

LAQAECO: Laboratório de Química Analítica Ecológico/Unilab

LAQAECO: Laboratory Of Ecological Analytical Chemistry

Ibraima Djaló¹

Lívia Paulia Dias Ribeiro²

RESUMO

O presente trabalho tem por objetivo apresentar a implementação de um laboratório de Química Analítica Ecológico (LAQAECO), o qual prevê no seu funcionamento, o gerenciamento e tratamento de resíduos gerados nas atividades de ensino e pesquisa, além de propor o uso de um novo sistema de produção e tratamento de água destilada e deionizada utilizando a água condensada por aparelhos de ar-condicionado. Foi realizado estudo descritivo da produção de resíduo pelo uso do laboratório de química analítica da Unilab nas atividades de ensino e pesquisa e elaborado um manual de tratamento dos resíduos com metodologias detalhadas e imagens de precipitados exemplificativas. O sistema de produção e tratamento da água condensada foi construído e implementado, resultando na produção da água destilada e deionizada com qualidade para uso e preparo de soluções, lavagem de vidrarias nas atividades de ensino e pesquisa.

Palavras-chave: Laboratório ecológico; Reuso água; Tratamento de resíduos químicos.

ABSTRACT

The present work aims to present the implementation of a laboratory of Ecological Analytical Chemistry (LAQAECO), which provides for the operation, the management and treatment of waste generated in teaching and research activities, in addition to proposing the use of a new system of production and treatment of distilled and deionized water using water condensed by air conditioning devices. A descriptive study of waste production was carried out by the use of

¹ Discente do Curso de Licenciatura em Química Pela Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira (Unilab).

² Orientadora Doutora em Química Analítica, Docente do instituto de ciências exata e da natureza da Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-brasileira (Unilab) e Coordenadora do Grupo de pesquisa, Núcleo Avançado de Tecnologias Analíticas (NATA), Instituto de Ciências Exatas e da Natureza (ICEN).

Data de submissão e aprovação: 22/12/2021

analytical chemistry laboratory in teaching and research activities and a waste treatment manual was elaborated with detailed methodologies and images of exemplified precipitates. The condensed water production and treatment system was built and implemented, resulting in distilled and deionized water with quality for the use of preparation of solutions and washing of glassware in teaching and research activities.

Keywords: Ecological laboratory; Reuse water; Treatment of chemical waste.

1 INTRODUÇÃO

Em 2015, as Nações Unidas adotaram a comumente denominada Agenda 2030 para o Desenvolvimento Sustentável, que incluiu 17 metas (ODS) a serem implementadas ao longo de uma década. Uma destas, a exemplo da meta 12 - dedicada à produção e consumo responsáveis, tem por premissa a redução substancial de desperdício até 2030 por meio da prevenção, redução, reciclagem e reutilização. Seu cumprimento tem por pilar a mudança de hábitos relativos à eliminação de resíduos da população em geral, mais especificamente, da nova geração (ODS, 2015).

Nessa perspectiva, as Instituições de Ensino Superior (IES) desempenham papel crucial na qualificação, conscientização e promoção de ações sustentáveis junto a comunidade. Entre as preocupações inseridas no cotidiano acadêmico, podem-se destacar aquelas ligadas as atividades experimentais nos laboratório. Embora estes ambientes sejam utilizados para aulas práticas, desenvolvimento de projetos de pesquisa/extensão e trabalhos de conclusão de curso, estas atividades geram quantidades consideráveis de resíduos que podem oferecer riscos ao meio ambiente e à saúde humana.

Os resíduos gerados nos Laboratórios de Química merecem uma atenção especial devido à complexidade dos seus compostos (metais pesados, solventes halogenados, radioisótopos, entre outros), com diferentes níveis de toxicidade, necessidade de tratamento e destinação. É imprescindível para as Universidades, como instituições responsáveis pela formação de cidadãos qualificados, a existência de programas de gerenciamento eficiente de seus resíduos de forma a mitigar seus riscos.

Segundo Amaral *et al.*, (2001), as universidades como instituições responsáveis pela formação de seus estudantes e, conseqüentemente, pelo seu comportamento como cidadãos,

devem também estar conscientes e preocupadas com o problema da ausência do gerenciamento de seus resíduos, pois as atividades de laboratório realizadas, sejam em aulas experimentais ou atividades de pesquisa, geram resíduos que podem oferecer riscos ao meio ambiente e à saúde do homem.

Em diversos casos, estes resíduos possuem concentrações significativas de metais pesados de elevada periculosidade, devido sua toxicidade aguda crônica, sendo também cumulativos, podendo causar danos ao sistema nervoso central, além da possibilidade de contaminação ambiental (solo e água) afetando o equilíbrio dos ecossistemas (CARLETTO *et al.*, 2011). Dessa forma, o CONAMA, nº358/2005, define resíduos Químicos como todo material ou substância com característica de periculosidade, quando não forem submetidos a processo de reutilização ou reciclagem, que podem apresentar risco à saúde pública ou ao meio ambiente.

Os metais pesados são quimicamente definidos como um grupo de elementos situados entre o Cobre (Cu) e o Chumbo (Pb) na tabela periódica, apresentam número atômico superior a 22 e diferem de outros agentes tóxicos porque não são sintetizados nem destruídos pelo homem. Entretanto, a definição mais difundida é aquela relacionada com a saúde pública: metais pesados são aqueles que apresentam efeitos adversos à saúde humana (CARLETTO; KALINKE; RODRIGUES, 2011; GIMBERT; VIJVER; COEURDASSIER; BADOT, 2008)..

Os efeitos cumulativos destes metais podem ser encontrados em solos, plantas, corpos de água (subterrâneas ou superficiais) e animais, acarretando problemas ao longo da cadeia alimentar (biomagnificação). Os seres vivos necessitam de pequenas quantidades de alguns desses metais, como o cobre e o manganês que realizam diversas funções no nosso organismo. Já outros metais pesados como o mercúrio, chumbo e cádmio (não possuem nenhuma função dentro do organismo e a sua acumulação pode provocar graves problemas, afetando vários órgãos e alterando os processos bioquímicos (GILBERT *et al.*, 2008). Por esse motivo, os resíduos contendo esses metais, são classificados como perigosos (classe D) segundo a norma NBR 10004:2004 . Uma vez que, na maioria das vezes, eles apresentam seguintes características: reatividade, inflamabilidade, corrosividade, patogenicidade e toxicidade. A norma NBR 12235:2018, determina as regras a serem seguidas para acondicionamento destes resíduos de modo a evitar reações de incompatibilidade química.

Considerando que os laboratórios de ensino e pesquisa se enquadram nesse grupo de geradores de resíduos contendo metais pesados e podem vir a se tornar poluidores, quando não há critérios regulamentando o tratamento e descarte destes que, mesmo em pequenas quantidades, podem gerar em longo prazo contaminações com teores elevados destes metais no meio ambiente (ABREU *et al.*, 2002).

O exemplo do que ocorre nos laboratórios além de descarte irregular de resíduos, é o desperdício de água potável durante a sua destilação. O destilador é o equipamento comumente empregado nessa função e a água destilada pode ser utilizada como solvente e reagente tanto a nível industrial quanto laboratorial. Existem diferentes tipos de destiladores tais como: destilador de água tipo Pilsen, destilador de água em vidro, bidestilador e osmose reversa (SOLAB, 2021). Desses exemplos, o destilador do tipo Pilsen é o de menor custo de aquisição e mais comum nos laboratórios de ensino.

Para exemplificar o rendimento e o gasto de água potável podemos comparar os dois tipos de destiladores com maior consumo de água na etapa de refrigeração: destilador de água tipo Pilsen, produz em média 5 litros/hora de água destilada, necessitando 200 litros/hora de água no sistema para refrigeração. As características físico-químicas são de condutividade elétrica 4 μS , considerando entrada até 300 μS . Enquanto que, bidestilador de água em vidro é um equipamento que produz em média até 3 litros/hora de água destilada, necessitando 160 a 240 litros/horas para refrigeração e com condutividade na saída, entre 0,5 e 1,5 μS considerando entrada com 280 μS (QUIMIS, 2021).

Nesse contexto de atividades não ecológicas, têm sido implementadas ações para minimizar os efeitos dessas atividades. Muitas universidades têm elaborado estratégias institucionais nesse sentido. Dessa forma, em 2005 foi criado como programa de extensão o Programa Gerenciamento de Resíduos da Universidade Federal do Ceará (PROGERE - UFC), que reúne um conjunto de procedimentos e ações visando à implantação de um sistema integrado de coleta seletiva, redução, reutilização, reciclagem e destinação final dos diversos tipos de resíduos gerados nas atividades de Ensino, Pesquisa, Extensão e Administração da UFC, de forma a abrigar projetos de extensão tendo como tema a gestão ambiental na UFC (SILVA *et al.*, 2015).

A comissão geral do Programa PROGERE-UFC foi designada pela Portaria n° 1273, de 09 de setembro de 2005, constituída por docentes, servidores técnico-administrativos e

alunos de graduação, para avaliar a situação e propor medidas de gerenciamento dos resíduos gerados nas atividades dos diversos setores da universidade.

O PROGERE foi estruturado em três plataformas de acordo com o desenvolvimento das ações específicas: 1) gerenciamento de resíduos recicláveis; 2) gerenciamento de resíduos laboratoriais; e 3) educação socioambiental. Dentro dessas plataformas foram desenvolvidos determinados projetos, dentre os quais podemos citar: Coleta Seletiva Solidária, que visa à implantação gradual do Decreto Federal nº 5.940/2006, que institui a coleta seletiva de materiais recicláveis nos órgãos federais para doação a cooperativas de catadores de matérias recicláveis; Tecendo Redes e Açude Vivo, que busca sensibilizar as comunidades para as questões que envolvam os temas socioambientais relacionados à qualidade da água (SILVA *et al.*, 2015).

Além disso, no livro “Gestão de Resíduos em Universidades” são mencionadas varias universidades que fazem gestão dos seus resíduos, tais como: UCS — Caxias do Sul, UFRGS - Federal do Rio Grande do Sul, UNICAMP- Estadual de Campinas, UFSM — Federal de Santa Maria, UNISC — Santa Cruz do Sul, ESALQ e IQ — Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” e Instituto de Química da Universidade de São Paulo, UFPEL — Federal de Pelotas, UEFS/Ba — Estadual de Feira de Santana e Unisinos-Vale do Rio dos Sinos (CONTO, 2010).

Tendo em vista as questões da geração de resíduos e o desperdício de recursos naturais, o presente trabalho teve por objetivo apresentar a implementação de um laboratório de Química Analítica ambientalmente favorável. Nomeado LAQAECO (Laboratório de Química Analítica Ecológico), o laboratório prevê no seu funcionamento, o gerenciamento e o tratamento dos resíduos gerados nas atividades de ensino e pesquisa, além de propor o uso de um novo sistema de produção de água destilada e deionizada a partir da água condensada por aparelhos de ar-condicionado.

2 METODOLOGIA

2.1 Localização do laboratório

O LAQAECO (Laboratório de Química Analítica Ecológico) foi implementado a partir do Laboratório de Química Analítica da Unilab, o qual está localizado no Campus das Auroras no 1º Pavimento, Bloco D, e teve suas atividades iniciadas no início do ano 2015 e

foi utilizado para realização de aulas práticas das disciplinas de Química Analítica Experimental I e Química Analítica Experimental II dos cursos de Ciências da Natureza e Matemática e Licenciatura em Química. Atualmente, além desses cursos, o curso de Bacharelado em Farmácia, recém-criado, também realiza as suas aulas experimentais neste local.

As atividades de pesquisa também são realizadas no laboratório de química analítica, em especial as atividades do Grupo de pesquisa intitulado NATA (Núcleo Avançado de Tecnologias Analíticas), para realização de pesquisas de mestrado, iniciação científica e trabalhos de conclusão de curso.

2.2. Caracterização e a quantificação e tratamento dos resíduos produzidos no laboratório de química analítica

Realizou-se o levantamento dos resíduos armazenados no laboratório LAQAECO, Constatou-se que estes eram oriundos principalmente de aulas práticas das disciplinas experimentais de química analítica qualitativa e quantitativa, além de produtos do grupo de pesquisa NATA – em sua maioria oriunda de ensaios de DQO (Demanda Química De Oxigênio) e determinação de cafeína por método espectroscópico.

O quantitativo, dos resíduos gerados em cada aula experimental e também na pesquisa, o ano em que foram gerados e suas características foram descritos nos resultados.

Elaborou-se um manual de métodos de tratamentos desses resíduos levando em consideração a quantidade e periculosidade dos resíduos gerados nas aulas de química analítica qualitativa, quantitativa e atividades de pesquisa, previstos na norma NBR 10004:2004, como Classe I (perigoso).

Na elaboração do manual de tratamento dos resíduos produzidos no LAQAECO foram utilizadas metodologias implementadas em outras universidades e discutidas na literatura. O manual foi elaborado de forma estruturada uma série de instruções sequenciais empregadas no tratamento dos resíduos oriundos de aulas experimentais de química analítica e resíduos produzidos pelo grupo de pesquisa NATA (Núcleo Avançado de Tecnologias Analíticas).

2.3. Sistema de produção de água deionizada a partir dos aparelhos de ar-condicionado

O sistema de tratamento para captar a água condensada foi construído com ligação de três aparelhos de ar-condicionado (marca-Midea, 48.000 BTU/h) e armazenamento em um recipiente

com capacidade de 30L. Após captação, a água foi submetida ao tratamento com luz ultravioleta por 2 horas para eliminação de microrganismos. Posteriormente, com auxílio de bomba de água, ela foi direcionada para filtro de água tipo (DURAN[®]) e por último a uma coluna de troca iônica (Quimis, modelo Q380M23). Ao final destas etapas, a água dita “purificada” foi avaliada quanto aos seus parâmetros físico-químicos (pH, Condutividade elétrica, e Sólidos Totais Dissolvidos - STDZ). Nas análises foi utilizado um pHmetro/condutivímetro MOD 8650 - marca AZ. Os resultados foram comparados com água de abastecimento público, originados da Companhia de Água e Esgoto do Ceará (CAGECE) e água destilada produzida por um destilador do tipo Pilsen no próprio laboratório.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Sistema de produção de água deionizada a partir dos aparelhos de ar-condicionado

Os resultados foram comparados com água de abastecimento público, originados da Companhia de Água e Esgoto do Ceará (CAGECE) e água destilada produzida por um destilador do tipo Pilsen no próprio laboratório (Figura 1).

Figura 1 – Sistema de tratamento de água oriundo de ar-condicionado.



Fonte: Autor

Tenório *et al.*,(2019) realizaram um estudo de quantificação de microrganismos presente em água condensada por aparelhos de ar-condicionado e obtiveram os testes negativos para coliformes e bactérias heterotróficas. Porém, mesmo com esse estudo, o sistema aqui proposto incluiu a adição da lâmpada de UV de forma a mitigar quaisquer microrganismos persistentes na água condensada armazenada.

Os valores dos parâmetros físico-químicos dos diferentes tipos de águas estudadas estão organizados na Tabela 1. Analisando os dados verificou-se que a qualidade da água deionizada produzida pelo sistema de tratamento é similar à água destilada produzida pelo destilador convencional. O benefício do tratamento tem valor financeiro, econômico e ambiental, pois não há necessidade adicional de energia elétrica e nem de água tratada para produção da água deionizada.

Seguindo a classificação do padrão de qualidade da água reagentes para laboratório, a qual é definida pela National Committee for Clinical Laboratory Standards (NCCLS - Comitê Nacional para Padrões de Laboratórios Clínicos)²⁸, a água deionizada produzida pelo sistema de tratamento proposto está entre a classificação do tipo II e tipo III, o que corresponde dizer que podem ser empregadas em uso de lavagem de vidrarias, produção de água ultrapura e métodos analíticos gerais, os quais não são necessários o uso de água do tipo I (métodos de análises de alta precisão e exatidão).

Tabela 1 – Resultados dos parâmetros físico-químicos das águas estudadas.

	pH	Condutividade ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	Sólidos Totais Dissolvidos (ppm)
Água da CAGECE	$7,9 \pm 0,3$	$300,7 \pm 2,1$	$150,3 \pm 0,6$
Água condensada sem tratamento	$9,1 \pm 0,5$	$41,8 \pm 13,8$	$21,0 \pm 6,8$
Água destilada por destilador Pilsen	$8,6 \pm 0,1$	$2,6 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,01$
Água deionizada produzida pelo sistema de tratamento	$9,1 \pm 0,4$	$1,9 \pm 0,3$	$1,0 \pm 0,2$

Fonte: Autor

É importante comentar que pela caracterização físico-química da água condensada pelos aparelhos de ar condicionado, sem sofrer o tratamento proposto, pode ser classificada como água de reuso de classe II, segundo a resolução da CONAMA nº 357/2005, a água de reuso de classe II poderá ser usada na irrigação de hortaliças, plantas frutíferas e de parques, jardins, campos de esporte e lazer.

3.2. Armazenamento de resíduos no Laboratório de Química Analítica/Unilab

Na coleta e armazenamento dos resíduos foram utilizados frascos reagente âmbar (capacidade de 1 litro) garrafas de plástico (poliestireno – PET) (Figura 2). Os resíduos foram coletados e armazenados pelos técnicos durante ano 2014 a 2019, eles são referentes a produtos oriundos de aulas experimentais da disciplina de Química Analítica, além de atividades de pesquisa. Para identificação foi elaborada uma etiqueta padrão (Figura 3), com informações sobre: composição detalhada do resíduo disciplina a qual o resíduo foi gerado, data de início da coleta e pictogramas com eventuais riscos associados.

Atualmente uma sala para armazenamento provisório de resíduos sólidos de todas as disciplinas experimentais foi implementada na Unilab. A universidade tem por meta o armazenamento provisório dos resíduos tóxicos, seu prévio tratamento e sua posterior destinação final.

Figura 2 – Variedade dos resíduos armazenados pelo LAQAECO.



Fonte: Autores

Figura 3 – Etiqueta padrão para identificação do resíduo gerado

UNILAB
Resíduos

Composição Detalhada _____

Disciplina/Prática: _____

Data de Início da Coleta: _____

Risco:

Inflamável Cuidado Corrosivo Poluente Tóxico Perigo Oxidante Explosivo

Fonte: Autores

3.3. Caracterização e a quantificação e tratamento dos resíduos produzidos no laboratório de química analítica

O levantamento qualitativo e quantitativo e discussões sobre os resíduos gerados no laboratório de química analítica da Unilab durante as atividades de ensino e pesquisa estão sistematizado nos itens a seguir e organizados no Quadro 1.

3.3.1. Resíduos das disciplinas de Química Analítica Qualitativa

Para fins de análise qualitativa sistemática, os cátions são classificados em cinco grupos, levando em consideração determinados reagentes, ou seja, os íons de comportamento análogo são reunidos dentro de um grupo. Os reagentes usados para a classificação dos cátions mais comuns são: o ácido clorídrico, o ácido sulfídrico (sulfeto de hidrogênio), o sulfeto de amônio e o carbonato de amônio. A classificação baseia-se no modo como os cátions reagem com conseqüente formação ou não de precipitados (DIAS, 2016). Os cinco grupos e suas características são como se segue:

Grupo I: Os cátions deste grupo formam precipitados com ácido clorídrico diluído. Os íons deste grupo são: Pb^{2+} , Hg_2^{2+} e Ag^+ .

Grupo II: Os cátions deste grupo não precipitam na forma de cloreto, porém formam precipitados com ácido sulfídrico em meio ácido mineral diluído. Os íons deste grupo são: Cu^{2+} , Bi^{3+} , Cd^{2+} , As^{3+} , Sb^{3+} e Sn^{2+} .

Grupo III: Os cátions deste grupo não precipitam como cloreto ou sulfetos em meio ácido, mas são precipitados como sulfetos em soluções amoniacais de seus sais com NH_4Cl/NH_3 e

tioacetamida.

Os cátions deste grupo são: Co^{2+} , Ni^{2+} , Fe^{2+} (Fe^{3+}), Cr^{3+} e Al^{3+} .

Grupo IV: Os cátions deste grupo não precipitam como cloretos, nem como sulfetos em meio ácido ou alcalino, mas formam precipitados pelos íons fosfato em solução amoniacal. Os cátions deste grupo são: Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} e Ba^{2+} .

Grupo V: Os cátions solúveis, que não precipitam com nenhum dos reagentes dos grupos anteriores, formam o último grupo, que inclui os íons Mg^{2+} , Na^+ e NH_4^+ , ou seja, eles são solúveis em meio aquoso.

3.3.2. Caracterização dos resíduos do método de Mohr e DQO.

A maioria dos compostos de cromo é inserida no meio ambiente por ação antropogênica (GAI *et al.*, 2019). O elemento pode ser encontrado naturalmente em diferentes estados de oxidação, com predominância dos Cr^{3+} e Cr^{6+} . O íon Cr^{6+} é bem conhecido entre os contaminantes por sua elevada carcinogenicidade. Compostos de cromo contendo íons CrO_4^{2-} e $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ são solúveis em água e têm um efeito tóxico nos sistemas biológicos (Dhivya *et al.*, 2019), por isso é perigoso para a saúde humana e para o meio ambiente. O mercúrio (Hg) é outra preocupação global de acordo com a Organização Mundial da Saúde (O'Connor *et al.*, 2019). Diferente dos demais metais contaminantes (baixa solubilidade em água e baixa concentração nos efluentes), o mercúrio é capaz de apresentar espécies químicas estáveis em solução, podendo atingir concentrações relativamente elevadas e até mesmo tóxicas. Além de ser o único metal capaz de sofrer (biomagnificação) em quase todas as cadeias alimentares, isto é, sua concentração aumenta conforme aumenta o nível trófico da espécie (Mukherjee *et al.*, 2005), o elemento representa uma grande preocupação para a saúde pública mundial (WHO, 2021).

Outro metal essencial constituinte nos resíduos de DQO e no método de Mohr é a prata. Os íons Ag^+ são altamente persistentes e tóxicos para saúde humana e organismos aquáticos (Sotiriou *et al.*, 2010). Tem uma tendência acentuada para acumular-se nos organismos vivos. Isso devido às suas propriedades químicas que permitem a sua absorção através de proteínas transportadoras das membranas celulares (Vélez *et al.*, 2017). Estas características peculiares de resíduos gerados na análise de DQO e o Método de Mohr geram um efluente com elevada toxicidade, metais pesados (Hg^{2+} , Fe^{2+} , Cr^{6+} e Ag^+) e corrosividade (presença de H_2SO_4), e por isso a sua classificação é de resíduos da classe I – Perigoso,

segundo NBR 10004:2004.

Quadro 1- Resíduos gerados no LAQAECO pelas disciplinas Química Analítica Qualitativa (QAQL), Química Analítica Quantitativa (QAQT) e atividades de pesquisas.

Grupo de cátions	Disciplina	Íons	Volume	Recipiente	Ano
1º Grupo	QAQL	Pb^{2+}, Ag^+, Hg_2^{2+}	48 mL	Tipo pet	2018
2º Grupo	QAQL	$As^{3+}, Cu^{2+}, Bi^{3+}, Cd^{2+}, Sb^{3+}, Sn^{2+}$	268 mL	Tipo âmbar	2016
3º Grupo	QAQL	$Fe^{2+}, Cr^{3+}, Al^{3+}, Ni^{2+}, Co^{2+}$	111 mL	Tipo âmbar	2018
4º Grupo	QAQL	Ba^{2+}, Ca^{2+}	11 mL	Tipo âmbar	2016
5º Grupo	QAQL	Mg^{2+}, Na^{2+}	15 mL	Tipo pet	2018
Método de complexação	QAQT	EDTA, NH_3 , CN^-	960 mL	Tipo pet	Desconhecido
Método de Mhor	QAQT	Cr^{6+}, Ag^+	4100 mL	Tipo âmbar	2016/2019
Método de DQO	Pesquisa (NATA)	Cr^{3+}, Ag^+, Hg^{2+}	3800 mL	Tipo âmbar	2019
Método de quantificação de cafeína	Pesquisa (NATA)	Cafeína, H_2SO_4	10,4 mL	Tipo âmbar	2020

Fonte: Autor

3.4. Elaboração do Manual de tratamento de resíduos do LAQAECO

Para elaboração de manual ilustrativo e didático foi necessário realizar o tratamento de uma amostra de resíduos in natura oriundo dos métodos de Mohr, de determinação DQO e da metodologia de quantificação de cafeína.

No tratamento de resíduos de DQO foi utilizada a metodologia proposta por Dallago et al., (2008), a metodologia é baseada em reações de precipitação seletiva, permitindo a separação eficiente do sólido gerado através das etapas de filtração, decantação ou centrifugação. Para cada elemento em solução (Ag^{2+} , Hg^{2+} , Cr^{6+}) foram empregados agentes precipitantes cuja escolha se deu com base nos valores das constantes de produto de solubilidade (K_{ps}) dos compostos formados (Tabela 2).

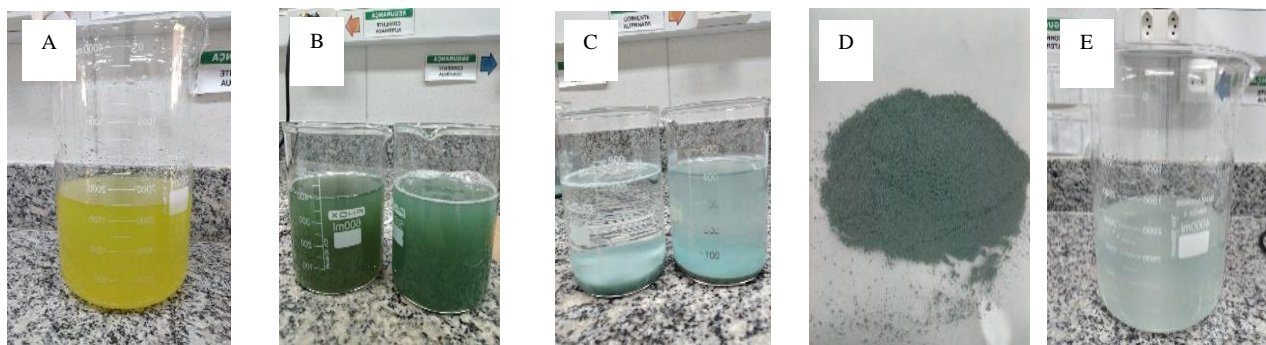
Tabela 2 – Os metais pesados e os seus respectivos precipitantes

Elemento	Agente precipitante	Composto gerado	K_{ps}
Ag^{2+}	NaCl	AgCl	$1,5 \times 10^{-10}$
Hg^{2+}	KI	HgI	$2,8 \times 10^{-29}$
Cr^{6+}	NaOH	$\text{Cr}(\text{OH})_3$	$2,9 \times 10^{-29}$

Fonte: Autor

Na redução do Cromo VI para Cromo III do resíduo de método de Mhor, foi empregado a metodologia descrita por Armour (2003). Estes processos consistem em reduzir o cromo por meio de uma reação de oxirredução a qual utiliza agentes redutores, a exemplo do Bissulfito de Sódio (NaHSO_3), em meio ácido (H_2SO_4). A Figura 4 apresenta as etapas do processo de tratamento dos resíduos do Método de Mohr.

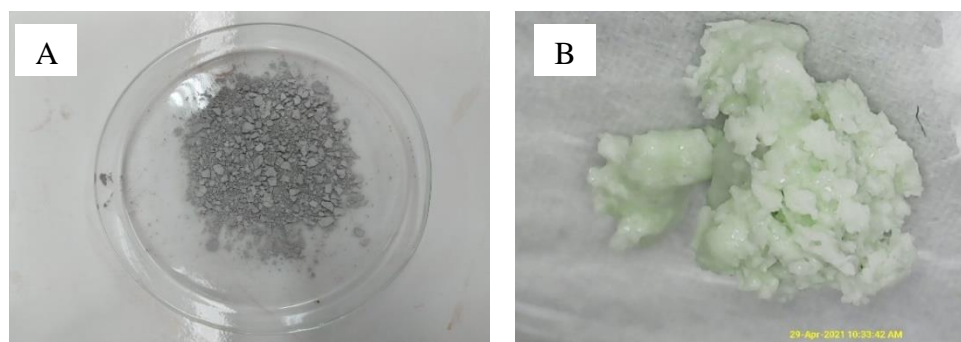
Figura 4 – Tratamento do resíduo do método de Mohr: A) Resíduo original contendo Cr^{6+} B) Adição de agente redutor NaHSO_3 ; C) Adição de NaOH e formação de precipitado; D) $\text{Cr}(\text{OH})_3$ sólido E) Solução do resíduo tratado.



Fonte: Autor

O procedimento para converter o precipitado de AgCl ao seu respectivo óxido (Ag_2O), em seguida reduzi-lo à prata metálica (Ag^0) e por último convertê-lo em AgNO_3 , foi realizado conforme descrito por Rosenbrock (2009). Este método faz uso do zinco granulado como agente redutor em meio básico com aquecimento e o ácido nítrico (HNO_3), empregado para transformar a prata metálica (Ag^0) em AgNO_3 (Figura 5).

Figura 5 – A) Precipitado de AgCl ; B) cristais de AgNO_3 , visto por microscópio óptico (1600 px)



Fonte: Autor

Para tratamento e recuperação de mercúrio, foi seguida a metodologia utilizada por Lopez (2006). Esse método consiste em precipitar o mercúrio usando agente precipitante, iodeto de potássio (KI) em uma agitação constante e sem ajuste do pH (permanecendo meio ácido), formando um precipitado HgI_2 de cor alaranjada. O precipitado é separado do sobrenadante por decantação ou filtração e está indicado na Figura 6. Esse processo é descrito de uma forma detalhada no Manual de tratamento de resíduo (anexo I) elaborado durante este trabalho.

Figura 6 – Precipitado de HgI₂



Fonte: Autor

Para o tratamento de resíduo oriundo de método de determinação de cafeína que contem ácido sulfúrico (H₂SO₄), foi seguido o procedimento descrito no Manual gerenciamento de Resíduos Químicos da Universidade de São Paulo (USP), Nesse manual é sugerido que os resíduos contendo ácidos (clorídrico, sulfúrico, nítrico, acético), que sejam neutralizados com uma base, acertando o pH entre (6,0 – 8,0) e descarte da solução neutralizada na pia sob água corrente.

Para os resíduos gerados pela disciplina de química analítica sugere a utilização da metodologia de tratamento por precipitação fracionada no manual do LAQUATEC, (Laboratório de Aerossóis, Soluções Aquosas e Tecnológicas), no referido manual, é proposta a precipitação desses metais (como sais insolúveis), A precipitação poderá ser realizada com soda cáustica NaOH, NaSiO₃, Na₂CO₃ e H₂S em excesso. Esse processo é descrito de forma detalhada no anexo I deste artigo.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Implementação do Laboratório de Química Analítica Ecológica - LAQAECO é um marco importante para Unilab, em especial para o Curso de Licenciatura em Química e demais áreas afins. O Manual elaborado para tratamento dos resíduos e a produção de água desmineralizada a partir de ares-condicionados pode servir como referência para os demais laboratórios da instituição. O Manual elaborado servirá de orientação para servidores e demais usuários de forma a reduzir o estoque de grandes volumes de resíduos tóxicos.

Além disso, a produção da água deionizada a partir dos aparelhos de ar-condicionado

apresenta benefício econômico e ambiental relevantes. Além de evitar o desperdício de água potável típico dos destiladores convencionais (tipo Pilsen), reduz os custos adicionais com energia elétrica.

Destaca-se que o LAQAECO deve ser dinâmico, no sentido da constante otimização de suas metodologias e processos de tratamento de resíduos. Buscando sempre atuar em conformidade aos princípios da Química verde nas atividades de ensino e pesquisa que ocorrerem nas suas dependências.

A implementação deste laboratório possui elevada importância na conscientização ambiental durante a formação dos alunos envolvidos nas atividades, nos programas de monitoria e bolsas de iniciação científica, tanto para os alunos brasileiros quanto os alunos internacionais. Em destaque para os alunos internacionais que poderão colaborar com respectivos países no desenvolvimento e implementação de novos laboratórios ambientalmente favoráveis.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o Instituto Nacional de Tecnologias Analíticas Avançadas-INCTAA CNPq/ FAPESP/ INCTAA (CNPq, Processo nº 465768/2014-8) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

ABREU, Daniela Gonçalves de; IAMAMOTO, Yassuko. Relato de uma Experiência Pedagógica no Ensino de Química: Formação Profissional com Responsabilidade Ambiental. *Química Nova*. Ribeirão Preto-SP, v.26, n. 4, 2002. Disponível em: <https://cutt.ly/MW5oCYC>. Acesso em: 14 jan. 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR. 10004: Resíduos Sólidos, Classificação, Rio de Janeiro, 2004. Disponível em: <https://cutt.ly/DW5akJZ>. Acesso em: 13 set. 2021.

ARMOUR, Margaret, Ann. Hazardous Laboratory Chemicals Disposal Guide. 3th: Boca Raton, FL: Lewis Publishers, 2003.

CARLETTO, Charlane Larissa; KALINKE Cristiane; RODRIGUES, Márcio Barreto. Recuperação de metais pesados oriundos de análises de demanda química de oxigênio (DQO),

como contribuição ao processo de gestão de laboratórios de ensino, pesquisa e prestação de serviços da utfpr. **Synergismus scyentifica**, Pato Branco, v.6, n.1, p. 2316-4689, 2010.

DALLAGO, Rogerio.Marco. DI LUCCIO, Marco. GOLUNSKI, Cátia; BATISTELLA, Luciane. Extraction and recovery of silver and mercury from cod-test residues using physico-chemical methods. **SciELO**, Alto Uruguai-Rs, V.13, n. 2, p.121-125, 2008. DOI: <https://cutt.ly/TW5Di3a>. Disponível em: <https://cutt.ly/dW5DxHh> . Acesso em: 15 set.2021.

GIMBERT, Frederic; VIJVER, Martina.; COEURDASSIER, Michael; Scheifler, Renaud; PEIJNENBURG, Willie.; BADOT, Pierre-Marie. How Subcellular Partitioning Can Help to Understand Heavy Metal Accumulationand Elimination Kinetics in Snails. **Environmental Toxicology & Chemistry**; Besançon/ France, Vol. 27 p.1284-1292. Jun. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1897/07-503.1>. Disponível em: <https://cutt.ly/5W5y6cC>. Acesso em: 12 jun. 2021.

KYLEFORS, Katarina. ECKE, Holger. LAGERKVIST, Anders. Accuracy of COD test for landfill leachates. **Water, Air and Soil Pollution**, Lulea, Sweden, v. 146, p. 153 – 169, 2003. Disponível em: <https://www.springer.com/journal/11270>. Acesso em 12 jan. 2021. Disponível em: <https://cutt.ly/cW72L7M> . Acesso em: 15 set. 2021.

LÓPEZ, Jorge Galán. Separación de plata, mercurio y cromo de residuos provenientes de los análisis de demanda química de oxígeno DQO. **Ingeniería y competitividad**, Cali, Colomb, v. 8, n. 2, p. 46–54, 2006. Disponível em: <https://cutt.ly/RW5KjU0>. Acesso em: 02 set.2021.

QUIMIS, Aparelhos, Científicos Ltda. Diadema [2021?]. Disponível em: <http://www.quimis.com.br/> Acesso em: 18 de maio de 2021.

ROSENBROCK, Ligia Cleia Casas. recuperação de prata e cromo dos resíduos gerados nos experimentos de titulações argentimétricas, 2009. 42 f. Trabalho de conclusão de curso (licenciatura em Química) - Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Curso de Química. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 2009. Disponível em: <https://cutt.ly/EW5IcGS>. Acesso em 17 set. 2021.

SILVA, Juliana. Monteiro; THEOPHILO, Henrique. Medeiros; SÁ, Simone Borges da Silveira. Tratamento de resíduo oriundo do método de Mohor. **Rev. Tchê-Química.**, porto alegre, v.12 n. 24, p. 1806-0302, 2015. Disponível em: <http://www.periodico.tchequimica.com>. Acesso em: 15 Fev. 2021.

SOLAB, Equipamentos para laboratórios. Paraná [2021?]. Disponível em: <https://www.solabcientifica.com.br/destilador-agua-laboratorio>. Acesso em: 30 Mar. 2021.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. Gerenciamento de resíduos químicos normas e procedimentos gerais. São Paulo. Disponível em: <https://cutt.ly/AW7cICb/>. Acesso em: 20 set. 2021.

WORLD HEALTH ORGANIZATION EXPOSURE. to Mercury: a Serious Problem Of Public Health: disease prevention through healthy environments. Genebra, Suíça, 2021. Disponível em: <https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/340715/9789240025172-por.pdf> Acesso em: 08 out. 2021.

BRASIL. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais INPE. Normas de procedimentos para separação, identificação, acondicionamento e tratamento de resíduos químicos do laboratório de aerossóis, soluções aquosas e tecnologias – laquatec: conselho de editoração. Disponível em: <https://analiticaqmresiduos.paginas.ufsc.br/files/2013/10/IMPE.pdf>. Acesso em: 28 jan. 2021.

GAI, Ke; AVELLAN, Strid; HOELEN, Thomas P.; LOPEZ-LINARES, Francisco; HATAKEYAMA, Evan S.; LOWRY, Gregory V. Impact of mercury speciation on its removal from water by activated carbon and organoclay. **Water. Rev Water Research; Pensilvânia**. V. 157, p 600–609, 2019. Disponível em: <https://rb.gy/cpjh4r>. Acesso em: 15 de out 2021.

DHIVYA Egambaram; MAGADEVAN Deviga; PALGUNA Yasam; MISHRA Trilochan; NOOR Aman. Synthesis of titanium based hetero mof photocatalyst for reduction of Cr (VI) from wastewater. Chennai, tamilnadu, India **Rev. Environ. Chem. Eng.** V. 7, p. 103-240, 2019. Disponível em: <https://cutt.ly/pRzpcLr>. Acesso em: 12 de set 2021.

O'CONNOR david; DEYI Hou; YONG Sik Ok; MULDER Jan; LEI Duan; QINGRU Wu; WANG Shuxiao; TACK Filip M G; RINKLEBE Jörg. Mercury speciation, transformation, and transportation in soils, atmospheric flux, and implications for risk management: A critical review. Wisconsin, **Rev. Environ. Int.** V.126, p.747–761, 2019. Disponível em: <https://cutt.ly/cRzzueD>. Acesso em: 09 out, 2021.

ARUN B. Mukherjee; RON Zevenhoven; JENS Brodersen; LARS D. Hylander; PROSUN Bhattacharya. Mercury in waste in the European Union: Sources, disposal methods and risks.

Helsinki Finlândia. **Rev. Conserv. Recycl.** V.42, p.155–182, 2004. Disponível em: <https://core.ac.uk/download/pdf/14900221.pdf>. Acesso em: 20 out 2021.

Dias S. L. Pereira., Vaghetti J. C. Pacheco., Lima É. Cláudio., Brasil J.Lima., Pavan F. André. **Química Analítica: Teoria e Prática Essenciais**. 1. ed. porto Alegre: Bookman Editora, 2016.

Quimis. Aparelhos Científicos Ltda. Disponível em: <<https://www.quimis.com.br/>> Acesso em: 18 de maio 2021.

SOTIRIOU, G.; PRATSINIS, S. Antibacterial activity of nanosilver ions and particles. *Environmental science & technology*.V.14, p.5654-5693, 2010. DOI: <https://doi.org/10.1021/es101072s>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/es101072s>.

TENÓRIO, C.N.; MAIA, A. C. S.; SILVA, A, C.; Avaliação da Água Condensada em aparelhos de ar-condicionado do IFPE-campus Garanhuns para uso na irrigação de hortas verticais. *In: I CONGRESSO INTERNACIONAL DO MEIO AMBIENTE E SOCIEDADE*, 09. / 08., 2019, Campina Grande, PB. **Anais...** Paraíba: CONIMAS, 2019. Disponível em: https://www.editorarealize.com.br/editora/anais/conimas-e-conidis/2019/TRABALHO_EV133_MD1_SA39_ID1467_01112019134818.pdf.

DE CONTO, S. M. **Gestão de resíduos em universidades**, 1. ed., Caxias do Sul, Rosa de Ventos Editora, 2010.

VÉLEZ, Paolin Rocio Cáceres. Nanopartículas de Prata na Presença de Ácido Húmico em Meio Aquoso: caracterização físico-química e avaliação toxicológica em modelo zebrafish (*Danio rerio*). 2017. 70 f. Tese (Doutorado Acadêmico Em Biologia Animal)- Instituto de Ciências Biológicas, Universidade de Brasília, Brasília, DF, 2017. Disponível em: https://repositorio.unb.br/bitstream/10482/23509/1/2017_PaolinRocioC%c3%a1ceresV%c3%a9lez.pdf.

OBJETIVOS DE DESENVOLVIMENTO SUSTENTÁVEL, ODS. Disponível em: <<https://www.ipea.gov.br/ods/ods12.html>> Acesso em: 20 Novembro 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR. 12235: Armazenamento de resíduos sólidos perigosos, Rio de Janeiro, 2018. Disponível em: <<https://cutt.ly/rTO8j9d>> Acesso em: 20 Novembro 2021.

BREDA, E. M.; Água grau reagente para laboratórios e outros fins especiais. Disponível em:<
<https://bit.ly/3roX30v> > Acesso em: 23 Novembros 2021.

BRASIL. Resolução de CONAMA Nº 357, de 17 de Março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de Água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. Disponível em: <https://bit.ly/3DQ4Wz7> Acesso em: 24 Novembros 2021.

AMARAL, Souzaana.; MACHADO, Patrícia. F. L.; PERALBA, Maria Carmo.; CAMARA, Maria. Regina.; SANTOS, Tatiana.; BERLEZE, Ana Lúcia.; FALCÃO, Humberto. Luciano. Relato de uma experiência: recuperação e cadastramento de resíduos dos laboratórios de graduação do instituto de química da Universidade Federal do Rio Grande. **SciELO.**, Porto Alegre, v.24, n.3, p.419-423, out. 2001. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422001000300022>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/k6bGd55JMhKb8WmMRFgBCFr/?lang=pt> . Acesso em: 19 out 2021.

SILVA, Juliana. Monteiro. THEOPHILO, Henrique Medeiros., SIMONE, Borges. Da Silveira. tratamento de resíduo oriundo do método de Mohor. **Revista Tchê-Química**, porto alegre, v.12, n. 24, p. 1806-0302, jul. 2015. Disponível em: http://www.progere.ufc.br/wcontent/uploads/2015/10/Revtchequimica_trat_resid_met_mohr_encapsulamento.pdf. Acesso em: 15 fev.2021.

ANEXO-I



UNIVERSIDADE DA INTEGRAÇÃO INTERNACIONAL DA LUSOFONIA AFRO-BRASILEIRA UNILAB

INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA

LICENCIATURA EM QUÍMICA

**MANUAL DO LAQAECO PARA TRATAMENTO E RECUPERAÇÃO DE RESÍDUOS DAS DISCIPLINAS E
ATIVIDADES DE PESQUISA**

Elaborado: Ibraima Djalo

Orientação: Profa. Dra. Livia Paulia Dias Ribeiro

Colaboradores: Dra. Ethanielda Coelho e Dra. Camila Peixoto

2021

SUMÁRIO

1. RESÍDUO DO MÉTODO DE MOHR	24
2. TRATAMENTO E RECUPERAÇÃO DE RESÍDUOS DE MÉTODO DE DQO.....	27
3. CAFEÍNA.....	29
4. RESÍDUOS DAS AULAS DE QUÍMICA ANALÍTICA QUALITATIVA.....	Erro! Indicador não definido.

1 1. RESÍDUO DO MÉTODO DE MOHR

2 1.1 Resíduos de Prata (Ag)

3 Separação do resíduo por decantação

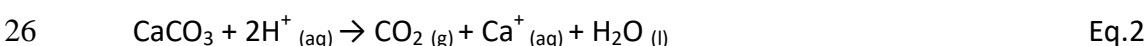
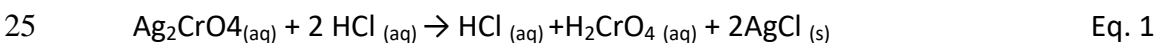
- 4 a) Separar por decantação, o sobrenadante do resíduo de método de Mohr e o seu
5 respectivo precipitado e armazenar em um béquer o precipitado;
- 6 b) Testar com gotas de HCl 1 mol L⁻¹, observa se ainda ocorre precipitação de AgCl, Se
7 necessário, adicionar mais HCl à totalidade do líquido. Misturar e deixar em repouso.
8 Enquanto necessário, repetir sucessivamente esta operação, até que o sobrenadante
9 não forme mais precipitado caso houver a precipitação repita o procedimento
10 novamente até que não precipita mais.
- 11 c) Armazenar o líquido sobrenadante para realizar o tratamento de Cr⁶⁺.

12 Limpeza dos precipitados com HCl 0,1 mol L⁻¹

- 13 a) Proceder sucessivas lavagens do precipitado de AgCl com solução de HCl 0,1 mol L⁻¹ ;
- 14 b) Em seguida, dividir o precipitado pastoso em diferentes tubos de ensaio;
- 15 c) Adicionar dez gotas de HCl 0,1 mol L⁻¹ e centrifugar a (800 RPM/ 5min). Repetir esse processo
16 por três vezes até a coloração da solução cromato (amarela) se tornar incolor.

17 Pre-tratamento do precipitado AgCl_(s) com HCl 1mol L⁻¹(casos onde existam cromato de prata e 18 carbonato de cálcio como contaminante misturado ao precipitado)

- 19 a) Lavar precipitado de AgCl_(s) usando HCl 1 mol L⁻¹, com uma quantidade três (3) vezes
20 maior que o volume do precipitado (por exemplo: se o precipitado ocupar volume de 1mL,
21 deve-se adicionar 3mL de HCl 1 mol L⁻¹).
- 22 b) Deixar o sistema sob agitação em temperatura ambiente por um período de 3h horas, para
23 que o cromato de prata possa convertido a cloreto de prata (Eq. 1) e dissolução do
24 carbonato de cálcio (Eq. 2);

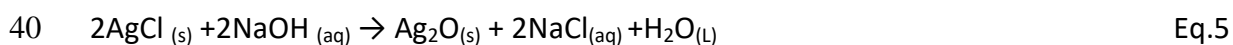
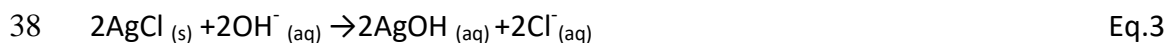


27 **Pré-tratamento dos Precipitados AgCl com HCl 0,5 mol L⁻¹**

- 28 a) Adicionar o HCl 0,5 mol L⁻¹, em quantidade de 2 vezes mais que o volume do precipitado
29 (por exemplo: se o precipitado ocupar volume de 1mL, deve-se adicionar 2 mL de HCl 1 mol L⁻¹
30 ¹;
- 31 b) Deixar o sistema sob agitação na chapa aquecedora a temperatura ambiente, por um
32 período de 2 horas.

33 **Conversão do precipitado de AgCl_(s) em Ag₂O.**

- 34 a) Adicionar Sobre amostra em um béquer 20 mL de NaOH de 3mol L⁻¹;
- 35 b) Deixar a solução em digestão a 100 °C na chapa aquecedora por 1 hora depois de
36 resfriar, separar o sobrenadante do precipitado por decantação. Esta etapa é
37 representada por equações parciais 3 e 4, ou pela equação total (Equação 5).



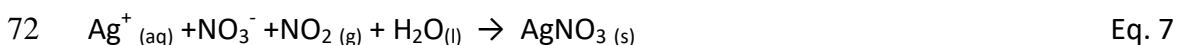
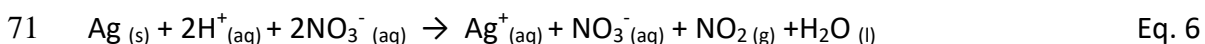
41 **Conversão de Ag₂O (s) em Ag (utilizando zinco Granulado)**

- 42 a) Adicionar 20 mL de NaOH 1mol L⁻¹ ao precipitado de Ag₂O_(s) e em seguida aquecer a
43 solução até 70°C, adicionar 2g de zinco granulado e mantenha essa temperatura, sob
44 agitação na chapa aquecedora por 30 min.
- 45 b) Percebe-se logo a redução de Ag₂O em prata metálica Ag⁰ atreveis de uma coloração
46 clara do precipitado, que torna o material granulado que permanece no fundo de
47 béquer.
- 48 c) Após resfriar, separar o sobrenadante do precipitado e centrifugar ou decantar
49 sobrenadante;
- 50 d) Lavar o precipitado com água gelada por várias vezes, até que apresenta uma
51 aparência incolor. O precipitado resultante é formado por prata metálica;
- 52 e) Coloca o precipitado para secar a 50 °C, primeiramente na chapa aquecedora, e
53 depois na estufa por 24 horas.

54 **Conversão de Ag⁰ em AgNO₃**

- 55 a) Sobre a prata metálica seca, adicionar um volume de 10 mL de HNO₃ 8 mol L⁻¹ e
56 aqueça levemente esta solução, inicialmente em temperatura de 60 °C até que o
57 precipitado dissolva e a liberação de um vapor castanho NO_{2(g)} e aumenta
58 gradativamente a temperatura, com adição de gotas de água destilada até que a
59 solução torna translúcida;
- 60 b) Mantenha solução a 100 °C por 1 hora na chapa aquecedora e em seguida adicionar
61 gotas de água destilada para manter o volume do líquido.
- 62 c) Mantenha a solução em aquecimento por 100°C até diminuir a altura do volume do líquido;
- 63 d) Transferir o béquer para outra chapa com o aquecimento moderado 60 °C até secar
64 completamente;
- 65 e) Depois de esfriar acrescentar um pouco da água, colocar o béquer novamente na chapa
66 com aquecimento de (60 °C), até secar completamente;
- 67 f) Repetir esse processo por três vezes, para eliminar completamente o ácido nítrico e as
68 contaminações de NO_{2(g)} absorvidos nos cristais de nitrato de prata.

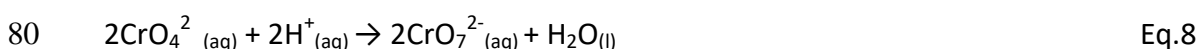
69 A dissolução de prata por ácido nítrico é representada pela equação 6 e a evaporação da solução
70 resultante na formação dos cristais de nitrato de prata é representado na equação 7.



- 73 g) Em seguida colocar o béquer para secar na estufa a 70 °C até o dia seguinte. Por último
74 recolher o precipitado de nitrato de prata e armazenar em um frasco escuro.

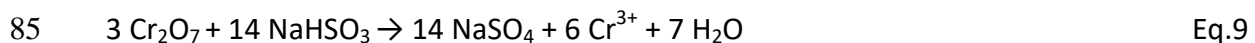
75 **1.2. Tratamento de cromo Hexavalente Cr⁶⁺**

- 76 a) Colocar em um béquer um volume de aproximadamente 400 mL do sobrenadante (K₂CrO₄²⁻),
77 adicionar 10 ml de H₂SO₄ 3mol L⁻¹.
- 78 b) Observa que a cor da solução mudará de amarelo para laranja cores característicos de
79 cromato como é representado na equação 8.



81 c) Adicionar 1g de Bissulfito de sódio sólida, no béquer contendo 400 mL e observa que a
82 solução vai mudar de cor, laranja para verde, devido à redução de Cr^{6+} para Cr^{3+} .

83 d) Adicionar algumas gotas H_2SO_4 3 mol L^{-1} até observar que a coloração permaneça um
84 verde constante, representado na equação nove 9.



86 e) Depois de 20 minutos, adicionar 6 g de carbonato de sódio na solução contendo 400
87 mL até pH básico (testar com papel indicador);

88 f) Adicionar mais 10 gotas de NaOH 6 mol L^{-1} . Deixar a solução em repouso por 2 horas,
89 para completar a precipitação do cromo (III) na forma de hidróxido de cromo. Esta
90 etapa é representada na equação 10.



92 g) Separar o sobrenadante e o precipitado por meio de decantação;

93 h) Transferir o precipitado para um béquer, filtrar o precipitado para escorrer toda a água por
94 gravidade o que geralmente demora até o dia seguinte;

95 i) Colocar o filtrado na placa de petri e leva a estufa (60°C), deixa permanecer até o dia seguinte
96 para secar. Depois de seco transferir o precipitado para um recipiente de armazenamento
97 devidamente identificado.

98 **2. Tratamento e recuperação de resíduos de Método de DQO**

99 **2.1. Prata (Ag^+)**

100 a) Adicionar 20 mL de cloreto de sódio (NaCl) 3 mol L^{-1} para cada 600 mL da solução residual
101 da DQO, para precipitar a prata. Misturar, neste ponto a solução apresentará um aspecto
102 leitoso, devido à formação do precipitado $\text{AgCl}_{(\text{s})}$;

103 b) Testar se o sobrenadante ainda contém prata, com a adição de cloreto de sódio NaCl a um
104 pouco do sobrenadante. Se necessário, adicionar mais NaCl à totalidade do líquido. Misturar
105 e deixar em repouso. Enquanto necessário, repetir sucessivamente esta operação, até que o
106 sobrenadante não forme mais precipitado;

107 c) Deixar a mistura resultante permanecer em repouso por pelo menos 20 horas ao abrigo

108 da luz.

109 d) Transcorrido o período de 24 horas, separar, por decantação ou por filtração, o
110 sobrenadante e o sólido precipitado;

111 e) Lavar o precipitado com HNO_3 $0,01 \text{ mol L}^{-1}$, até a obtenção de um líquido residual incolor.
112 Após esta etapa, coletar o AgCl em um béquer.

113 **Obs:** para transformar o cloreto de prata AgCl em nitrato de prata AgNO_3 , seguir o
114 procedimento descrito na recuperação de prata descrito no Método de Mohr.

115 **2.2. Mercúrio (Hg)**

116 a) Adicionar aproximadamente 10 ml de iodeto de potássio (KI), $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ Sem ajuste de pH
117 Para 400 mL de líquido residual oriundo da precipitação da prata.

118 b) testar se o sobrenadante ainda contém mercúrio, com a adição de KI a um pouco do
119 sobrenadante. Se necessário, adicionar mais KI à totalidade do líquido. Misturar e deixar em
120 repouso. Enquanto necessário, repetir sucessivamente esta operação, até que o
121 sobrenadante não forme mais precipitado;

122 c) Deixar a solução em repouso por 24 horas em seguida filtrar o precipitado alaranjado e
123 secar a 100°C na estufa.



125 **2.3. Cromo Hexavalente Cr^{+6}**

126 a) Adicionar 20 ml de hidróxido de sódio 6 mol L^{-1} lentamente e com agitação, até a
127 precipitação do cromo (III).

128 b) Ajustar o pH da solução residual, entre 9 e 10;

129 c) Deixar em repouso por até 24 horas ou até ocorrer à separação total das duas fases. Filtrar
130 o sobrenadante com papel filtro;

131 d) Secar o precipitado hidróxido de cromo $\text{Cr}(\text{OH})_3$ na estufa a 80°C ;

132 e) Recolher o precipitado e guarda num frasco devidamente etiquetado.



134

3. CAFEÍNA

135

a) Para neutralizar os resíduos contendo cafeína com mistura de ácido sulfúrico H_2SO_4 ,
136 colocar 500 ml de solução residual em um béquer;

137

b) Adicionar mistura de bicarbonato de sódio $NaHCO_3$ com $CaCO_3$;

138

c) Acertar o pH na faixa entre 07e 08. Verificar com o papel indicador, então descartar
139 a solução sob água corrente.

140

4. Resíduo das aulas pratica

141

Sugestões de tratamentos

142

O Resíduo de aulas Pratica da disciplina de química analítica qualitativa podem ser
143 precipitadas como sais insolúveis, em seguida filtrar e recolher o sólido em recipientes
144 separados.

145

O resíduo do 1º grupo com a exceção de Chumbo deve ser tratado seguindo a metodologia
146 de tratamento do resíduo do método de DQO. A seguir serão propostas as metodologias de
147 tratamento dos resíduos dos grupos 1º 2º, 3º e 4º. O 5º grupo não necessita de tratamento,
148 podendo ocorrer descarte direto na pia. A precipitação destes metais poderá ser realizada
149 com soda cáustica $NaOH$, $NaSiO_3$, Na_2SO_4 ou H_2S em excesso.

150

É necessário realizar análise quantitativa dos metais presentes nas soluções sobrenadantes
151 depois de tratamento por meio de técnica de espectrometria de absorção atômica, e
152 observando as quantidades necessárias para descarte estabelecido pela (CONAMA
153 357/2005) para depois neutralizar e descarta-los na pia.

154

GRUPO 1º

155

Sais de chumbo

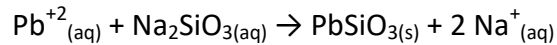
156

a) Adicionar Solução 0,1% de metasilicato de sódio $NaSiO_3$ sob agitação em solução
157 contendo sais de chumbo;

158

b) Ajustar pH em torno de 7,0 com H_2SO_4 2 mol L^{-1} deixar a solução em repouso por
159 uma noite. Filtrar ou evaporar na capela e coletar o material sólido e guardar num frasco
160 devidamente identificado.

161



162

163

164

GRUPO 2º

165

Sais de arsênio

166

a) Adicionar a solução de HCl 1 mol L⁻¹ na solução contendo arsênio;

167

b) Aquecer até a ebulição;

168

c) Adicionar a solução 1% de tioacetamida CH₃CSNH₂ sob agitação e ebulição por 20

169

minutos;

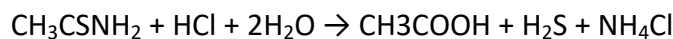
170

d) Neutralizar a solução sobrenadante com NaOH;

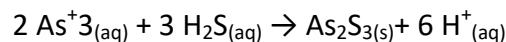
171

e) Filtrar o precipitado e descartar sobrenadante (fator de diluição 10 vezes);

172



173



174

Sais de estanho

175

a) Adicionar uma quantidade suficiente da solução de Hidróxido de sódio NaOH 6 mol L⁻¹ sob agitação em solução contendo sais de estanho em um béquer;

176

177

b) Ajustar o pH em torno de 7.0 a 8.0;

178

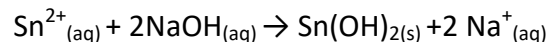
c) Deixar o precipitado decantado por pelo menos 24 horas.

179

d) Seifonar o sobrenadante e levar o precipitado a estufa para secar a 80 °C, recolher o precipitado, guardar em um frasco e rotular.

180

181



182

Sais de Bismuto

183

a) Adicionar a solução de Hidróxido de sódio NaOH 6 mol L⁻¹ sob agitação em solução contendo sais de bismuto em um béquer;

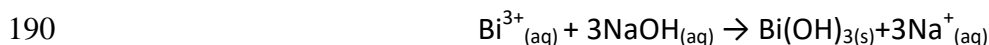
184

185

b) Ajustar o pH em torno de 7,0;

186 c) Deixar o precipitado decantado por pelo menos 24h, transcorrido esse período Seifonar
187 o sobrenadante.

188 d) Levar o precipitado para secar na estufa a 80 °C, em seguida recolher o precipitado e
189 guardar num frasco devidamente identificado.



191

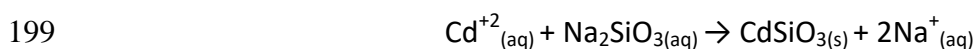
192 **Sais de cádmio**

193 a) Adicionar Solução 0,1% de metasilicato de sódio sob agitação em solução contendo
194 sais de cádmio;

195 b) Ajuste pH em torno de 7,0 com H_2SO_4 2 mol L^{-1} ;

196 c) Aquecer a 80 °C por 15 minutos deixar a solução em repouso por 24 horas;

197 d) Filtrar ou evaporar em capela e coletar o material sólido e guardar em um frasco
198 devidamente identificado.



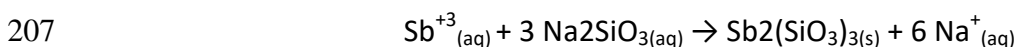
200 **Sais de antimônio**

201 a) Adicionar Solução 0,1% de metasilicato de sódio sob agitação em solução contendo
202 sais de antimônio;

203 b) Ajuste pH em torno de 7,0 com H_2SO_4 2 mol L^{-1}

204 c) aquecer a 80 °C por 15 minutos deixar solução em repouso por uma noite;

205 d) filtrar ou evaporar na capela e coletar o material sólido, ou seja, o precipitado e
206 guardar em frasco identificado.

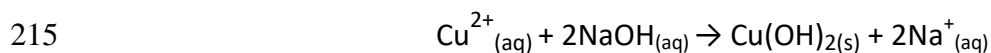


208

209 **Sais de cobre**

210 a) Adicionar resíduo contendo cobre em um béquer adequado;

- 211 b) Ao béquer contendo o resíduo, adicionar com o auxílio de uma pipeta de 10 mL de NaOH
212 5 mol L para cada 100 ml de resíduo ajustar o pH entre 7,0 á 8,0;
213 c) Filtrar o precipitado e levar para desidratar na estufa por cerca de 1 hora a 80 °C;
214 d) Recolher o precipitado e armazenar em um frasco etiquetado.



216

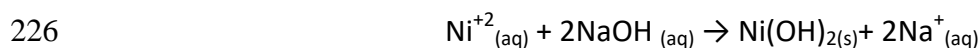
217

218

GRUPO 3º

219 Sais de níquel

- 220 a) Adicionar a quantidade suficiente de hidróxido de sódio 6 mol L para precipitar o níquel;
221 b) Ajustar o pH na faixa de 7,0 – 8,0;
222 b) testar sobrenadante com solução 1% de dimetilglioxima em 1-propanol, cor vermelha
223 indica presença de níquel;
224 c) filtrar o precipitado e secar na estufa, por último recolher o filtrado e guardar em frasco
225 identificado.



227 Sais de Ferro

- 228 a) Adicionar sob agitação o hidróxido de sódio 6mol L⁻¹ em um béquer ao resíduo
229 contendo sais de ferro;
230 b) Ajustar o pH até o 7.0;
231 c) Deixar o sistema em repouso até o dia seguinte;
232 d) Separar por decantação ou filtração o precipitado e sobrenadante;
233 e) Secar na estufa a 80 °C, recolher o precipitado seco e guardar em frasco identificado.



235 Sais de Alumínio

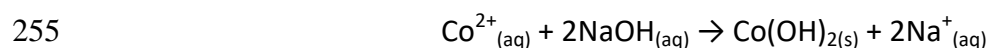
- 236 a) Adicionar sob agitação o hidróxido de sódio 6 mol L⁻¹ ao resíduo contendo sais de
237 Alumínio;
- 238 b) Ajustar o pH entre 7,0 a 8,0;
- 239 c) Deixar a solução em repouso por 24 horas, em seguida separar o precipitado e o
240 sobrenadante por filtração;
- 241 d) Colocar o papel filtro sobre folha de papel alumínio, em assadeira ou vidro de relógio
242 secar em estufa á 100 °C e recolher o precipitado seco e guardar num frasco
243 devidamente identificado.



245

246 **Sais de cobalto**

- 247 a) Adicionar sob agitação a solução de hidróxido sódio 6 mol L⁻¹ ao resíduo contendo
248 sais de cobalto;
- 249 b) Ajustar o pH até 8.0;
- 250 c) Deixar a solução em repouso por 24 horas, ou seja, até o dia seguinte;
- 251 d) Separar o precipitado e o sobrenadante por filtração;
- 252 e) Colocar o papel filtro sobre folha de papel alumínio, em assadeira ou vidro de relógio
253 secar em estufa e recolher o precipitado seco guardar num frasco devidamente
254 identificado.



256

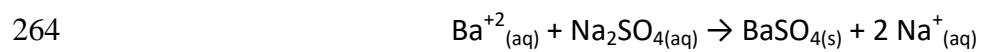
257 **GRUPO 4°**

258 **Sais de bário**

- 259 a) Adicionar sob agitação, solução 10% de sulfato de sódio ao resíduo contendo sais de
260 Bário em repouso;
- 261 b) Verificar se a precipitação foi quantitativa. Filtrar o sobrenadante diluir em 5 vezes

262 neutralizar e descartar na pia ou evaporar em capela;

263 c) Recolher o precipitado e guardar num frasco identificado.



265

266 Redução de Ag_2O para Ag^0 usando agente redutor zinco Granulado