

## **ANÁLISE SISTEMÁTICA DE REAGENTES E RESÍDUOS SEM IDENTIFICAÇÃO DOS LABORATÓRIOS DE QUÍMICA DO CEFET-AM**

**Marina da Silva SANTOS(1); Cláudia Magalhães do VALLE(1)\***

(1) Centro Federal de Educação Tecnológica do Amazonas – CEFET-AM, Av. sete de setembro, 1975 Centro CEP 69020-120, Manaus/AM (92) 3621-6735, fax (92)3635-1981; Email: [marinaxuq@hotmail.com](mailto:marinaxuq@hotmail.com)

(\*) E-mail: [cmvalle@cefetam.edu.br](mailto:cmvalle@cefetam.edu.br)

### **RESUMO**

A adoção de estratégias relacionada à preservação ambiental tem motivado as instituições de ensino e pesquisa a desenvolverem atitudes para minimizar os danos ambientais e os riscos a saúde. Dentro desse contexto, este trabalho apresenta uma proposta para a caracterização e análise dos reagentes e resíduos sem identificação encontrados em inventários dos laboratórios da gerência educacional de química do cefet-am. Os principais objetivos a serem alcançados são: à reutilização desses materiais; acondicionamento adequado dos rejeitos e o gerenciamento destes para o descarte apropriado. Foram analisados produtos químicos contidos em 21 recipientes sem identificação, seja por rótulos ausentes ou por estarem ilegíveis provenientes do passivo encontrado. As amostras foram numeradas e separadas em amostras líquidas e sólidas. Na identificação dos analitos foram utilizados ensaios clássicos utilizando procedimentos simples de laboratório baseados em metodologias já estabelecidas na Química Analítica Qualitativa. Esses ensaios possibilitaram pelo menos na maioria dos casos a indicação de uma substância ou grupo de substâncias que podem corresponder ao produto sob análise, e foram divididos em duas etapas: ensaios preliminares e de identificação sistemática. O levantamento do total do passivo mostrou que cerca de 20% das amostras são sólidos e 80% são líquidas. A grande maioria das substâncias analisadas correspondia produtos inorgânicos (76%) e o restante compostos orgânicos (24%). A respeito da origem dos materiais, a análise de todo o passivo trabalhado e com base especialmente nas características das embalagens, permitiu distinguir duas categorias: (a) reagentes comerciais e (b) produtos adquiridos através de doações, tipo: corantes, combustíveis e lubrificantes. A rotina de análise proposta neste trabalho, dada a abrangência de produtos químicos no passivo analisado, não permitiu identificar 100% das substâncias desconhecidas, porém trouxe benefícios ao ambiente, pela diminuição do volume de resíduos gerados, e também economia no tocante à compra de novos produtos.

**Palavras-chave:** Resíduo desconhecido, Saúde humana, Dano ambiental

## 1. INTRODUÇÃO

Buscar soluções para os problemas ambientais gerados pelo grande processo de desenvolvimento da sociedade faz parte hoje, dos desafios a serem enfrentados por qualquer País. A escassez de água e a poluição do ar já vêm sendo debatidos, percebidos ou sentidos nas diversas regiões do planeta, não fazendo mais distinção entre países ricos e pobres (ALBERGUINI et al., 2005).

Em relação aos resíduos químicos de um modo geral, as indústrias são as maiores geradoras em termos de volume e periculosidade. Entretanto, é inegável que a geração de resíduos não é exclusividade das indústrias, uma vez que em laboratórios de universidades, escolas e institutos de pesquisa também são gerados resíduos de elevada diversidade e volume reduzido, mas que podem representar 1% do total dos resíduos perigosos (TAVARES; BENDASSOLI, 2005).

Recentemente vem crescendo o interesse pela Química Limpa, através da qual as indústrias estão gradualmente trocando processos tradicionais por tecnologias ambientalmente corretas, sendo que as instituições de ensino e pesquisa estão montando programas de gerenciamento de resíduos (AFONSO et al., 2003; ALBERGUINI et al., 2003; AMARAL et al., 2001; BARBOSA et al., 2003; BENDASSOLLI et al., 2003; CUNHA, 2001; DEMAMAN et al., 2004; GERBASE et al., 2006; NOLASCO et al., 2002). Essas atitudes são essenciais para que os danos ambientais e os riscos à saúde sejam minimizados. A implementação destes programas possibilita que os resíduos recuperados possam não somente ser sucessivamente reutilizados no mesmo processo em que foram gerados, como também serem transformados em matéria prima.

Afora essas considerações é bem sabido que a acumulação de resíduos, especialmente aqueles de natureza desconhecida, no local de geração é uma ameaça à saúde humana e ao meio ambiente. Só teria sentido estocar pelo tempo mínimo necessário para disposição final ou envio para outro local para tratamento. Até essa destinação, existe uma responsabilidade pelo manuseio seguro, identificação e pela capacidade de intervir em caso de acidentes ou emergências (AFONSO et al., 2005).

Dentro desse contexto a presente proposta de pesquisa tem como objetivo principal a caracterização e análise dos reagentes e resíduos sem identificação encontrados em inventários dos laboratórios da GEAQMA<sup>1</sup> do CEFET-AM<sup>2</sup>, visando à reutilização desses materiais, a fim de minimizar os rejeitos (material que não foi reaproveitado). As metas a serem alcançadas são: reaproveitamento dos reagentes e/ou resíduos como insumo; acondicionamento adequado dos rejeitos e o gerenciamento destes para o descarte apropriado e conscientizar e sensibilizar os alunos para a questão ambiental.

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Uma grande quantidade de produtos químicos introduzidos no meio ambiente é gradualmente degradada e assimilada por processos naturais, uma vez que esses produtos podem ser diluídos suficientemente para não causar riscos ao homem ou ao meio ambiente. Entretanto, há duas classes de produtos químicos em que a diluição não funciona: metais pesados e seus compostos e produtos orgânicos sintéticos não-biodegradáveis. Esses produtos tendem a ser absorvidos no meio ambiente e a se concentrarem nos organismos, incluindo os seres humanos, alcançando, algumas vezes, efeitos letais (ALBERGUINI et al., 2005).

Profissionais da área concordam que o controle da poluição tornou-se um negócio complexo e oneroso, considerando os custos da instalação e operação de controladores de poluição ou equipamentos de tratamento. Reduzindo-se a quantidade de poluentes no meio ambiente, conseqüentemente, também seriam reduzidos os custos com controle e tratamento desses resíduos. Isso poderia ser feito modificando-se os processos de produção ou substituindo-se os produtos usados, a fim de que os poluentes mais agressivos não fossem produzidos; encontrando-se substituintes não-perigosos; e recuperando e reciclando solventes depois do uso. Há quatro maneiras básicas de diminuir os problemas com a poluição química: i) prevenção da poluição; ii) reciclagem; iii) tratamento (degradação ou conversão a produtos não agressivos) e iv) disposição segura (MOZETO; JARDIM, 2002).

---

<sup>1</sup> Gerência Educacional das áreas de Química e Meio Ambiente.

<sup>2</sup> Centro Federal de Educação Tecnológica do Amazonas.

As universidades têm o compromisso social de disseminação do conhecimento, buscando a melhoria da qualidade de vida da população através de seus ensinamentos e ajudando na conscientização dessas pessoas. Dessa forma, o não tratamento de seus próprios resíduos, faria com que essas instituições não tivessem mais credibilidade perante a sociedade. É importantíssimo que as universidades sigam um programa de gestão e gerenciamento de resíduos. O maior benefício proporcionado por um programa de gerenciamento nessas unidades está relacionado ao treinamento dos estudantes, capacitando-os a trabalharem dentro de normas apropriadas de gerenciamento de produtos químicos (ALBERGUINI et al., 2005).

Na década de 1970, as universidades americanas começaram timidamente a implantar programas de gerenciamento de resíduos. Nos Estados Unidos, em Illinois e Minnesota, foram enumerados 2000 produtos químicos utilizados como rotina em pesquisas, resultando, portanto, em ampla variedade de materiais residuais. O gerenciamento de resíduos químicos em laboratórios de ensino e pesquisa no Brasil começou a ser amplamente discutido nos anos de 1990, sendo de vital importância para as grandes instituições geradoras, incluindo as universidades (AFONSO et al., 2003).

Vários trabalhos vêm sendo realizados em diversas universidades brasileiras nos últimos anos, a seguir temos alguns exemplos de instituições que implantaram o programa de gerenciamento de resíduos: IQ/UFRGS - Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (AMARAL et al., 2001); DQ/UFPR - Departamento de Química da Universidade Federal do Paraná (CUNHA, 2001); IQSC/UFSCar - Instituto de Química da Universidade Federal de São Carlos (ALBERGUINI et al., 2003); IQ/UERJ - Instituto de Química da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (AFONSO et al., 2003); CENA/USP - Centro de Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo (TAVARES E BERDASSOLLI, 2005), entre outras.

Na Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), o programa de gerenciamento de resíduos químicos foi implantado no instituto de química pela Comissão de Segurança. A partir de 2001, ele adquiriu caráter institucional, tratando, também os resíduos biológicos e radioativos (ALBERGUINI et al., 2005).

O Instituto de Química da UFRGS vem desde 1994 desenvolvendo atividade de coleta seletiva e tratamento de resíduos químicos dos laboratórios de pesquisa e ensino. Em 1998 criou-se o programa denominado Química Limpa, cuja meta é tornar úteis os resíduos gerados em laboratórios (AMARAL et al., 2001).

O Instituto de Química de São Carlos armazenava um grande volume de resíduos gerados em seus laboratórios de pesquisa, à espera de tratamento, em precárias condições. Os professores desse instituto, preocupados com esse perigoso passivo, resolveram adotar este programa visando acabar com esta problemática. Com isso, a universidade optou pela criação de um único laboratório capaz de tratar os resíduos químicos provenientes de todos os laboratórios com atividades químicas do campus, ou seja, 88 laboratórios entre ensino e pesquisa, o Laboratório de Resíduos Químicos do Campus de São Carlos - LRQ-São Carlos (ALBERGUINI et al., 2003).

Segundo Alberguini (2003), além do tratamento dos resíduos químicos coletados dos laboratórios que solicitam sua retirada, o LRQ-São Carlos desempenha as seguintes funções:

- ✓ Pesquisa bibliográfica para obtenção de material sobre tratamento de resíduos químicos;
- ✓ Elaboração de normas para recolhimento e rotulagem dos resíduos;
- ✓ Estabelecimento de procedimentos e normas gerais para o tratamento desses resíduos;
- ✓ Execução de processos de tratamento de resíduos;
- ✓ Desenvolvimento de tecnologias no tratamento de resíduos químicos;
- ✓ Associação com o ensino de graduação;
- ✓ Conscientização das instituições de ensino e do setor produtivo para a prevenção da geração de resíduos químicos.

Um programa de gerenciamento de resíduos químicos apresenta características eminentemente práticas, que permite aos estudantes serem colocados em contato com problemas reais na área de química, levando-os à conscientização da necessidade do descarte adequado de resíduos, químicos, visando à prevenção da poluição do meio ambiente (ALBERGUINI et al., 2005).

Segundo Afonso e colaboradores (2003), alguns aspectos devem ser levados em consideração, os quais facilitam e ajudam no gerenciamento dos resíduos:

1. Prevenir a geração dos mesmos, modificando ou substituindo o experimento por outro menos impactante;
2. Minimizar a proporção de resíduos perigosos que são inevitavelmente gerados, através da utilização de pequenos volumes; o trabalho em microescala, além de gerar pouco resíduo, pode ainda diminuir os custos com reagentes a curto e longo prazo, embora algum investimento com vidraria de tamanho pequeno deva ser realizado;
3. Segregar e concentrar correntes de resíduos de modo a tornar viável e economicamente possível a atividade gerenciadora. A segregação dos resíduos facilita muito o trabalho, independentemente se o destino final é a incineração, o reuso ou a reciclagem. Se existe uma separação dos resíduos por classes ou tipos, é possível tratá-los através de reações entre si. Por exemplo, um resíduo contendo sulfeto pode ser usado para tratamento de um outro contendo metais pesados; assim não é consumido nenhum reagente para precipitar os metais e nenhum oxidante para tratar os sulfetos;
4. Reciclar o componente material ou energético do resíduo. Embora exista um custo maior, pois é necessária a adição de reagentes ou o consumo energético, muitas vezes tal processo é bastante interessante.
5. Tratar o resíduo da forma mais adequada possível, estocando pelo menor tempo possível; e
6. Dispor o resíduo de maneira segura.

A implementação de um programa de gestão de resíduos exige, antes de tudo, mudança de atitudes e, por isto, é uma atividade que traz resultados a médio e longo prazo, além de requerer a reeducação e uma persistência contínuas. Portanto, além da instituição, disposta a implementar e sustentar o programa, o aspecto humano é muito importante, pois o êxito depende muito da colaboração de todos os membros da unidade geradora.

Esses exemplos vêm nos mostrar que está começando a existir uma nova mentalidade na questão dos resíduos químicos produzidos nas instituições de ensino e pesquisa tentando-se assim, alcançar a conservação do meio ambiente.

### **3. MATERIAIS E METODOS**

As amostras analisadas neste trabalho foram 21 recipientes sem identificação, seja por rótulos ausentes ou por estarem ilegíveis provenientes do passivo dos laboratórios da GEAQMA do CEFET-AM. As análises foram realizadas no Laboratório de Química Orgânica onde se encontra anexo, o almoxarifado desta gerencia educacional.

As amostras foram numeradas e separadas em amostras líquidas e sólidas sendo colocada a letra L para as líquidas e S para as sólidas, e em seguida a numeração correspondente.

Na identificação dos analitos foram empregados ensaios clássicos por meio de procedimentos simples de laboratório baseados nas metodologias utilizadas por Afonso e colaboradores (2005), e nos conhecimentos obtidos em Química Analítica Qualitativa (KING, 1981; VOGEL, 1982). Esses testes possibilitaram pelo menos na maioria dos casos a indicação de uma substância ou grupo de substâncias que podem corresponder ao produto sob análise, e foram divididos em duas etapas: ensaios preliminares e ensaios de identificação sistemática.

#### **3.1. Ensaios preliminares**

Os ensaios realizados foram: ensaio de chama e de inflamabilidade, solubilidade e reatividade com água, solubilidade em outros solventes, cor, caráter redox e pH.

##### *3.1.1. Ensaio de chama e de inflamabilidade*

Este procedimento visava detectar a presença de substâncias inflamáveis (ou combustíveis), bem como a presença de alguns sais de metais que emitem radiação no visível sob ação de calor. Substâncias que queimavam poderiam corresponder a substâncias orgânicas e as que não se alteravam na chama sugeririam compostos refratários e estáveis ao calor. O ensaio foi realizado imergindo um bastão de vidro no líquido ou, no caso de material sólido, o bastão foi previamente umedecido com água para aderência do mesmo. A quantidade de material empregada não excedeu a uma gota ou a alguns grânulos de sólido para minimizar efeitos decorrentes do manuseio de algum material explosivo sob chama.

### 3.1.2. Solubilidade e reatividade com água

A manipulação foi realizada com material de vidro rigorosamente seco, empregando não mais que uma gota de líquido ou um grânulo de sólido; o experimento foi conduzido em uma placa de petri à temperatura ambiente. Nos ensaios a quente, empregaram-se tubos de ensaio em banho-maria.

### 3.1.3. Solubilidade em outros solventes

Caso o material não fosse solúvel em água, tentou-se a abertura em meio ácido utilizando os seguintes reagentes:  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , água régia e  $\text{HF}$ . Os experimentos foram conduzidos em capela e em tubos de ensaio à temperatura ambiente ou a quente em banho-maria. Para cada solvente utilizado, empregou-se inicialmente solução 6M seguido do produto concentrado se necessário. Os ensaios se iniciaram sempre com ácidos não-oxidantes. Na suspeita de um produto orgânico, ou de uma substância inorgânica apolar empregaram-se os seguintes solventes: álcool etílico, éter etílico e acetona, sendo o experimento conduzido em tubo de ensaio à temperatura ambiente.

### 3.1.4. Cor

A cor da substância pode ajudar a identificar alguns compostos, abaixo seguem alguns exemplos (VOGEL, 1981).

- ✓ Vermelho:  $\text{Pb}_3\text{O}_4$ ,  $\text{As}_2\text{S}_2$ ,  $\text{HgI}_2$ ,  $\text{HgS}$ ,  $\text{Sb}_2\text{S}_3$ ,  $\text{CrO}_3$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ; os dicromatos têm cor vermelha alaranjada; os permanganatos e o alume de cromo têm cor púrpura avermelhada.
- ✓ Rosa: sais hidratados de manganês e de cobalto.
- ✓ Amarelo:  $\text{CdS}$ ,  $\text{As}_2\text{S}_3$ ,  $\text{SnS}_2$ ,  $\text{PbI}_2$ ,  $\text{HgO}$  (precipitado),  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ; cromatos; cloreto e nitrato de ferro (III).
- ✓ Verde:  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Hg}_2\text{I}_2$ ,  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ; sais de ferro (II), por exemplo:  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeSO}_4$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ; sais de níquel;  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuCO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{MnO}_4$ .
- ✓ Azul: sais de cobalto anidros; sais de cobre (II) hidratados; azul-da-prússia.
- ✓ Marrom:  $\text{PbO}_2$ ,  $\text{CdO}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{AgAsO}_4$ ,  $\text{SnS}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  (marrom avermelhado).
- ✓ Preto:  $\text{PbS}$ ,  $\text{CuS}$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{HgS}$ ,  $\text{FeS}$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{Co}_3\text{O}_4$ ,  $\text{CoS}$ ,  $\text{NiS}$ ,  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ag}_2\text{S}$ ,  $\text{C}$ .

A cor da solução obtida também foi observada quando a substância fora dissolvida em água ou em ácidos. Buscou-se correlacionar a cor de sua solução aquosa com a de cátions ou ânions coloridos. Por exemplo: Azul: cobre (II); verde: níquel, ferro (II), cromo (III), manganatos; amarelo: cromatos, hexanocianoferrato (II), ferro (II); vermelho-laranja: dicromatos; púrpura: permanganatos; rosa: cobalto, manganês (II).

### 3.1.5. Caráter redox

Foi determinado através de dois ensaios em paralelo, em placa de petri: um com iodeto de potássio e outro com permanganato de potássio. As amostras foram acidificadas com ácido sulfúrico 6M.

### 3.1.6. pH

Este ensaio foi realizado apenas com as substâncias que eram solúveis em água. O mesmo fornece informações acerca da natureza do sal ou dá margem a suspeita da presença de um ácido, de uma base livre ou ainda de sais ácidos. O mesmo foi conduzido com papéis de tornassol azul/vermelho e papel universal

## 3.2. Ensaios de identificação sistemática

Quando algum cátion ou ânion tinha sua presença fortemente sugerida pelos ensaios preliminares, procedia-se diretamente aos ensaios de caracterização química, de acordo com o comportamento dos mesmos com o reativo do grupo que pertenciam.

### 3.2.1. Aplicação da marcha analítica simplificada dos cátions

As amostras foram analisadas primeiramente quanto ao grupo dos cátions a que pertenciam e divididas em grupo I, II, III, IV e V, conforme a análise qualitativa para a separação e identificação dos cátions.

**Grupo I:** Colocou-se em um tubo de ensaio 10 gotas da amostra, em seguida adicionou-se com agitação 10 gotas de  $\text{HCl}$  3 mol/L e observou-se a formação de precipitado.

**Grupo II:** Colocou-se em um tubo 3 gotas das amostras e 3 gotas de HCl 6 mol/L. Aqueceu-se até a ebulição e adicionou-se 10 gotas de tioacetamida 1 M e agitou-se. Observou-se a formação de precipitado.

**Grupo III:** Colocou-se em um tubo 5 gotas das amostras para um tubo de centrífuga. Adicione 10 gotas de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  6 mol/L e  $\text{NH}_4\text{OH}$  6 mol/L, gota a gota e com agitação contínua, até reação básica ao tornassol e 10 gotas de água quente. Observou-se a presença de um precipitado nessa primeira etapa. Em seguida adicionou-se 12 gotas de tioacetamida 1 mol/L, misturou-se e aqueceu-se o tubo em banho-maria por 10 minutos com agitação constante. Observou-se a formação de precipitado.

**Grupo IV:** Em tubo de ensaio adicionou-se 5 gotas de solução de amostra, 3 gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$  3M, 3 gotas de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  e 10 gotas de  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  0,1 M e observou-se a formação de precipitado.

**Grupo V:**

**Sódio  $\text{Na}^+$**  - Transferiu-se 2 gotas da amostra livre de íons amônio para um tubo, adicionou-se 2 gotas de solução de acetato de zinco e uranila, misturou-se e deixou-se em repouso por 5 minutos. Observou-se a formação de um precipitado amarelo.

**Potássio  $\text{K}^+$**  - Após a remoção do íon amônio, realizou-se a reação das amostras com uma solução de ácido tartárico, posteriormente adicionaram-se algumas gotas de acetato de sódio e observou-se a formação de um precipitado branco.

**Amônio  $\text{NH}_4^+$**  - Transferiu 10 gotas das amostras para um tubo de ensaio, adicionar 5 gotas de NaOH 4 mol/L, vedou-se o tubo com algodão umedecido com fenolftaleína e aqueceu-se durante 5 minutos em banho de água fervente e verificou se o algodão tornava-se rosa, indicando a presença de gás amônia proveniente do íon amônio.

**Magnésio  $\text{Mg}^{2+}$**  - Transferiu-se 10 gotas das amostras para um tubo de ensaio com algumas gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$  6 mol/L e 4 gotas de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  0,5 mol/L, misturou-se bem e aqueceu-se o tubo por 30 segundos no banho-maria e deixou-o em repouso por um minuto. Observou-se o aparecimento de precipitado branco.

*3.2.2. Aplicação da marcha analítica simplificada dos ânions*

**Sulfato** - As amostras passaram por um processo de acidificação com ácido clorídrico 1M e foram fervidas por alguns minutos. Posteriormente, foi adicionada a solução de cloreto de bário 0,25 M para observar a precipitação do sulfato de bário ( $\text{BaSO}_4$ ), o que indicou a presença do ânion sulfato nas amostras. Outro procedimento para confirmação foi à adição de acetato de chumbo nas amostras. Um precipitado branco ( $\text{PbSO}_4$ ) indicou a presença de sulfato.

**Cloreto** - Primeiramente foi observado a reação da amostra em contato com o ácido sulfúrico concentrado e sendo observada o desprendimento de um gás incolor nesta reação passou-se para as reações seguintes que foi, primeiramente, a reação da amostra com o nitrato de prata onde houve a formação de um precipitado branco ( $\text{AgCl}$ ). Este precipitado foi tratado com algumas gotas de hidróxido de amônio 6mol/L para que o mesmo se solubilizasse e posteriormente adicionou-se ácido nítrico 6mol/L e o precipitado voltou a se formar confirmando assim a presença do ânion cloreto. Outro procedimento para confirmação foi a adição de acetato de chumbo nas amostras. Um precipitado branco ( $\text{PbCl}_2$ ) indicou a presença de sulfato.

**Clorato** - Primeiramente foi observado à reação da amostra em contato com o ácido sulfúrico concentrado e sendo observada o desprendimento de um gás amarelo com um odor forte nesta reação, passou-se para a próxima reação que foi a reação da amostra a solução de sulfato de ferro (II) onde pode-se observar a redução do ânion clorato (rosa) a cloreto (amarelo).

**Carbonato** - Após ser confirmada a solubilidade em HCl 6 M da amostra 2S, foi realizada a reação da amostra com o nitrato de prata. Posteriormente foi adicionado ácido nítrico para confirmação do ânion carbonato ( $\text{CO}_3^{2-}$ ). Foi feita também a reação da amostra com solução de cloreto de bário 0,25 M para uma nova confirmação.

#### 4. ANÁLISE E INTERPRETAÇÃO DOS DADOS

Dos 21 recipientes analisados quatro frascos tiveram que ser trocados, pois estavam em péssimo estado, e cinco tiveram suas tampas trocadas, pois estavam quebradas. Apenas um recipiente estava lacrado. Somente dois produtos estavam armazenados em frascos plásticos, os restantes estavam em frascos de vidro.

A tabela 1 mostra os resultados alcançados com os ensaios preliminares, podemos observar que cerca de 20% das amostras são sólidos (sendo a metade higroscópica) e 80% são líquidas (23% levemente turvas, 47% límpidas e 29% viscosas).

**Tabela 1 - Resultados dos ensaios preliminares.**

Amostra	Ensaio da chama e inflamabilidade	Solubilidade e reatividade em água	Solubilidade em outros solventes	Caráter redox	pH
1L	Inflamável	Miscível (reação exotérmica)	---	oxidante	1
2L	Formação de fumaça branca	Miscível (reação exotérmica)	---	indiferente	2
3L	Formação de fumaça branca	Miscível (reação exotérmica)	---	indiferente	1
4L	Formação de fumaça escura e fuligem	Miscível (à quente)	---	---	2
5L	Formação de fumaça branca	Miscível(reação exotérmica)	---	oxidante	2
6L	Nada ocorreu	Miscível	---	Duplo caráter	3
7L	Chama vermelha	Miscível(reação exotérmica)	---	indiferente	1
8L	Chama vermelha a substância se cristalizou	Miscível	---	reductor	7
9L	Substância tornou-se escura	Miscível(reação exotérmica)	---	oxidante	2
10L	Chama vermelha	Miscível	---	Duplo caráter	11
11L	Formação de fumaça branca	Miscível(reação exotérmica)	---	indiferente	2
12L	Formação de fumaça branca	Miscível	---	oxidante	2
13L	Formação de fumaça branca e forte cheiro de óleo queimado	imiscível	Miscível com $C_4H_{10}O$	---	---
14L	Formação de fumaça branca e forte cheiro de óleo queimado	Imiscível	Miscível com $C_4H_{10}O$	---	---
15L	Formação de fumaça escura e cheiro forte de óleo queimado	Imiscível	Miscível com $(CH_3)_2CO$	---	---
16L	Nada ocorreu	Miscível	---	indiferente	7
17L	Nada ocorreu	Imiscível	Miscível com $C_4H_{10}O$	---	---
1S	Dissolveu-se formando cristais	Solúvel (solução incolor)	---	indiferente	2
2S	Escureceu formação de fumaça branca	Insolúvel	Solúvel em HCl diluído	indiferente	---
3S	Nada ocorreu	Insolúvel	Solúvel em HCl diluído (à quente)	indiferente	---
4S	Nada ocorreu	Insolúvel	Solúvel em HF (solução turva)	indiferente	---

Os resultados mostraram que cinco amostras são consideradas produtos orgânicos (4L, 13L, 14L, 15L e 17L), devido a suas características viscosas e solubilidade. Desses compostos, três amostras são miscíveis em éter etílico (13L, 14L e 17L), uma é miscível em acetona (15L) e uma é miscível em água, a quente (4L).

Apenas três amostras apresentaram radiação no visível, 7L, 8L e 10L e a amostra 1L apresentou inflamabilidade.

Com relação ao caráter redox, 42,8% das amostras apresentaram-se indiferentes, enquanto 19% apresentaram um caráter oxidante, apenas uma amostra demonstrou um caráter redutor (8L) e duas amostras apresentaram um duplo caráter (6L e 10L).

Ainda com relação à tabela 1, podemos ver que duas amostras apresentaram o pH aproximadamente neutro, 8L e 16L, e apenas a amostra 10L apresentou pH alcalino, todas as outras, cerca de 85%, apresentaram caráter ácido.

A tabela 2 mostra os resultados alcançados com os ensaios de identificação sistemática, podemos observar que a grande maioria das substâncias analisadas corresponde a produtos inorgânicos (aproximadamente 76%) e foram identificados apenas cinco compostos orgânicos (24%).

Foram identificados alguns cátions e ânions em várias amostras (Tabela 2), por exemplo, na amostra sólida 2S foi encontrado o anion carbonato devido a suas características tais como: a sua solubilidade em ácido clorídrico e a sua reação com o nitrato de prata e com o cloreto de bário.

**Tabela 2 – Resultados dos ensaios de identificação sistemática.**

Amostra	Cátions presentes	Ânions presentes
1L	$\text{Fe}^{2+}$ e $\text{Fe}^{3+}$	$\text{SO}_4^{2-}$
2L	NI	$\text{SO}_4^{2-}$
3L	$\text{NH}_4^+$	$\text{SO}_4^{2-}$
4L*	----	----
5L	NI	$\text{SO}_4^{4-}$
6L	$\text{NH}_4^+$ , $\text{As}^{3+}$	$\text{SO}_4^{2-}$ , $\text{Cl}^-$
7L	$\text{Na}^+$	NI
8L	$\text{K}^+$	$\text{Cl}^-$
9L	$\text{Fe}^{2+}$ e $\text{Fe}^{3+}$	$\text{SO}_4^{2-}$
10L	$\text{As}^{3+}$	$\text{ClO}_3^-$
11L	$\text{Fe}^{2+}$ e $\text{Fe}^{3+}$	$\text{SO}_4^{2-}$
12L	NI	$\text{SO}_4^{2-}$
13L*	----	----
14L*	----	----
15L*	----	----
16L**	----	----
17L*	----	----
1S	$\text{NH}_4^+$	$\text{SO}_4^{2-}$
2S	NI	$\text{CO}_3^{2-}$
3S	NI	NI
4S	NI	NI

**NI = Não identificado; \*Compostos orgânicos; \*\*Peróxido de hidrogênio.**

Nas amostras líquidas que eram reagentes comerciais, obteve-se sucesso na identificação, principalmente devido à familiaridade de suas propriedades físicas e de suas aplicações, a amostra 6L foi identificada como sendo ácido clorídrico, a 8L solução de cloreto de potássio, a 16L peróxido de hidrogênio, esta última identificada através de um ensaio clássico de detecção de peróxidos, tratamento com  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  em  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , onde o surgimento de coloração azul indica teste positivo. A amostra 1S, foi identificada como sendo sulfato de amônio, pois se observou no ensaio confirmatório a precipitação de sulfato de bário ( $\text{BaSO}_4$ ) e do sulfato de chumbo ( $\text{PbSO}_4$ ), identificando assim a amostra.

As amostras (4L, 13L, 14L, 15L) eram compostos derivados do refino de petróleo, a amostra 17L óleo lubrificante e as outras amostras líquidas eram solventes comuns ou misturas de solventes.



A respeito da origem dos materiais, a análise de todo o passivo trabalhado com base especialmente nas características das embalagens, permite distinguir duas categorias: (a) reagentes comerciais e (b) produtos adquiridos através de doações, tipo: corantes, combustíveis e lubrificantes, etc.

A rotina de análise proposta neste trabalho, dada a abrangência de produtos químicos no passivo analisado, não permitiu identificar 100% das substâncias desconhecidas, porém trouxe benefícios ao ambiente, pela diminuição do volume de resíduos gerados, e também economia no tocante à compra de novos produtos – há substâncias que já foram utilizadas após sua identificação.

## 5. CONCLUSÃO

De modo geral, pode-se concluir que houve uma perfeita correlação entre os resultados obtidos nos ensaios preliminares e aqueles de identificação sistemática, por conta fundamentalmente da composição bem definida dos produtos e o pequeno universo de analitos existentes em cada amostra, o que dificultou a possibilidade de interferências nos ensaios químicos realizados.

Um fato que chamou a atenção foi com relação à origem dos materiais, pois se observou a ausência de resíduos dos produtos de síntese de aulas práticas no laboratório, o que pode ser entendido por duas situações: descarte na pia ou no lixo, ou destinação correta (neutralização, tratamento e aterro).

Embora reagentes com data de validade vencida não sirvam para fins de pesquisa avançada e emissão de laudos, é possível dar a eles um destino adequado sem que seja o descarte. Neste trabalho, mostrou-se que muitos desses produtos inicialmente condenáveis podem ser empregados em aulas práticas no ensino médio técnico e mesmo em disciplinas básicas de Química experimental de nível superior e inclusive nesse trabalho.

## REFERÊNCIAS

- AFONSO, J.C.; NORONHA, L.A.; FELIPE, R.P.; FREIDINGER, N.; **Gerenciamento de resíduos laboratoriais: recuperação de elementos e preparo para descarte final**. Quím. Nova, v.26, p.1-16, 2003.
- AFONSO, J.C.; SILVEIRA, J.A.; OLIVEIRA, A.S.; LIMA, R.M.G. **Análise sistemática de reagentes e resíduos sem identificação**. Quím. Nova, v.28, p.157-165, 2005.
- ALBERGUINI, L. B.; SILVA, L.S.; REZENDE, M.A.O. **Laboratório de resíduos químicos do campus USP-São Carlos – resultados da experiência pioneira em gestão e gerenciamento de resíduos químicos em um campus universitário**. Quím. Nova, v.26, p.291-295, 2003.
- ALBERGUINI, L.B.A.; SILVA, L.C.; REZENDE, M.O.O. **Tratamento de Resíduos Químicos: Guia Prático para a Solução dos Resíduos Químicos em instituições de Ensino Superior**. São Carlos: RiMa, 2005. 104p.
- AMARAL, S.T.; MACHADO, P.F.; PERALBA, M.C.R.; CÂMARA, M.R.; SANTOS, T.; BERLEZE, A.L.; FALCÃO, H.L.; MARTINELLI, M.; GONÇALVES, R.S.; OLIVEIRA, E.R.; BRASIL, J.L.; ARAÚJO, M.A.; BORGES, A.C. **Relato de uma experiência: recuperação e cadastramento de resíduos dos laboratórios de graduação do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul**. Quím. Nova, v.24, p.419-423, 2001.
- BARBOSA, D.P.; OIGMAN, S.S.; COSTA, M.A.S.; PACHECO, E.B. **Gerenciamento de resíduos dos laboratórios do Instituto de Química da Universidade do Estado do Rio de Janeiro como um Projeto Educacional e Ambiental**. Engenharia Sanitária e Ambiental, v.28, p.114-119, 2003.
- BENDASSOLLI, J.A.; MÁXIMO, F.; TAVARES, G.A.; IGNOTO, R.F. **Gerenciamento de resíduos químicos e águas servidas no laboratório de isótopos estáveis do CENA/USP**. Quím. Nova, v.26, p.1-12, 2003.
- CUNHA, C.J. **O programa de gerenciamento dos resíduos laboratoriais do Depto. de química da UFPR**. Quím. Nova, v.24, p.424-427, 2001.

DEMAMAN, A.S.; FUNK, S.; HEPP, L.U.; ADÁRIO, A.M.S.; PERGHER, S.B.C. **Programa de Gerenciamento de Resíduos dos Laboratórios de Graduação da Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões - Campus Erechim**. Quím. Nova, v.27, p.674-677, 2004.

GERBASE, A.E.; GREGÓRIO, J.R.; CALVETE, T. **Gerenciamento dos Resíduos da Disciplina Química Inorgânica II do Curso de Química da Universidade Federal do Rio Grande Do Sul**. Quím. Nova, v.29, p.397-403, 2006.

KING, E.J. **Análise Qualitativa: Reações, separações e experiências**. Rio de Janeiro: Interamericana, 1981.

MOZETO, A.A.; JARDIM, W.F. **A Química Ambiental no Brasil**. Quím. Nova, v.25, p.1-11, 2002.

NOLASCO, F.R.; TAVARES, G.A.; BERDASSOLLI, J.A. **Implantação de programas de gerenciamento de resíduos químicos laboratoriais em universidades: análise crítica e recomendações**. Engenharia Sanitária Ambiental, v.11, p.118-124, 2002.

TAVARES, G.A.; BENDASSOLLI, J.A. **Implantação de um programa de gerenciamento de resíduos químicos e águas servidas nos laboratórios de Ensino e Pesquisa no CENA/USP**. Quím. Nova, v.28, p.732-738, 2005.

VOGEL, A. I. **Química Analítica Quantitativa**. 5.ed. São Paulo: Mestre Jou, 1982.

## **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem à FAPEAM pelo financiamento do projeto. Agradecem também ao contínuo apoio do CEFET-AM.