0028	0.0026
15 h - A	12:23:16	022	0.38	28.6	0.0004	0.0016	-0.0053	0.0013	0.0021	0.0013
15 h - F	12:24:00	023	0.45	8.7	0.0002	0.0024	-0.0054	0.0027	0.0023	0.0023
15 h - C	12:25:12	024	0.42	25.3	0.0006	0.0022	-0.0064	0.0021	0.0017	0.0028
18 h - A	12:25:56	025	0.37	52.0	0.0008	0.0014	-0.0047	0.0011	0.0023	0.0009
18 h - F	12:26:44	026	0.42	30.3	0.0006	0.0021	-0.0055	0.0028	0.0018	0.0016
18 h - C	12:27:34	027	0.38	47.0	0.0007	0.0015	-0.0047	0.0008	0.0022	0.0017
21 h - A	12:28:36	028	0.40	10.9	0.0002	0.0019	-0.0048	0.0021	0.0017	0.0018
21 h - F	12:29:20	029	0.46	9.0	0.0002	0.0026	-0.0045	0.0027	0.0023	0.0028
21 h - C	12:30:00	030	0.43	15.8	0.0004	0.0023	-0.0051	0.0021	0.0020	0.0027
24 h - A	12:33:10	031	0.46	2.5	0.0001	0.0026	-0.0046	0.0026	0.0027	0.0027
24 h - F	12:34:32	032	0.45	5.9	0.0001	0.0024	-0.0052	0.0023	0.0026	0.0024
24 h - C	12:35:12	033	0.38	54.7	0.0008	0.0015	-0.0062	0.0019	0.0006	0.0021

**Experimento Pb<sup>2+</sup>, Mistura de Sais, M2 - 2ª Batelada**

Resultados obtidos no espectrômetro de absorção atômica, Varian - AA240

Nome da amostra	Time (AM)	Sample	Conc mg/L	%RSD	SD	Mean Abs	BG Abs	Readings		
								Reading 1	Reading 2	Reading 3
1 h - A	12:40:18	034	20.06	3.3	0.0077	0.2366	-0.0013	0.2306	0.2453	0.2340
1 h - F	12:40:58	035	16.15	2.1	0.0042	0.1958	-0.0020	0.1926	0.1943	0.2006
1 h - C	12:42:08	036	20.20	2.9	0.0068	0.2381	-0.0022	0.2310	0.2446	0.2386
3 h - A	12:42:58	037	8.52	4.4	0.0047	0.1076	-0.0019	0.1088	0.1024	0.1115
3 h - F	12:43:50	038	6.99	3.2	0.0029	0.0887	-0.0023	0.0902	0.0854	0.0905
3 h - C	12:44:42	039	8.69	0.5	0.0006	0.1097	-0.0017	0.1094	0.1103	0.1094
5 h - A	12:45:14	040	4.67	2.1	0.0012	0.0590	-0.0012	0.0603	0.0579	0.0588
5 h - F	12:46:02	041	3.84	5.6	0.0027	0.0482	-0.0025	0.0470	0.0512	0.0462
5 h - C	12:46:42	042	4.58	6.0	0.0035	0.0579	-0.0022	0.0552	0.0618	0.0566
7 h - A	12:47:26	043	2.74	2.0	0.0007	0.0336	-0.0018	0.0330	0.0343	0.0336
7 h - F	12:48:06	044	2.40	5.1	0.0015	0.0290	-0.0025	0.0275	0.0305	0.0289
7 h - C	12:49:06	045	2.67	4.6	0.0015	0.0327	-0.0022	0.0340	0.0310	0.0329
9 h - A	12:51:00	046	1.90	0.8	0.0002	0.0224	-0.0016	0.0221	0.0225	0.0225
9 h - F	12:51:42	047	1.71	1.1	0.0002	0.0197	-0.0027	0.0197	0.0195	0.0199
9 h - C	12:52:24	048	1.88	4.3	0.0009	0.0221	-0.0025	0.0211	0.0223	0.0229
12 h - A	12:53:12	049	1.50	3.4	0.0006	0.0168	-0.0020	0.0175	0.0165	0.0165
12 h - F	12:53:52	050	1.39	4.4	0.0007	0.0154	-0.0027	0.0158	0.0157	0.0146
Pb (Flame) - analysis time to date: 67minutes Worksheet Saved  Analysis completed 12:53:52 PM 11/17/2017 - analysis time to date: 67minutes Worksheet Saved Worksheet Saved (AA Online)  Method: Pb (Flame) Instrument settings: Wavelength:217.0 nm, Slit Width:1.0 nm, Lamp Current:10.0 mA, Background Correction:BC On  Measurement settings: Calibration Mode: Concentration, Measurement Mode: Integrate, Smoothing: 7 point Replicates Standard: 3, Replicates Sample: 3, Measurement Time: 5.0 s  Flame settings: Flame Type: Air/Acetylene, Air Flow: 10.00 L/min, Acetylene Flow: 2.00 L/min Burner Height: 0.0 mm  Instrument Zero [Postread=0.0002Abs, Gain=63%]										
12 h - C	1:24:42	001	2.16	12.0	0.0032	0.0265	0.0062	0.0297	0.0234	0.0265
15 h - A	1:26:50	002	1.48	10.5	0.0018	0.0170	0.0032	0.0152	0.0188	0.0170
15 h - F	1:27:50	003	1.41	4.2	0.0007	0.0162	0.0032	0.0169	0.0157	0.0159
15 h - C	1:28:42	004	1.34	5.6	0.0008	0.0152	0.0018	0.0160	0.0151	0.0143
18 h - A	1:29:34	005	1.12	6.3	0.0008	0.0121	0.0018	0.0112	0.0126	0.0125
18 h - F	1:30:20	006	1.11	9.4	0.0011	0.0119	0.0007	0.0132	0.0113	0.0112
18 h - C	1:31:08	007	1.16	10.9	0.0014	0.0126	0.0008	0.0113	0.0141	0.0125
21 h - A	1:32:22	008	0.99	7.5	0.0008	0.0102	0.0007	0.0109	0.0103	0.0093
21 h - F	1:33:08	009	1.00	3.8	0.0004	0.0105	0.0008	0.0106	0.0100	0.0108
21 h - C	1:33:54	010	1.21	8.7	0.0012	0.0133	0.0004	0.0121	0.0144	0.0132
24 h - A	1:35:00	011	0.97	10.1	0.0010	0.0100	0.0011	0.0089	0.0104	0.0107
24 h - F	1:35:58	012	0.99	6.7	0.0007	0.0103	0.0005	0.0097	0.0110	0.0101
24 h - C	1:36:50	013	1.15	2.9	0.0004	0.0125	0.0008	0.0123	0.0122	0.0129

## 2. Ficha técnica da vermiculita



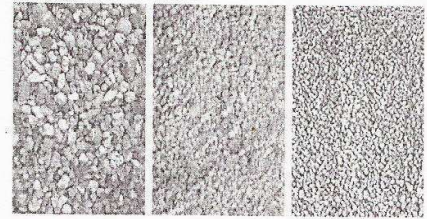
**MAIA MACEDO**  
COM. E IND. LTDA

Desde  
2006

# Vermiculita

## Laudo técnico

Impermeabilizantes, Isolamento, Metacaulim, Vermiculita  
Rua Domingos Mororo, 107 - Miramar- Cep 58043-170  
João Pessoa - Paraíba - Brasil  
Fone: + 55 (83) 3252 1116 / 9952 0920  
e-mail: contato@maiamacedo.com.br  
site: www.maiamacedo.com.br



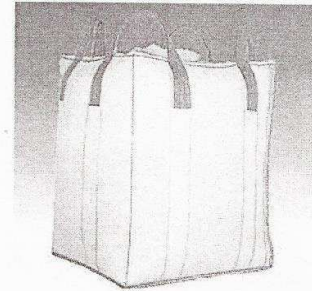
### Propriedades

#### Densidade

Grossa (3 – 20 mm) .....	70 --- 85 kg/m <sup>3</sup>
Média (2 – 8,0 mm) .....	80 -- 95 kg/m <sup>3</sup>
Fina (0,5 – 3,0 mm) .....	95 --- 130 kg/m <sup>3</sup>
Superfina (0,5 – 1,7 mm) .....	100 --- 135 kg/m <sup>3</sup>
Micro (0,1– 1 mm) .....	130 --- 150 kg/m <sup>3</sup>

#### Análise química

SiO <sub>2</sub> .....	35,0 - 41,0 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	9,0 - 15,5 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	6,0 - 9,5 %
MgO .....	21,5 - 25,5 %
K <sub>2</sub> O.....	3,0 - 6,0 %
Humidade.....	8,0 - 16,0 %



### Análise tamanho de grão

Tamanho de grão (mm)	Percentual retido	Densidade Aparente (granel)
<b>Grossa (3 - 20 mm)</b>	80%	80 - 100kg/m <sup>3</sup>
<b>Média (2 – 8 mm)</b>	80%	95 - 125kg/m <sup>3</sup>
<b>Fina (0,5 – 3,0 mm)</b>	80%	95 - 130kg/m <sup>3</sup>
<b>Superfina (0,5 – 1 mm)</b>	80%	100 - 135kg/m <sup>3</sup>

### Informações para exportação

- Vermiculite bruta embalada em "big bag" de 1000 kg or 1200kg/ "Big bag" em container de 20 pés = 24t
- Vermiculite expandida embalada em sacos de 100 Litros = 10 Kg-13 Kg cada saco. Sacos em container de 20 ou 40 pés.
- Porto de Suape - Brasil, custos de exportação em nossas despesas, incluindo desembaraço aduaneiro
- Livre de amianto / Produto não perecível, desde que estocado em boas condições

### Preço

Por favor, consultar.

*As informações fornecidas estão de acordo com a norma brasileira ABNT e testes feitos por Mandava.*

Eng. Nilson Luiz de Maia Macedo



### 3. Comprovação dos ensaios de resistência mecânica à compressão.



#### SCIENTEC

Associação para o Desenvolvimento da Ciência e da Tecnologia  
 Fone/Fax: (83) 216 7063 - CNPJ 08.331.902/0001-12  
 Cidade Universitária - CEP 58.059-900 - João Pessoa - Paraíba  
 E-MAIL: scientecassociacao@gmail.com.br Caixa Postal 5125 Agência - UFPB CEP 58051970

#### ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO EM BLOCOS PARA APLICAÇÃO EM ALVENARIA



#### RESULTADOS.

A tabela 1 mostra identificações, características e resultados de resistência à compressão dos doze prismas ensaiados.

Tabela 1 – Identificações/características/resultados.

Prisma (Identificação)	Dimensões médias (mm)			Área (mm <sup>2</sup> )	Carga de ruptura (N)	Resistência à compressão (MPa)
	C	L	A			
T1A	123	125	121	15375	23150	1.51
T2A	122	125	97	15250	56760	3.72
T3A	125	125	117	15625	45630	2.92
T4A	124	125	98	15500	47720	3.08
T1B	126	123	114	15498	25860	1.67
T2B	126	123	100	15498	73860	4.76
T3B	125	125	114	15625	41760	2.67
T4B	124	125	113	15500	47370	3.05
T1C	126	123	135	15498	29000	1.87
T2C	125	125	117	15625	53100	3.40
T3C	124	124	122	15376	37260	2.42
T4C	124	125	103	15500	52520	3.39

C – Comprimento; L – Largura; A – Altura.

#### Obs:

Corpos de prova preparados cortando-se cada bloco ao meio com serra circular diamantada, unindo-se as duas partes obtidas com pasta de cimento formando prismas para o ensaio de resistência à compressão.

Cláudio M. da Silva  
 Eng. Tecnologista-SCIENTEC/LABEME

Eng. Prof. Dr. Normando Perazzo Barbosa  
 SCIENTEC/LABEME.  
 CREA 2001432697.  
 João Pessoa, 31 de agosto de 2017.