



## Tratamento de Resíduos - Procedimentos Experimentais

Aula 01:

Caracterização preliminar de resíduos químicos não identificados (RNI) - Testes qualitativos

A caracterização de resíduos não identificados (RNI) é parte importante em um Plano de Gestão de Resíduos. O objetivo principal é priorizar sempre o reciclo e o reuso de tudo que for possível, bem como facilitar a aplicação de tratamento e o trabalho de correta destinação final (incineração ou aterro).

Este roteiro traz uma série de testes simples que podem ser usados na caracterização preliminar de resíduos. Estes testes preliminares também podem ser utilizados para identificar frascos sem rótulos, mas que podem conter reagentes caros, ainda íntegros, neste caso convém devotar um tempo maior em processos mais amplos de caracterização.

Teste Nº 01 Reatividade com o ar.

Teste Nº 02 Reatividade com a água.

Teste Nº 03 pH.

Teste Nº 04 Presença de Cianeto.

Teste Nº 05 Resíduo oxidante.

Teste Nº 06 Resíduo redutor.

Teste Nº 07 Solubilidade em água.

Teste Nº08 Presença de compostos aromáticos.

Teste Nº09 Inflamabilidade.

Teste Nº10 Presença de halogêneos.

Teste Nº11 Presença de sulfetos.

### Procedimentos:

Teste Nº 01 Reatividade com o ar: Amostra de RNI 1 mL (em vidro de relógio).

Procedimento: Deixe exposto ao ar (na capela) observe se ocorre alguma imediata evidência de alteração ou reação. Deixe por 1 ou duas horas para observar se ocorre alteração de cor ou evaporação.

Teste Nº 02 Reatividade com a água: Amostra de RNI 1 mL (em vidro de relógio).

Procedimento: Adicione lentamente 5 gotas de água e observe se ocorre alguma imediata evidência de alteração ou reação: (formação de chama, liberação de gás). Adicione mais 15 gotas e deixe por uma ou duas horas para observar se ocorre alteração.

Teste Nº 03 pH: Amostra de RNI 1 mL (em placa cerâmica ou vidro de relógio).

Teste Nº 03.1: Adicione 1 gota de fenolftaleína, cor rosa: indica resíduo alcalino.

Teste Nº 03.2: Adicione 1 gota de vermelho de metila, cor vermelha: indica resíduo ácido.

Teste Nº 03.3: Adicione 1 gota de indicador universal. Ou papel indicador universal, cor verde indica pH 7 (neutro) (utilize uma escala de pH para comparação).

pH < 2 ácido	2 > pH < 7 solução aquosa ácida	7 neutro	7 > pH < 12 solução aquosa alcalina	pH > 12 álcalis
-----------------	---------------------------------------	-------------	---	--------------------

Teste 03.4: Em tubo de ensaio:

- a) Se o pH for menor que 7: em 2 mL do RNI adicione 1 gota de fenolftaleína e adicione lentamente gotas de NaOH  $0,1 \text{ Mol.L}^{-1}$  ou  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  (anote o número de gotas utilizado até a mudança de cor). Repetir o teste sem indicador: em 2 mL do RNI adicione lentamente o número de gotas de NaOH anotado mais duas gotas de NaOH  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e observe se ocorre alteração ou reação, formação de precipitado, mudança de cor, liberação de gás, deixe por uma ou duas horas para observar a reação.
- b) Se o pH for maior que 7: em 2 mL do RNI adicione 1 gota de vermelho de metila e adicione lentamente gotas de HCl  $0,1 \text{ Mol.L}^{-1}$  ou  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  (anote o número de gotas utilizado até a mudança de cor). Repetir o teste sem indicador: em 2 mL do RNI adicione lentamente o número de gotas de HCl anotado mais duas gotas de HCl  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e observe se ocorre alteração ou reação, formação de precipitado, mudança de cor, liberação de gás, deixe por uma ou duas horas para observar a reação.

Teste N° 04 Presença de Cianeto: Amostra de RNI 2 mL (em tubo de ensaio).

Procedimento para RNI alcalino ou neutro: Adicionar 5 gotas de NaOH  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e 50 mg de sulfato ferroso. Deixar em digestão por 15 minutos em aquecimento brando (banho Maria). Depois deixar esfriar e adicionar gota a gota ácido sulfúrico 1 M até dissolver o hidróxido formado. A formação do azul da prússia indica teste positivo.

Procedimento para RNI ácido: Neutralizar utilizando o número de gotas anotado no teste 03.4a, e adicionar mais 5 gotas de NaOH  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e 50 mg de sulfato ferroso. Deixar em digestão por 15 minutos em aquecimento brando (banho Maria). Depois deixar esfriar e adicionar gota a gota ácido sulfúrico 1 M até dissolver o hidróxido formado. A formação do azul da prússia indica teste positivo.

Identificada a presença de cianeto recomenda-se fazer o tratamento deste resíduo, antes de fazer outros testes de identificação.

Teste N° 05 Resíduo oxidante: Amostra de RNI 1 mL (em placa cerâmica ou vidro de relógio)

Procedimento:

Teste 05.1:

Para RNI alcalino ou neutro: adicione 10 gotas de NaOH  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e 50 mg de sulfato de manganês (ou 5 gotas de solução saturada de nitrato de manganês). A formação de cor escura indica resíduo oxidante. Anote a cor inicial e a cor após 1 hora.

Para RNI ácido: neutralize o resíduo (utilize a referência do número de gotas do teste 03.4a) e adicione 10 gotas de NaOH  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e 50 mg de sulfato de manganês (ou 5 gotas de solução saturada de nitrato de manganês). A formação de cor escura indica resíduo oxidante. Anote a cor inicial e a cor após 1 hora.

Teste 05.2:

Para RNI alcalino ou neutro: adicione 50 mg de sulfato ferroso. A formação de cor amarelo escuro indica resíduo oxidante. Anote a cor inicial e a cor após 1 hora.

Para RNI ácido: neutralize o resíduo (utilize a referência do número de gotas do teste 03.4a) e adicione 50 mg de sulfato ferroso. A formação de cor amarelo escuro indica resíduo oxidante. Anote a cor inicial e a cor após 1 hora.

Teste N° 06 Resíduo redutor: Amostra de RNI 1 mL (em tubo de ensaio).

Procedimento:

Para RNI neutro ou ácido: Adicione 10 gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e 10 gotas solução de dicromato de potássio  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$ . A alteração de cor laranja para azul indica resíduo redutor. Anote a cor inicial e a cor após 1 hora.

Para RNI alcalino: neutralize o resíduo (utilize a referência do número de gotas do teste 03.4b) e Adicione 10 gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$  e 10 gotas solução de dicromato de potássio  $1,0 \text{ Mol.L}^{-1}$ . A alteração de cor laranja para azul indica resíduo redutor. Anote a cor inicial e a cor após 1 hora.

Teste N° 07 Solubilidade em água: Amostra de RNI 1 mL (em tubo de ensaio).

Procedimento:

Teste 07.1: Adicione 2 mL de água, agite e observe o número de fases. Observe também a posição das fases.

Se o resíduo for totalmente solúvel em água será observada apenas uma fase, indicando que as substâncias presentes são inorgânicas ou orgânicas polares. Se for observado duas fases com o mesmo volume significa que o RNI é insolúvel em água. Se o RNI for parcialmente solúvel pode ocorrer 2 fases com volumes diferentes neste caso repetir o teste como descrito a seguir:

Teste 07.2

Coloque 50 mL de água (V1) em uma proveta de 100 mL. Adicione 50 mL de RNI (V2), agite bem. A diferença entre V2 – V1 representa o volume de RNI solúvel em água, assim determine o percentual de solubilidade do RNI.

Teste N°08 Presença de compostos aromáticos:

Amostra de RNI gotas (em placa cerâmica ou vidro de relógio)

Procedimento:

Coloque inicialmente uma espátula média de Sulfato de cálcio (gesso ou giz) sólido. Adicione 5 gotas de formaldeído e 5 gotas do RNI. Em seguida adicione lentamente 5 gotas de ácido sulfúrico concentrado. A formação de cor indica a presença de compostos aromáticos.

Teste N°09 Inflamabilidade: Amostra de RNI 1 mL (em capsula ou cadinho de porcelana).

Procedimento: Coloque o cadinho de porcelana dentro da capela, ou dentro de um béquer grande (2 Litros) mantenha distância de reagentes, papel ou qualquer material que possa propagar o fogo. Acenda uma vela e com auxílio de um palito de churrasco leve a chama até a cápsula e observe se inflama e mantém a chama depois de afastar o palito.

Teste N°10 Presença de halogêneos: Amostra de RNI 10 gotas (em capsula ou cadinho de porcelana).

Procedimento:

Para RNI inflamável: Acenda uma vela. Pegue um fio de cobre com algumas voltas em formato de mola, leve ao fogo da vela e deixe queimar por alguns segundos algumas vezes até queimar totalmente a camada de polímero do fio, em seguida deixe esfriar dentro de um béquer vazio.

Coloque o cadinho de porcelana com a amostra dentro da capela, ou dentro de um béquer grande de 2 Litros (mantenha distância de reagentes, papel ou qualquer material que possa propagar o fogo).

Depois mergulhe o fio de cobre queimado na amostra dentro do cadinho de porcelana e com auxílio de um palito de churrasco leve a chama da vela até a cápsula e observe. A formação de chama com cores verde ou azul indica teste positivo.

Para RNI não inflamável: Acenda uma vela. Pegue um fio de cobre com algumas voltas em formato de mola, leve ao fogo da vela e deixe queimar por alguns segundos algumas vezes até queimar totalmente a camada de polímero do fio, em seguida deixe esfriar dentro de um béquer vazio.

Sobre a amostra de RNI adicione 20 gotas de álcool etílico absoluto e coloque o cadinho de porcelana dentro da capela, ou dentro de um béquer grande de 2 Litros (mantenha distância de reagentes, papel ou qualquer material que possa propagar o fogo).

Depois mergulhe o fio de cobre queimado na amostra dentro do cadinho de porcelana e com auxílio de um palito de churrasco leve a chama da vela até a cápsula e observe. A formação de chama com cores verde ou azul indica teste positivo.

Teste N°11 Presença de sulfetos: Amostra de RNI 1 mL (em tubo de ensaio).

Procedimento:

Adicionar 10 gotas de HCl (1:1) fechar a boca do tubo de ensaio com papel filtro umedecido com acetado de chumbo. A formação de cor escura no papel indica teste positivo.

-----

## Parte experimental

Para as amostras da aula faça os testes e anote nas tabelas.

Amostra:	Positivo	Negativo	Observação:
Teste Nº 01 Reatividade com o ar.			
Teste Nº 02 Reatividade com a água.			
Teste Nº 03 pH.			
Teste Nº 04 Presença de Cianeto.			
Teste Nº 05 Resíduo oxidante.			
Teste Nº 06 Resíduo redutor.			
Teste Nº 07 Solubilidade em água.			
Teste Nº08 Presença de compostos aromáticos.			
Teste Nº09 Inflamabilidade.			
Teste Nº10 Presença de halogêneos.			
Teste Nº11 Presença de sulfetos.			

Amostra:	Positivo	Negativo	Observação:
Teste Nº 01 Reatividade com o ar.			
Teste Nº 02 Reatividade com a água.			
Teste Nº 03 pH.			
Teste Nº 04 Presença de Cianeto.			
Teste Nº 05 Resíduo oxidante.			
Teste Nº 06 Resíduo redutor.			
Teste Nº 07 Solubilidade em água.			
Teste Nº08 Presença de compostos aromáticos.			
Teste Nº09 Inflamabilidade.			
Teste Nº10 Presença de halogêneos.			
Teste Nº11 Presença de sulfetos.			

Amostra:	Positivo	Negativo	Observação:
Teste Nº 01 Reatividade com o ar.			
Teste Nº 02 Reatividade com a água.			
Teste Nº 03 pH.			
Teste Nº 04 Presença de Cianeto.			
Teste Nº 05 Resíduo oxidante.			
Teste Nº 06 Resíduo redutor.			
Teste Nº 07 Solubilidade em água.			
Teste Nº08 Presença de compostos aromáticos.			
Teste Nº09 Inflamabilidade.			
Teste Nº10 Presença de halogêneos.			
Teste Nº11 Presença de sulfetos.			

Amostra:	Positivo	Negativo	Observação:
Teste Nº 01 Reatividade com o ar.			
Teste Nº 02 Reatividade com a água.			
Teste Nº 03 pH.			
Teste Nº 04 Presença de Cianeto.			
Teste Nº 05 Resíduo oxidante.			
Teste Nº 06 Resíduo redutor.			
Teste Nº 07 Solubilidade em água.			
Teste Nº08 Presença de compostos aromáticos.			
Teste Nº09 Inflamabilidade.			
Teste Nº10 Presença de halogêneos.			
Teste Nº11 Presença de sulfetos.			