# DANIEL MACHADO DA SILVA JUNIOR



AVALIAÇÃO DA CARGA POLUENTE DO EFLUENTE DOS DEPARTAMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA E BIOQUÍMICA DO INSTITUTO DE QUÍMICA – UFRJ.

### DANIEL MACHADO DA SILVA JUNIOR

# AVALIAÇÃO DA CARGA POLUENTE DO EFLUENTE DOS DEPARTAMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA E BIOQUÍMICA DO INSTITUTO DE QUÍMICA – UFRJ.

Estudo realizado na Universidade
Federal do Rio de Janeiro
Projeto Final de Curso apresentado à Universidade
Federal do Rio de Janeiro
Orientadora: Lola Maria Braga Gomes

### DANIEL MACHADO DA SILVA JUNIOR

# AVALIAÇÃO DA CARGA POLUENTE DO EFLUENTE DOS DEPARTAMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA E BIOQUÍMICA DO INSTITUTO DE QUÍMICA – UFRJ.

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado pela Banca Examinadora para a obtenção do Grau de Químico, no Curso de Química com Atribuições Tecnológicas da Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ.

Rio de Janeiro, 31 de março de 2017 **BANCA EXAMINADORA** 

Prof<sup>a</sup>. Lola Maria Braga Gomes – UFRJ – Orientadora

Prof<sup>a</sup>. Iracema Takase – Instituto de Química - UFRJ

Prof<sup>a</sup>. Zélia Therezinha Custódio Leite – Instituto de Química - UFRJ

À Deus, por ter me guiado este tempo todo e que permitiu que eu pudesse ter perseverança e autoconfiança para chegar ao fim desta jornada com esta grande vitória. À minha mãe, minha heroína que é a principal responsável por eu estar aqui e por sempre me mostrar os valores reais da vida. Ao meu pai, que sempre acreditou que eu fosse capaz. À minha noiva, que sempre esteve ao meu lado e me mostrou que basta querermos, para qualquer coisa no mundo ser possível. À minha família, que é tudo para mim e que sempre me deu forças para continuar nesta caminhada longa e que nunca deixou que eu me abalasse por algum obstáculo ou qualquer dificuldade. À vida, por simplesmente me dar oportunidades maravilhosas e a cada dia me mostrar a importância de continuarmos praticando o bem e de mostrar ao próximo o real motivo de estarmos aqui, para vivermos sempre em harmonia e paz e para apreciarmos o bom e o melhor que ela nos oferece, que é a dádiva de poder viver.

Daniel Machado da Silva Junior

# **AGRADECIMENTOS**

À minha orientadora, Lola Maria Braga Gomes, pela oportunidade, orientação, apoio e confiança. Aos amigos feitos ao longo de toda esta jornada, que fizeram parte de momentos incríveis, não só de longas tardes de estudo e trabalho, mas também de amizade que com certeza levarei comigo para sempre. À Universidade e seu corpo docente, por ter me dado a oportunidade de vivenciar uma das melhores experiências da minha vida.

O meu muito obrigado!

#### **RESUMO**

#### PROJETO DE CURSO

TÍTULO: AVALIAÇÃO DA CARGA POLUENTE DO EFLUENTE DOS DEPARTAMENTOS DE QUÍMICA ANALÍTICA E BIOQUÍMICA DO INSTITUTO DE QUÍMICA DA UFRJ.

ALUNO: Daniel Machado da Silva Junior

ORIENTADOR: Lola Maria Braga Gomes, DQA – Instituto de Química – UFRJ.

COLABORADORES: Zélia Therezinha Custódio Leite - Instituto de Química.

Iracema Takase, Instituto de Química.

Este trabalho avaliou a carga poluente do efluente dos departamentos de Química Analítica e Bioquímica do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro -UFRJ. Foram analisados parâmetros como pH, condutividade, temperatura, e teores de metais pesados. Averiguou-se que os laboratórios do quinto andar do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro, não possuem uma estação de tratamento de esgoto específica. Os resíduos líquidos gerados nos laboratórios, e descartados na pia, são lançados dentro de tanques de acúmulo. Dessa maneira, uma vez que o sistema atual de esgoto da Universidade não recebe qualquer tratamento, esses resíduos após passar por um tanque de coleta, se misturam com a rede pública de esgoto da CEDAE. Por outro lado, o Instituto de Química realiza um bom trabalho em relação ao descarte de resíduos, visto que em todos os laboratórios há galões de descarte para diferentes metais e compostos ácidos-bases o que facilita no momento de realizar o tratamento. É importante ressaltar que o Departamento de Química Analítica realiza um pré-tratamento de precipitação de metais, neutralização dos compostos ácidos-bases e recuperação do metal prata. Em seguida esses rejeitos de metais precipitados são filtrados e a parte sólida é recolhida por uma empresa contratada, que fica responsável pelo destino final dos resíduos. Já os laboratórios do Departamento de Bioquímica, não realizam o pré-tratamento dos rejeitos gerados. Apenas depositam os rejeitos, na maioria cromo e cobre, em galões diferentes e após o seu descarte uma empresa contratada realiza a coleta dos mesmos e também fica responsável pelo seu destino final. Com base em todos os dados analisados, é de suma importância manter a conscientização de alunos, técnicos e docentes sobre o uso correto dos laboratórios no Instituo de Química, sendo o mesmo imprescindível para que possa ser reduzida a contaminação por efluentes, principalmente daqueles que são despejados de maneira indevida, diminuindo assim o impacto ambiental e o risco gerado à saúde pública. A partir dos resultados analisados, verificou-se que os metais não tratados, que são descartados nas Redes de Esgoto providas de Estação de Tratamento (CEDAE), estão em concentrações abaixo das máximas permitidas, segundo os critérios gerais de lançamentos através de redes coletoras dotadas de tratamento adequado de acordo com o FEEMA - NT202.

Palavras-Chave: Efluentes, resíduos, saúde pública, metais pesados.

#### **ABSTRACT**

This study evaluated the pollution charge of the effluent from the Departments of Analytical and Biochemistry of the Institute of Chemistry of the Federal University of Rio de Janeiro - UFRJ. Parameters as pH, conductivity, temperature, solids, and heavy metals content were analyzed. It turned out that the laboratories of the fifth floor of the Chemistry Institute of the Federal University of Rio de Janeiro, didn't have a specific sewage treatment plant. The liquid waste generated in laboratories and discarded in the sink is released into accumulation tanks. Thus, since the present sewage system of the University doesn't receive any treatment, these wastes after passing through a collection tank, mingle with the public sewer of CEDAE. On the other hand, the Institute of Chemistry does a good job in relation of the waste disposal, whereas in all laboratories there gallons disposal for different metals, which facilitates at the time of performing the treatment. It is importante to emphasize that the Department of Analytical Chemistry performs a pre-treatment of neutralization, precipitation of metals or even the recovery of these, depending on the tailings. Thereafter, this pre-treated wastes are collected by a contractor, who is responsible for the final destination of the waste. The laboratories of the Department of Biochemistry do not perform the pretreatment of the generated tailings. They only deposit the wastes, mostly chromium and copper, in different gallons and after their disposal a contracted company collects them and is also responsible for their final destination. Based on all the analyzed data, it is extremly important to maintain the awareness of students, technicians and teachers about the proper use of the laboratories in the Chemistry Institute, being the same essential for the reduction of the contamination by effluents, especially of those who are improperly disposed, thereby reducing the environmental impact and the risk generated to public health. From the analyzed results, it was verified that the untreated metals, wich are discarded in sewage networks provided with the treatment station (CEDAE), are in maximum permissible concentrations (mg/L) according to the general criteria of launches trough collecting networks equipped with the appropriate treatment according to the FEEMA – NT202.

Keywords: Effluent, waste, public health, heavy metals.

# LISTAS DE ILUSTRAÇÕES

- FIGURA 1 Laboratório de tratamento de resíduos do Departamento de Química Analítica do Instituto de Química UFRJ, p.19
- FIGURA 2 Filtração à vácuo realizada para separar os sólidos insolúveis do efluente, p.20
- FIGURA 3 Aspecto do sólido insolúvel, após a separação por meio de filtração à vácuo, p.21
- FIGURA 4 Tanque de acúmulo, onde foi realizada a amostragem, p.22
- FIGURA 5 Tubulação que direciona o efluente do tanque de acúmulo para a rede esgoto da CEDAE, p.22

#### LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

NBR - Norma Brasileira de Regulamentação

FEEMA – Fundação Estadual de Engenharia do Meio Ambiente

SEMA - Secretaria de Estado do Meio Ambiente

CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente

EPA – Agência de Proteção Ambiental

UFRJ - Universidade Federal do Rio de Janeiro

CEDAE – Companhia Estadual de Águas e Esgotos

ICP OES – Espectrômetro de Emissão Óptica com Fonte de Plasma Indutivamente Acoplada

C.M.P - Concentração Máxima Permissível

SV - Sem valor estabelecido

# SUMÁRIO

- 1. Introdução, p.11
- 2. Revisão Teórica, p.12
- 2.1 Resíduos definição e classificação, p.12
- 2.2 Legislação, p.12
- 2.3 Problemas de contaminação de efluente com metais, p.13
- 2.4 Coleta de amostra, p.14
- 2.5 Gerenciamento de resíduos dos laboratórios de pesquisa em Universidades, p.16
- 2.6 Gerenciamento de resíduos dos Departamentos de Química Analítica e Bioquímica do Instituto de Química/UFRJ, p.18
- 3. Objetivo, p.19
- 3.1 Geral, p.19
- 3.2 Específico, p.19
- 4. Metodologia, p.20
- 4.1 Local de Estudo, p.20
- 4.2 Coleta de Amostras, p.20
- 4.3 Coleta e acondicionamento das amostras, p.21
- 4.4 Medição de temperatura, pH e condutividade, p.22
- 4.5 Preparação e análises das amostras, p.23
- 4.6 Análise dos dados, p.24
- 5. Resultados e Discussão, p.24
- 6. Conclusão, p.29
- Referências Bibliográficas, p.28
   Anexos, p.29

### 1 Introdução

Os diferentes departamentos de química existentes em uma universidade podem gerar uma série de assuntos sobre os resíduos gerados e descartados, que estão presentes em grandes volumes de efluentes líquidos. Estes podem causar uma série de problemas não só ao meio ambiente, mas também a saúde pública se não forem tratados corretamente.

A partir disso, este assunto tem se tornado cada vez mais frequente devido as consequências que o mau uso e o gerenciamento de laboratórios poderiam causar com o lançamento inadequado em redes coletoras de esgoto. Com isso, as universidades passaram a dar uma maior importância ao descarte, o acúmulo e o destino final de resíduos gerados em laboratórios de graduação e pesquisa de seus departamentos.

Um dos investimentos que se tornou indispensável é a implantação do sistema de pré-tratamento de efluentes líquidos, cuja obrigatoriedade determinaria também um custo adicional para as universidades contratando empresas terceirizadas que ficariam responsáveis pela coleta dos resíduos gerados. É importante incentivar as instituições a instruírem todo o corpo docente, os técnicos e alunos a praticarem o manejo politicamente correto em relação ao descarte dos resíduos gerados nos laboratórios.

Finalmente, o presente trabalho tem como objetivo apresentar uma visão aprofundada sobre a carga poluente dos efluentes dos Departamentos de Química Analítica e Bioquímica do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Para tanto, este estudo analisou também os parâmetros como pH, condutividade, temperatura e teores de metais pesados. Com isso, foi verificado se os efluentes lançados nas pias, que são descartados nas Redes de Esgoto providas de Estação de Tratamento (CEDAE), estão em concentrações abaixo das máximas permitidas segundo os critérios e padrões de lançamentos de efluentes de acordo com o FEEMA – NT202.

#### 2 Revisão Teórica

#### 2.1 Resíduos – definição e classificação:

Nos dias atuais fala-se com uma certa frequência sobre resíduos, seu descarte, acúmulo e destino final em todo o mundo.

A definição de resíduo é caracterizada por tudo aquilo que resta, que remanesce, podendo ser uma matéria insolúvel que se deposita num filtro, uma porção de cinzas ou de partículas que restam de objeto calcinado ou qualquer substância restante de operação industrial e que pode ainda ser aproveitada industrialmente (Houaiss, 2009).

A classificação dos resíduos pode ser feita de acordo com a sua origem (domésticos, industriais, químicos, hospitalares, comerciais, agrícolas, serviços), com o seu estado físico (líquido, sólido, gasoso) e com a sua natureza (químicos, físicos, biológicos). De acordo com a NBR (Norma Brasileira de Regulamentação) 10004, classifica-se como perigosos (Classe I) os resíduos químicos que apresentam características de inflamabilidade, reatividade, toxicidade, corrosividade e patogenicidade e como não perigosos (Classe II – inertes e não inertes) baseados em testes de biodegradabilidade, lixiviação e solubilidade.

#### 2.2 - Legislação:

Os critérios e padrões para lançamento de efluentes líquidos (NT 202) são estabelecidos pelo FEEMA (Fundação Estadual de Engenharia do Meio Ambiente). Esta norma se aplica aos lançamentos diretos ou indiretos de efluentes líquidos, provenientes de atividades poluidoras, em águas interiores ou costeiras, superficiais ou subterrâneas do Estado, através de quaisquer meios de lançamento, inclusive a rede pública de esgoto.

Os lançamentos de efluentes em redes coletoras dotadas de tratamento devem obedecer aos seguintes padrões do Estado do Rio de Janeiro:

- **2.2.1 -** pH entre 5.0 e 9.0
- 2.2.2 Temperatura inferior a 40°C
- 2.2.3 Óleos até 100 mg/L
- **2.2.4 -** Concentração máxima dos seguintes metais:

Metais	Concentração máxima (mg/L)
Cromo hexavalente	0,5
Cromo trivalente	2,0
Cobre total	1,0
Cádmio total	0,1
Mercúrio total	0,01
Níquel total	2,0
Chumbo total	0,5
Zinco total	2,0
Arsênio total	0,5
Prata total	0,1
Selênio total	0,2

Fonte: Fundação Estadual de Engenharia do Meio Ambiente - FEEMA

Os valores estabelecidos nos itens 1.2.1, 1.2.2 e 1.2.4 da NT202, são os mesmos preconizados pela Portaria nº 003/SEMA (Secretaria de Estado do Meio Ambiente), de 11-04-75. O valor limite fixado no item 1.2.3, corresponde à concentração de sólidos sedimentáveis dos esgotos domésticos, que se julgam aceitáveis no caso, em face de existência de tratamento. O item 1.2.4 possuem valores estabelecidos com base em valores adotados em legislações de diversos países e também no Estado de São Paulo.

Deve-se considerar também que o Conama, em seu artigo 21 da Resolução 20/86, estabelece condições para o lançamento de efluentes nos corpos de água.

#### 2.3 - Problemas de contaminação de efluente com metais:

De acordo com o elevado desenvolvimento industrial ocorrido nas últimas décadas, a poluição em efluentes por metais tem sido um dos principais responsáveis pela contaminação de nossas águas e solo seja pela negligência no seu tratamento antes de despejá-las nos rios ou por acidentes e descuidos cada vez mais frequentes, que propiciam o lançamento de muitos poluentes nos ambientes aquáticos.

Desta forma, o lançamento de efluentes líquidos não tratados, provenientes das indústrias e esgotos sanitários, em rios, lagos e córregos podem provocar um sério desequilíbrio não só no ecossistema aquático, mas também podem comprometer gravemente a saúde pública. Além disso, os metais presentes em agrotóxicos provocam um efeito tóxico em animais e plantas aquáticas, podendo

acumular-se em seus organismos.

Entre os poluentes que geram grandes problemas para saúde humana podemos citar os metais pesados, que são elementos químicos metálicos de massa atômica relativamente alta, que em concentrações elevadas são muito tóxicos à vida. As atividades industriais têm introduzido uma quantidade de metais pesados nas águas muito maior do que aquela que seria permitida, causando desta forma grandes poluições.

Os efluentes industriais que poluem os rios podem causar contaminação por estes metais, provocando tumores hepáticos e de tireoide, rinites alérgicas, dermatoses e alterações neurológicas. Vale ressaltar que a ação destes metais na saúde humana é muito diversificada e igualmente profunda. Entre os mais perigosos estão o mercúrio, o cádmio, cromo e chumbo.

#### 2.4 - Coleta de amostra:

São vários os parâmetros que são importantes no planejamento de um protocolo de amostragem, inclusive as exigências e diretrizes da legislação. Os regulamentos, decretos e recomendações relativos à composição dos líquidos são complexos e seu número continua a crescer à medida que aumenta o interesse em proteger o meio ambiente.

A tendência é, cada vez mais, estabelecer controles que especificam valores máximos permitidos de determinadas substâncias. Este processo começou nos Estados Unidos no início dos anos 70 quando a Agência de Proteção Ambiental (EPA) produziu uma lista de poluentes importantes contendo substâncias e os níveis máximos de concentração de cada um deles.

Esta abordagem possui várias vantagens além da facilidade de interpretação das falhas dos regulamentos, mas tem também algumas desvantagens, como a incapacidade de responder às ameaças de novos poluentes e à falta de apreciação científica sobre o perigo real que a presença de um produto químico ou um grupo de produtos químicos representa para o meio ambiente. Portanto, sejam quais forem os critérios utilizados na interpretação, os resultados analíticos devem ser os mais representativos possível do todo e devem dar uma indicação confiável da concentração de quaisquer materiais analisados.

No laboratório costuma-se considerar os líquidos como homogêneos, pelo menos quando só uma fase é visível, portanto, no caso de grandes volumes de líquidos, os pontos de coleta da amostra devem ser escolhidos com cuidado. Mesmo quando o volume não é tão grande, pode ser importante a variação da posição de amostragem devido à fatores como variações de densidade, o fluxo laminar na superfície ou turbulências no líquido.

É importante saber que a faixa de concentração do analito pode variar entre poucos por cento do total até traços em mg/L ou menos. O volume necessário de amostra também pode variar de forma considerável. Com frequência são usadas técnicas de pré-concentração para obter quantidades mensuráveis de analito. A estabilidade da amostra coletada também pode ser outra dificuldade pois, em alguns casos, sem preservação adequada ou sem estabilização da amostra, ocorrem alterações entre a coleta e a análise. A amostragem depende também do objetivo e dos procedimentos a serem usados: obter uma série de amostras discretas a serem analisadas separadamente ou reunir as amostras coletadas em uma amostra composta (obtida por combinação das amostras discretas). A amostragem discreta é o método mais comumente empregado. No entanto, quando se coleta um grande número de amostras, sempre em duplicata, problemas com o volume e o grande número de análises podem tornar o método muito dispendioso. Quando o que se deseja é a concentração média do analito, é melhor preparar e executar um plano para obter uma amostra composta que reduza consideravelmente o volume da amostra e o número de análises requeridas.

Se o analista estiver alerta para a possibilidade de variação do material a ser analisado com a posição e o tempo, e se a amostra for acessível, a amostragem discreta pode ser feita com aparelhagem muito simples: frascos de vidro ou polietileno com capacidade de 50 a 1000 mL. Logo, se um grande número de amostras tiver que ser tratado antes da análise, o gasto com reagentes químicos aumenta. O intervalo de tempo entre a coleta e a análise tende também a ser indesejavelmente longo. O exame cuidadoso do objetivo inicial da análise comumente sugere que não é necessário coletar um grande número de amostras discretas.

Independentemente da técnica de amostragem empregada, é necessário um pré-tratamento para estabilizar a amostra e evitar mudanças de composição entre a coleta e a análise. O intervalo de tempo seguro entre a coleta e a análise, o tempo

de espera, pode variar muito, dependendo do analito e do pré-tratamento. Para muitas amostras, o primeiro estágio deve ser a filtração para remover o material sólido, indesejável. Esta etapa pode parecer simples, no entanto, ela pode causar diferenças significativas no tempo de espera e no resultado analítico final, porque a presença de pequenas partículas, inclusive micro-organismos, afeta significativamente os resultados de vários analitos comuns. Por exemplo, quando certas bactérias estão presentes, os níveis de nitrato e nitrito podem variar drasticamente durante o tempo de espera. Um outro problema é a concentração de muitos cátions, especialmente de metais pesados, que parece aumentar durante o tempo de espera porque sólidos finamente divididos dissolvem-se lentamente.

Independentemente da técnica de filtração, é importante estar alerta para a possibilidade da separação inadvertida ou perda de analitos que possam estar presentes como mais de uma espécie. É muito conhecida a capacidade de alguns cátions existirem em diferentes formas (especiação).

Após a filtração, a próxima etapa de estabilização é a preservação química ou física, permitindo assim o aumento do tempo de espera. Diversos métodos podem ser utilizados, dependendo do analito a ser determinado e da técnica usada na análise. Um procedimento normal na análise de cátions é o tratamento com ácido nítrico para manter os analitos em solução e reduzir ou suprimir eventuais alterações biológicas. Em geral, é suficiente a adição de 1,0 ml de HNO<sub>3</sub> concentrado para cada 100 ml de amostra. Normalmente, a estocagem da amostra em temperaturas baixas, 4°C ou - 10°C reduz as alterações químicas e biológicas. É uma boa ideia proteger a amostra da luz, especialmente, quando as concentrações de espécies orgânicas, como, por exemplo, resíduos de pesticidas, são baixas.

Os cátions de interesse nas amostras de líquidos podem, em muitos casos, ser analisados nas concentrações que caracterizam a poluição com o auxílio de procedimentos simplificados de pré-tratamento ou de concentração da amostra, especialmente em laboratórios bem equipados.

#### 2.5 - Gerenciamento de resíduos dos laboratórios de pesquisa em Universidades:

A geração de resíduos químicos em instituições de ensino e pesquisa no Brasil sempre foi um assunto muito pouco discutido. Na grande maioria das universidades, em especial nos Institutos e Departamentos de Química, a gestão dos resíduos gerados nas suas atividades rotineiras é inexistente, e devido à falta de

um órgão fiscalizador, o descarte inadequado continua a ser praticado.

No atual cenário, onde vários segmentos da sociedade vêm cada vez mais se preocupando com a questão ambiental, as universidades não podem mais sustentar esta medida cômoda de simplesmente ignorar sua posição de geradora de resíduos, mesmo porque esta atitude fere frontalmente o papel que a própria universidade desempenha quando avalia (e geralmente acusa) o impacto causado por outras unidades geradoras de resíduo fora dos seus limites físicos. Assim sendo, frente ao papel importante que as universidades desempenham na nossa sociedade, frente à importância ambiental que estes resíduos podem apresentar, e por uma questão de coerência de postura, é chegada a hora das universidades, e em especial dos Institutos e Departamentos de Química, implementarem seus programas de gestão de resíduos.

Em laboratórios químicos do Departamento de Analítica, os resíduos perigosos mais usuais compreendem os resíduos tóxicos, inflamáveis, corrosivos e reativos e soluções aquosas contaminadas por metais.

Assim, de acordo com a necessidade de gerenciar os resíduos, deve-se buscar a padronização de técnicas e procedimentos que devem ser utilizados no manejo dos resíduos gerados, de modo a disciplinar esse sistema de gestão, com vistas à minimização de risco, não apenas aos trabalhadores que lidam diretamente nos Laboratórios/Serviços, mas a toda comunidade e também ao meio ambiente. Outro fator importante que as Instituições de Ensino Superior (IES) devem prever na elaboração do Plano de Gerenciamento de resíduos é em relação ao cumprimento das exigências legais.

Dessa forma, a implantação de um Plano de Gerenciamento de resíduos em IES que possuam Laboratórios/Serviços responsáveis por gerar diferentes tipos de resíduos, muitos deles perigosos, não é só uma responsabilidade social e ambiental, mas também legal.

Por isso, como princípio, é importante existir a conscientização sobre a maneira de descartar estes resíduos, que podem ou não gerar danos ao meio e à saúde pública. Vale ressaltar que há resíduos que podem ser descartados na pia, sem problemas. Para isso devem ser observadas a toxicidade, a inflamabilidade, reatividade e concentração. Dentre os orgânicos é preciso que sejam ainda facilmente biodegradáveis.

2.6 - Gerenciamento de resíduos dos Departamentos de Química Analítica e Bioquímica do Instituto de Química/UFRJ:

De acordo com a importância do tratamento de efluentes lançados em redes de tratamento de esgoto, averiguou-se que os laboratórios do quinto andar do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro, não possuem uma estação de tratamento de esgoto específica. Os resíduos gerados nos laboratórios, e descartados na pia, são lançados dentro de tanques de acúmulo antes de serem descartados na rede de esgoto com estação de tratamento.

Outrossim, o departamento de Química Analítica realiza um bom trabalho em relação ao descarte de resíduos. Em todos os laboratórios há galões de descarte para diferentes metais, ácidos e bases, o que facilita no momento de realizar o tratamento. Essa conscientização no momento do descarte de rejeitos, em galões diferentes, é transmitida dos professores e técnicos a todos os alunos e monitores que fazem aulas práticas nos laboratórios. O Departamento de Química Analítica realiza um sistema de pré-tratamento dos rejeitos de metais, no qual utilizam pH 10 para precipitação destes e em seguida realizam uma filtração para a separação. Os sólidos separados são recolhidos por uma empresa contratada, que fica responsável pelo destino final e o filtrado é neutralizado e descartado na pia. Com os rejeitos ácido – base é feito um pré-tratamento de neutralização, em que se utilizam o hidróxido de sódio e o ácido clorídrico para a neutralizar o rejeito ácido e básico, respectivamente. Há também um projeto de recuperação do metal prata do rejeito, a fim de ser reutilizado. Vale ressaltar, que todos os laboratórios de pesquisa seguem o mesmo protocolo dos laboratórios de graduação.

Os laboratórios do Departamento de Bioquímica, ao contrário do Departamento de Química Analítica, não realizam o pré-tratamento dos rejeitos gerados. Apenas depositam os rejeitos, na maioria cromo e cobre, em galões diferentes e após o seu descarte uma empresa contratada realiza a coleta dos mesmos e também fica responsável pelo seu destino final.

Como o sistema atual de esgoto da Universidade não recebe qualquer tratamento, esses resíduos após passar por um tanque de coleta, se misturam com a rede pública de esgoto da CEDAE.

O Departamento de Química Analítica possui seis laboratórios de graduação, enquanto o de Bioquímica possui três. Em média a estimativa de alunos que frequentam estes laboratórios se baseia em mil alunos por semestre. Dessa

maneira, a conscientização de alunos, técnicos e docentes sobre o uso dos laboratórios no Instituto de Química é de suma importância para que possa ser reduzida a contaminação por efluentes, diminuindo assim o impacto ambiental e o risco gerado à saúde pública. Entre essas medidas para sensibilizar os usuários dos laboratórios, podem ser citadas aulas, palestras e normas sobre o tratamento correto dos resíduos.



Figura 1 – Laboratório de tratamento de resíduos do Departamento de Química Analítica do Instituto de Química – UFRJ.

#### 3 Objetivo

#### 3.1 - Geral

Determinar os parâmetros do efluente dos Departamentos de Química Analítica e Bioquímica do Instituto de Química – UFRJ, gerados nas aulas de laboratório de pesquisa e graduação, que são lançados na pia.

#### 3.2 - Específico

Verificar se esses parâmetros estão dentro dos critérios de padrões permissíveis em efluentes lançados em Redes de Esgotos providas de Estações de Tratamento, segundo a Resolução FEEMA NT202.

# 4 Metodologia

# 4.1 - Local de Estudo

O trabalho foi desenvolvido em um tanque de acúmulo localizados no entrepiso do quarto e quinto andares do Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Neste tanque estão efluentes gerados nas aulas de laboratório da graduação que são lançados na pia.



Figura 2 – Tanque de acúmulo, onde foi realizada a amostragem.

#### 4.2 - Coleta de amostras

Os pontos de coleta foram realizados no local de estudo. Foram realizadas cinco coletas com intervalo de tempo de três dias durante o mês de fevereiro de 2016.

Em maio desse mesmo ano foram realizadas mais quatro coletas com o mesmo intervalo de tempo utilizado no mês anterior.

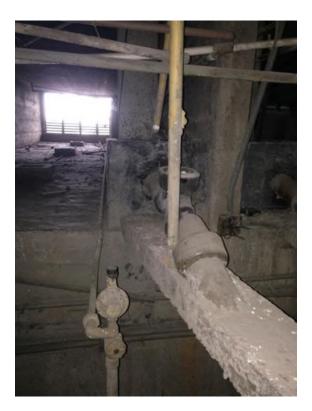


Figura 3 – Tubulação no qual o efluente do tanque de acúmulo se encontra com a rede de esgoto abastecida de estação de tratamento da CEDAE.

#### 4.3 - Coleta e acondicionamento das amostras

Todos os materiais utilizados para a coleta e acondicionamento das amostras para a quantificação dos metais são de polietileno e foram previamente submergidos em solução de ácido nítrico a 10% por 24 horas, para a eliminação das impurezas interferentes e, posteriormente, enxaguados com água destilada. Foram utilizados um recipiente e um frasco de 500 ml para a coleta das amostras.

Após a coleta, foi feita uma filtração à vácuo, em papel de filtro branco, para a separação dos resíduos sólidos insolúveis. Utilizou-se a estufa a 80 °C, para secar os resíduos sólidos durante duas horas.

Transferiu-se o efluente líquido para um frasco de plástico de 500 mL e colocou-se 2 mL de ácido nítrico concentrado. Levou-se à geladeira até o momento da análise.

Nas quatro coletas feitas no mês de maio, foi realizada uma préconcentração, no qual reduziu- se o volume de 500 mL para 100 mL, antes da análise.



Figura 4 – Filtração à vácuo realizada para separar os sólidos insolúveis do efluente.



Figura 5 – Aspecto do sólido insolúvel após a separação por meio da filtração à vácuo.

#### 4.4 - Medição de temperatura, pH e condutividade

A leitura de temperatura foi realizada por um termômetro manual, no momento da coleta. Já a leitura de pH, foi feita pelo medidor de pH de marca Metrohm e modelo pH lab – 827. A condutividade foi medida por um condutivímetro de marca Tecnopon BQUIP de modelo mCA150. Tanto a medida de pH, como de condutividade foram realizadas após a separação dos resíduos sólidos do efluente líquido.

# 4.5 - Preparação e análises das amostras

As determinações das concentrações dos metais foram realizadas por Espectrômetro de Emissão Óptica com Fonte de Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES), no Laboratório de Desenvolvimento Analítico – LaDA, localizado no Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro. O equipamento de análise possui configuração de visão dupla (axial e radial), marca ThermoScientific, modelo iCAP 6300 (Cambridge, Inglaterra), equipado com câmara de nebulização ciclônica, nebulizador do tipo MiraMist (Mira Mist CE, BurgenerResearch Inc., Ontario, Canadá), detector do tipo dispositivo de carga acoplado (CCD) e software operacional iTEVA 2.4 para aquisição de dados.

As determinações de todos os analitos foram realizadas na vista axial, utilizando curvas analíticas com cinco soluções-padrão para a calibração e quantificação por interpolação. As soluções de Ag, As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se e Zn foram geradas a partir de diluição de solução-padrão estoque SpecSol de concentração 1.000 ou 10.000 mg L<sup>-1</sup> (Quimlab Química & Metrologia<sup>®</sup>, Jardim Califórnia, Jacareí, São Paulo, Brasil), até obtenção das concentrações desejadas utilizando água ultrapura obtida de um sistema Milli-Q<sup>®</sup>, modelo Direct 8 (Merck Millipore, Billerica, Massachusetts, EUA). Vale salientar, que por danos no aparelho não foi possível obter sensibilidade para a medição dos elementos Selênio, Mercúrio e Arsênio.

As condições operacionais do instrumento são apresentadas na tabela 1:

**Tabela 1**: Condições operacionais para o ICP OES modelo iCAP 6300 utilizadas na determinação de metais nas amostras.

Parâmetro	Valor
Potência incidente (W)	1200
Vazão de gás do plasma (L min <sup>-1</sup> )	12
Vazão de gás auxiliar (L min <sup>-1</sup> )	0,5
Pressão do nebulizador (bar)	0,19
Velocidade de rotação da bomba peristáltica durante a aquisição	
de dados (rpm)	50
Tempo de integração (s)	1
Número de replicatas de leitura	3
Comprimento de onda (nm)	Ag: $\lambda = 328,068$ As: $\lambda = 193,759$ Cd: $\lambda = 228,502$ Cr: $\lambda = 283,563$ Cu: $\lambda = 324,754$ Hg: $\lambda = 194,227$ Ni: $\lambda = 231,604$ Pb: $\lambda = 220,353$ Se: $\lambda = 196,090$ Zn: $\lambda = 213,856$

#### 4.6 - Análise dos dados:

Para a análise dos resultados obtidos, foi consultada a Resolução FEEMA (Fundação Estadual de Engenharia do Meio Ambiente) NT 202, de 04 de dezembro de 1986, que dispõe sobre critérios e padrões para lançamento de efluentes líquidos em redes de esgoto providas de estações de tratamento para o estado do Rio de Janeiro.

Os testes estatísticos foram realizados utilizando o programa do Excel. Para rejeição dos dados foi utilizado o Teste de Grubbs. Foi utilizado o Teste T pareado, para as comparações entre os dados dos meses coletados.

#### 5 Resultados e Discussão

A seguir são apresentados os resultados das análises coletadas nos meses de Fevereiro e Maio de 2016 nos tanques de acúmulo, de efluentes gerados nas aulas de graduação dos Departamentos de Analítica e Bioquímica, localizados no Instituto de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Dentre os parâmetros físico-químicos, a temperatura variou entre 22 °C e 29°C, o pH entre 5,6 e 7,3 e a condutividade entre 163,7 e 232,3 µS/cm a 25°C. Na tabela 2 abaixo são apresentados esses parâmetros encontrados em cada amostra juntos com os padrões da Resolução FEEMA NT202.

**Tabela 2.** Parâmetros físico-químicos das amostras de efluentes coletados no tanque de acúmulo localizado no entrepiso do quarto e quinto andares do Instituto de Química.

Amostra	Dia da amostragem	Temperatura (°C)	рН	Condutividade (µs/cm)
1	29. Jan	26	5,7	214,0
2	01. Fev	28	7,3	216,5
3	04. Fev	27	6,8	217,3
4	16. Fev	28	7,3	232,3
5	19. Fev	29	6,4	187,2
6	03. Mai	22	5,6	229,5
7	06. Mai	23	5,6	163,7
8	09. Mai	24	6,1	230,5
9	12. Mai	24	6,1	192,7
Resoluc	ção FEEMA NT202	Inferior a 40 (°C)	5,0 - 9,0	*sv

<sup>\*</sup>sv: sem valor estabelecido

Verificou-se que todos os parâmetros físico-químicos estão enquadrados nos padrões da Resolução FEEMA NT202.

As concentrações de Prata, Cádmio, Cromo, Cobre, Níquel, Chumbo e Zinco das amostras de efluentes, gerados nos laboratórios de pesquisa e graduação do Instituto de Química, estão apresentados na Tabela 3. A partir, dos dados encontrados, calculou-se a média, desvio padrão, valor máximo e mínimo de ocorrência, em mg/L, de cada metal pesquisado, considerando-se todas as amostragens realizadas. Na tabela, também são resumidos os valores máximos de concentrações permissíveis em efluentes lançados em Redes de Esgotos providas de Estação de Tratamento estabelecidos na Resolução FEEMA NT 202.

É importante salientar, que por danos no aparelho ICP OES, não obteve sensibilidade para a medição dos elementos selênio, mercúrio e arsênio.

**Tabela 3.** Concentração de metais nas amostras de efluentes coletados no tanque de acúmulo localizado no entrepiso do quarto e quinto andares do Instituto de Química (mg/L).

Amostra	Ag	Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
1	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,039	0,011	0,026	0,155
2	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,029	0,008	0,030	0,121
3	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,098	0,025	0,077	1,238
4	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,047	0,009	0,035	0,223
5	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,071	0,009	0,089	0,180
6	< 0,005	< 0,005	0,003	0,028	0,005	0,010	0,334
7	< 0,005	< 0,005	0,006	0,035	0,005	0,012	0,224
8	< 0,005	< 0,005	0,013	0,028	0,005	0,012	0,140
9	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,042	0,005	0,008	0,227
Média	*sv	*sv	*sv	0,046	0,010	0,034	0,327
Desvio Padrão	*sv	*sv	*sv	0,024	0,007	0,030	0,374
Mínimo	*sv	*sv	*sv	0,028	0,005	0,008	0,121
Máximo	*sv	*sv	*sv	0,098	0,025	0,089	1,238
*C.M.P. (FEEMA)	0,1	0,1	0,5	1,0	2,0	0,5	2,0

\*C.M.P.: Concentração Máxima Permissível para os metais para o enquadramento de efluentes lançados em Redes de Esgotos (mg/L).

Foi feito para as diversas amostragens o teste estatístico de Grubbs. O teste G é desenvolvido para verificar a presença de valores extremos em observações amostrais. Valores extremos podem ser considerados como manifestações da variabilidade aleatória inerente aos dados, ou apenas um erro no cálculo durante o recolhimento dos dados e até mesmo uma anotação precipitada pelo operador.

Existem inúmeros critérios para testar valores extremos. Em todos eles, desenvolvemos o cálculo numérico amostral (estatística) e comparamos com um valor crítico baseado na teoria de amostras aleatórias, para decidirmos se existe ou não uma observação considerada valor extremo.

O valor de G calculado ( $G_c$ ) é comparado com um valor crítico, em um nível de significância escolhido. Um valor aberrante é detectado se  $G_{calculado} > G_{tabelado}$ . Para os dados feitos, utilizou-se um nível de 95% de confiança. Assim todos os valores encontrados maiores que os tabelados foram rejeitados.

A partir do teste de Grubbs foram rejeitados os valores da 3ª amostra para as concentrações de cobre, níquel e zinco. Pode ter ocorrido alguma contaminação no

<sup>\*</sup>sv: sem valor estabelecido

momento da filtração ou da análise, assim essa amostra obteve um teor dos metais maior que as demais.

Nas tabelas 4 e 5 são apresentadas as concentrações dos metais cobre, níquel, chumbo e zinco nas amostras de efluentes, com os dados já devidamente rejeitados após o teste de Grubbs. A análise mostrou que não houve uma diferença significativa nos resultados encontrados e todos estão dentro dos padrões da Resolução FEEMA NT 202.

Em seguida, foi feito o teste estatístico t pareado, a fim de comparar os resultados dos meses de fevereiro e maio. Para realizá-lo, deve-se testar os valores dos diferentes conjuntos empregando o teste F e, não havendo diferença significativa entre as precisões.

O teste t pareado foi realizado para verificar se havia diferença significativa entre as coletas dos meses de fevereiro e maio. Os dados foram agrupados pelos meses das coletas. Houve diferença significativa apenas nos dados do níquel, no qual o valor de t ficou acima do valor tabelado. No entanto como os valores de níquel estão muito abaixo do limite considerou-se que não haveria necessidade de fazer novas coletas, pois não haveria possibilidade dos valores serem superiores ao limite da FEEMA NT202.

Comparando os valores médios ou máximos com os limites verificamos que todos estão abaixo do limite.

No Teste T foram calculados média, desvio padrão e variância dos meses de fevereiro e maio para os metais cobre, níquel, chumbo e zinco. Nas tabelas 4 e 5 esses dados estão disponibilizados para cada metal citado.

**Tabela 4**. Dados estatísticos no mês de fevereiro.

		Cu	Ni	Pb	Zn
Fevereiro	Média	0,047	0,009	0,051	0,170
	Desvio de Padrão	0,018	0,001	0,030	0,043
	Variância	0,0003	1,58E-06	0,0009	0,002

Tabela 5. Dados estatísticos no mês de maio.

		Cu	Ni	Pb	Zn
Maio	Média	0,033	0,005	0,011	0,231
	Desvio de Padrão	0,007	0,0002	0,002	0,080
	Variância	4,85E-05	2,67E-08	3,88E-06	0,006

#### 5 Conclusão

A partir dos resultados encontrados, é importante ressaltar que com o estudo realizado, a fim de descobrir se o tratamento e o descarte adequado de efluentes são efetuados e se o Instituto de Química da UFRJ realiza ou não um bom trabalho em função deste descarte de efluentes nos laboratórios de pesquisa e graduação, verificou-se que todos os parâmetros avaliados neste trabalho estão dentro dos limites especificados pela resolução FEEMA NT202.

Os resultados deste trabalho não só possibilitaram a apresentação de uma boa margem de valores em relação aos parâmetros da FEEMA NT202, mas também servirão para o incentivo contínuo de manter a preocupação ativa em relação à geração, ao descarte e ao destino final dos resíduos atualmente gerados na Universidade.

Para tudo, isso demonstra que a coleta dos resíduos e o tratamento realizado nos Departamentos de Química Analítica e Bioquímica são eficientes e que todo o corpo docente, os técnicos e os alunos seguem o protocolo adequado em relação ao descarte de resíduos.

Finalmente, os efluentes do quinto andar dos Departamentos de Química Analítica e Bioquímica podem ser descartados na rede de esgoto provida de estação de tratamento.

# 6 Referências Bibliográficas

- -FUNDAÇÃO ESTADUAL DE ENGENHARIA DO MEIO AMBIENTE; FEEMA: NT202; Rio de Janeiro; 04 de dezembro de 1986.
- -Mendham J; Denney R.C; Barnes J.D; Thomas M.J.K; VOGEL Análise Química Quantitativa; 6ª edição; Editora LTC; Londres 2000.
- -ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS; ABNT; NORMA BRASILEIRA DE REGULAMENTAÇÃO; NBR 10004:2004; 30 de novembro de 2004.
- -Skoog; West; Holler; Croch; Fundamentos de Química Analítica Tradução da 8ª edição norte americana; Editora THOMSON.
- -Skoog Douglas A; Holler F.James; Nieman Timothy A; Princípios de Análisis Instrumental; Quinta edición; Editora Concepción Fernández Madrid; España 2001.
- -Skoog Douglas A; Holles F.James; Crouch Stanley R; Principles of Instrumental Analysis 6<sup>a</sup> edition; United States; Editora Thomson Brooks/Cole; 2007.
- -Krug Francisco José; Métodos de Preparo de amostras; 1ª edição; Editor Krug F.J; Piracicaba 2010.
- -HOUAISS Antonio; Dicionário Eletrônico Houaiss da Língua Portuguesa; Edição 1; Editora Objetiva; 2009.
- -AFONSO, Júlio Carlos et al. Gerenciamento de resíduos laboratoriais; Recuperação de elemento e preparo para descarte final; Química Nova; 2003.
- -Jardim, Wilson de Figueiredo. Gerenciamento de Resíduos Químicos em Laboratórios de Ensino e Pesquisa; Química Nova; 1998.

#### **ANEXO 1**

#### Teste estatístico de Grubbs

Teste de Grubbs para rejeição de dados

- 1. Colocar os dados em ordem crescente
- 2. Destacar o dado suspeito
- 3. Calcular a média e o desvio padrão com todos os dados
- 4. Calcular G.G= |suspeito média| / s
- 5. Procurar G na tabela. Se o valor calculado for maior que o tabelado, então este valor é rejeitado.

Valor de G para 9 valores com 95% de confiabilidade: 2,110

Resultados do teste estatístico G de todas as amostras coletadas nos meses de fevereiro e maio para os metais cobre, níquel, chumbo e zinco:

#### - Cobre

	Cu		
Amostras	Cu	crescente	G
1	0,039	0,028	0,792
2	0,029	0,028	0,775
3	0,098	0,029	0,733
4	0,047	0,035	0,487
5	0,071	0,039	0,309
6	0,028	0,042	0,165
7	0,035	0,047	0,030
8	0,028	0,071	1,047
9	0,042	0,098	2,191
	média	0,046	
	desvio padrão	0,024	

# - Níquel

	Ni		
Amostras	Ni	crescente	G
1	0,011	0,005	0,676
2	0,008	0,005	0,645
3	0,025	0,005	0,645
4	0,009	0,005	0,614
5	0,009	0,008	0,174
6	0,005	0,009	0,017
7	0,005	0,009	0,017
8	0,005	0,011	0,296
9	0,005	0,025	2,493
	média	0,009	
	desvio padrão	0,006	

# - Chumbo

	Pb		
Amostras	Pb	crescente	G
1	0,026	0,008	0,844
2	0,030	0,010	0,777
3	0,077	0,012	0,710
4	0,035	0,012	0,703
5	0,089	0,026	0,242
6	0,010	0,030	0,108
7	0,012	0,035	0,059
8	0,012	0,077	1,462
9	0,008	0,089	1,864
	média	0,033	
	desvio padrão	0,030	

		Zn	
Amostras	Zn	crescente	G
1	0,155	0,121	0,554
2	0,121	0,140	0,501
3	1,238	0,155	0,457
4	0,223	0,180	0,386
5	0,180	0,223	0,264
6	0,334	0,224	0,261
7	0,224	0,227	0,253
8	0,140	0,334	0,053
9	0,227	1,238	2,623
	média	0,316	
	desvio padrão	0,352	

#### **ANEXO 2**

## Teste estatístico t pareado

Teste t pareado para comparação das amostras coletas entre os meses de fevereiro e maio

- 1. Calcular média e desvio padrão dos dados de cada mês
- 2. Calcular a variância. V= s<sup>2</sup>
- 3. Calcular a variância ponderada. Sp =  $\sqrt{((n1-1) s^2 + (n2-1) s^2)/(n1 + n2-2)}$
- 4. Calcular o valor de t. t =  $(\text{m\'edia}_1 \text{m\'edia}_2) / s_p \sqrt{(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2})}$

Resultados do teste estatístico t pareado de todas as amostras coletadas comparando os meses de fevereiro e maio para os metais cobre, níquel, chumbo e zinco:

F	Amostra	Cu	Ni	Pb	Zn
Е	1	0,039	0,011	0,026	0,155
V	2	0,029	0,008	0,030	0,121
Е	3	Rejeitado	Rejeitado	0,077	Rejeitado
R	4	0,047	0,009	0,035	0,223
Е	5	0,071	0,009	0,089	0,180
I	média	0,047	0,009	0,051	0,170
R	desvio de padrão	0,018	0,001	0,029	0,043
0	variância	0,0003	1,583E-06	0,001	0,002
	6	0,028	0,005	0,010	0,334
	7	0,035	0,005	0,012	0,224
M	8	0,028	0,005	0,012	0,140
Α	9	0,042	0,005	0,008	0,227
I	média	0,033	0,005	0,011	0,231
0	desvio de padrão	0,007	0,0002	0,002	0,080
	variância	4,85E-05	2,67E-08	3,88E-06	0,006
	Sp	0,014	0,0009	0,022	0,064
	t	1,38	6,69	2,74	1,35