

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA HIDRÁULICA E RECURSOS HÍDRICOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM SANEAMENTO, MEIO AMBIENTE E RECURSOS HÍDRICOS**

**Estudo de Testes de Lixiviação
Aplicados aos Resíduos Perigosos
Solidificados/Estabilizados com Cimento**

TÂNIA VALÉRIA DA SILVA DE OLIVEIRA

**Belo Horizonte
2002**

Tânia Valéria da Silva de Oliveira

Estudo de Testes de Lixiviação Aplicados aos Resíduos Perigosos Solidificados/Estabilizados com Cimento

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos dos Departamentos de Engenharia Sanitária e Ambiental e Engenharia Hidráulica e Recursos Hídricos da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos.

Área de concentração: Meio Ambiente

Orientador: Prof^a Dra. Liséte Celina Lange

Universidade Federal de Minas Gerais

©

Belo Horizonte

Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental
Departamento de Engenharia Hidráulica e Recursos Hídricos
Escola de Engenharia da UFMG

2002

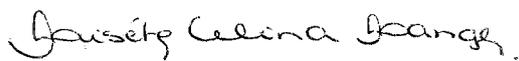
**“Estudo de Testes de Lixiviação Aplicados aos Resíduos Perigosos
Solidificados/Estabilizados com Cimento”**

Tânia Valéria da Silva de Oliveira

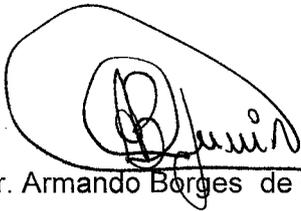
Dissertação de Mestrado submetida à banca examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Grau de Mestre em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos - Área de Concentração: Meio Ambiente

Aprovada em 17 de dezembro de 2002.

Por:



Prof^a Dra. Lisete Celina Lange



Prof. Dr. Armando Borges de Castilhos Júnior



Eng^a. Dra. Clédola Cássia Oliveira de Tello

*“O temor do Senhor é o princípio da ciência;
os loucos desprezam a sabedoria e a instrução”*
(Provérbios 1, verso 7)

Ao Deus invisível, fonte da sabedoria

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus pela graça abundante dispensada nos momentos mais difíceis.

Ao meu esposo, Ecidir, pelo amor e compreensão.

A minha família, minha mãe, meus irmãos, meus sobrinhos pelo carinho.

A Profª Dra. Liséte Celina Lange pela orientação, incentivo e apoio.

A Dra. Clédola Cássia Oliveira de Tello pela co-orientação e amizade.

A Maria Augusta Silva do Prado pelas sugestões e revisões.

A Maria Judite Afonso Haucz, Sandro Rogério Novaes Selles, Leandro Augusto Viana Teixeira, Ródsnele Chaves Torres, Francisco Donizete Cândido, Antônio Juscelino Pinto e Antônio de Jesus Temóteo pela fundamental colaboração na realização da parte experimental deste trabalho.

A Fábio Silva e a Noil Amorim de Menezes Cussioli pela contribuição na formatação do texto desta dissertação.

Aos amigos do Serviço de Tecnologia de Rejeitos – CT3 do CDTN/CNEN pela solidariedade.

Ao Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear pelos recursos financeiros, materiais e humanos dispensados para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Enrico Antonio Colosimo do Departamento de Estatística da Universidade Federal de Minas Gerais e aos alunos do quinto período do curso de Estatística pela grande contribuição no desenvolvimento das ferramentas estatísticas utilizadas neste trabalho. ⑥

A equipe da biblioteca do CDTN pela colaboração na busca das publicações solicitadas e, em especial, a Nívea, pela revisão das referências bibliográficas.

A todos que contribuíram de alguma maneira para que este trabalho pudesse ser realizado.

SUMÁRIO

	Página
LISTA DE FIGURAS.....	viii
LISTA DE TABELAS.....	viii
LISTA DE QUADROS.....	ix
LISTA DE ANEXOS.....	ix
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	x
GLOSSÁRIO.....	xi
RESUMO.....	xiii
ABSTRACT.....	xiv
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 OBJETIVOS.....	3
1.2 APRESENTAÇÃO DO TRABALHO.....	3
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 RESÍDUOS.....	5
2.1.1 <i>Definição e Classificação</i>	5
2.1.2 <i>Legislação</i>	7
2.1.2.1 <i>Legislação Federal</i>	7
2.1.2.2 <i>Legislação Estadual</i>	9
2.1.2.3 <i>Legislação Municipal</i>	10
2.1.3 <i>Resíduos Sólidos Perigosos</i>	10
2.2 A TECNOLOGIA DE SOLIDIFICAÇÃO/ESTABILIZAÇÃO DE RESÍDUOS PERIGOSOS.....	11
2.3 ESTABILIZAÇÃO/SOLIDIFICAÇÃO COM CIMENTO.....	14
2.3.1 <i>Cimento Portland</i>	14
2.3.2 <i>Produto de Resíduo Cimentado</i>	17
2.3.3 <i>Disposição Final dos Resíduos Solidificados/Estabilizados</i>	18
2.4 OS METAIS PESADOS.....	19
2.4.1 <i>Chumbo</i>	21
2.4.2 <i>Cádmio</i>	22
2.4.3 <i>Cromo</i>	24
2.4.4 <i>Cobre</i>	24
2.4.5 <i>Zinco</i>	25
2.5 LIXIVIAÇÃO DE RESÍDUOS.....	26
2.5.1 <i>Parâmetros que Influenciam a Lixiviação</i>	26
2.5.1.1 <i>Área superficial do resíduo</i>	27
2.5.1.2 <i>Equipamento e técnica de agitação</i>	27
2.5.1.3 <i>Natureza do lixiviante</i>	27
2.5.1.4 <i>Razão lixiviante/resíduo (L/R)</i>	28
2.5.1.5 <i>Número de extrações utilizadas</i>	28
2.5.1.6 <i>Tempo de contato</i>	29
2.5.1.7 <i>Temperatura</i>	29
2.5.1.8 <i>Ajuste do pH</i>	29
2.5.1.9 <i>Separação do lixiviante via filtração</i>	30
2.5.1.10 <i>Análises químicas dos lixiviados</i>	30
2.5.2 <i>Mecanismos Envolvidos na Lixiviação</i>	30

2.5.3	<i>Métodos de Lixiviação</i>	32
2.5.3.1	Classificação dos métodos de lixiviação.....	33
2.5.3.2	Principais testes de lixiviação.....	40
2.5.4	<i>Considerações Gerais sobre Testes de Lixiviação</i>	43
3	METODOLOGIA	45
3.1	MATERIAIS.....	45
3.1.1	<i>Definição e Preparação da Solução que Simula Resíduo Perigoso</i>	45
3.1.2	<i>Cimento Portland</i>	47
3.1.3	<i>Hidróxido de Cálcio</i>	47
3.2	MÉTODOS.....	48
3.2.1	<i>Preparação da Pasta e Confeção dos Corpos-de-prova</i>	48
3.2.2	<i>Ensaio Realizados nas Pastas e Produtos</i>	52
3.2.2.1	Ensaio de tempo de pega.....	52
3.2.2.2	Ensaio de viscosidade.....	52
3.2.2.3	Densidade.....	53
3.2.2.4	Ensaio de resistência à compressão.....	53
3.2.3	<i>Ensaio de Lixiviação</i>	54
3.2.3.1	Seleção dos testes de lixiviação.....	55
3.2.3.2	Execução dos testes de lixiviação.....	57
3.2.4	<i>Ferramentas Estatísticas Utilizadas para a Análise dos Dados</i>	59
3.2.5	<i>Análises Químicas dos Lixiviados</i>	61
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	63
4.1	CARACTERÍSTICAS DA SOLUÇÃO QUE SIMULA RESÍDUO PERIGOSO.....	63
4.2	PROPRIEDADES DA PASTA E DO PRODUTO.....	63
4.3	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS DA LIXIVIAÇÃO.....	64
4.3.1	<i>Compilação dos Dados</i>	64
4.3.2	<i>Análise Estatística dos Dados</i>	68
4.3.2.1	Zinco.....	68
4.3.2.2	Chumbo.....	71
4.3.2.3	Cromo.....	74
4.3.2.4	Cádmio.....	76
4.3.2.5	Cobre.....	78
4.3.3	<i>Resumo Comparativo do Estudo Estatístico</i>	80
5	CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	81
5.1	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	82
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	83

LISTA DE FIGURAS

	Página
FIGURA 1: TIPOS DE TESTES DE LIXIVIAÇÃO/EXTRAÇÃO.....	35
FIGURA 2: TESTES DE LIXIVIAÇÃO DINÂMICOS.....	38
FIGURA 3: SOLUÇÃO QUE SIMULA RESÍDUO PERIGOSO	47
FIGURA 4: ETAPAS DA PREPARAÇÃO DAS PASTAS	49
FIGURA 5: CORPOS-DE-PROVA CONFECCIONADOS FORA E DENTRO DOS MOLDES	50
FIGURA 6: FICHA DE ACOMPANHAMENTO DA PREPARAÇÃO DAS PASTAS	51
FIGURA 7: APARELHO DE VICAT UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE PEGA.....	52
FIGURA 8: VISCOSÍMETRO UTILIZADO PARA A DETERMINAÇÃO DA VISCOSIDADE DA PASTA.....	52
FIGURA 9: PRENSA UTILIZADA PARA OS ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	53
FIGURA 10: ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO – PRINCIPAIS ETAPAS.....	54
FIGURA 11: SISTEMA DE AGITAÇÃO UTILIZADO PARA OS TESTES NBR 10.005 E MEP	57
FIGURA 12: SISTEMA DE AGITAÇÃO UTILIZADO PARA OS TESTES TCLP E X 31-210	57
FIGURA 13: REPRESENTAÇÃO GRÁFICA DA ESTRUTURA DO EXPERIMENTO.....	58
FIGURA 14: PLANILHA DE LIXIVIAÇÃO UTILIZADA PARA O TESTE TCLP	58
FIGURA 15: COMPARAÇÃO DOS TESTES DE LIXIVIAÇÃO PARA CÁDMIO NOS LIXIVIADOS	66
FIGURA 16: COMPARAÇÃO DOS TESTES DE LIXIVIAÇÃO PARA COBRE NOS LIXIVIADOS	67
FIGURA 17: COMPARAÇÃO DOS TESTES DE LIXIVIAÇÃO PARA CROMO NOS LIXIVIADOS	67
FIGURA 18: COMPARAÇÃO DOS TESTES DE LIXIVIAÇÃO PARA ZINCO NOS LIXIVIADOS	67
FIGURA 19: COMPARAÇÃO DOS TESTES DE LIXIVIAÇÃO PARA CHUMBO NOS LIXIVIADOS	67
FIGURA 20: <i>BOXPLOTS</i> ESTRATIFICADOS POR NORMAS PARA O ZN	68
FIGURA 21: <i>BOXPLOTS</i> ESTRATIFICADOS POR NORMAS PARA O PB	71
FIGURA 22: <i>BOXPLOTS</i> ESTRATIFICADOS POR NORMAS PARA O CR	74
FIGURA 23: <i>BOXPLOTS</i> ESTRATIFICADOS POR NORMAS PARA O CD	76
FIGURA 24: <i>BOXPLOTS</i> ESTRATIFICADOS POR NORMAS PARA O CU	78

LISTA DE TABELAS

	Página
TABELA 1 COMPOSIÇÃO DO CIMENTO PORTLAND	15
TABELA 2 CONCENTRAÇÃO DOS CONTAMINANTES PRESENTES NO RESÍDUO BORRA DE CENTRÍFUGA	45
TABELA 3 SOLUÇÃO QUE SIMULA RESÍDUO PERIGOSO	46
TABELA 4 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DO CIMENTO CPIIE-32	47
TABELA 5 ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA).....	60
TABELA 6 LINHAS ANALÍTICAS E LIMITES DE DETECÇÃO PARA CADA METAL PESADO	62
TABELA 7 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DA SOLUÇÃO DE RESÍDUO	63
TABELA 8 CARACTERÍSTICAS DA PASTA E DO PRODUTO	63
TABELA 9 CONCENTRAÇÃO MÉDIA DOS METAIS PESADOS NOS LIXIVIADOS	64
TABELA 10 COEFICIENTES DE VARIAÇÃO (CV) PARA AS CONCENTRAÇÕES DOS METAIS PESADOS	65
TABELA 11 ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA OS DADOS TRANSFORMADOS PARA O ZN	69
TABELA 12 ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA OS DADOS TRANSFORMADOS PARA O PB	72
TABELA 13 ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA OS DADOS TRANSFORMADOS PARA O CR	74
TABELA 14 ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA OS DADOS TRANSFORMADOS PARA O CD	76
TABELA 15 ANÁLISE DE VARIÂNCIA PARA OS DADOS TRANSFORMADOS PARA O CU	79

LISTA DE QUADROS

	Página
QUADRO 1 PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DE TESTES DE LIXIVIAÇÃO COM AGITAÇÃO	36
QUADRO 2 PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DE TESTES DE LIXIVIAÇÃO DINÂMICOS EM SÉRIE	39
QUADRO 3 PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DOS MÉTODOS EP, TCLP, MEP E X31-210	56
QUADRO 4 COMPARAÇÃO ENTRE AS NORMAS DE LIXIVIAÇÃO TCLP, NBR 10.005, MEP E X31-210	80

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A FICHAS DE ACOMPANHAMENTO DA PREPARAÇÃO DAS PASTAS	
ANEXO B PLANILHAS DOS ENSAIOS DE LIXIVIAÇÃO	
ANEXO C RESULTADOS DAS ANÁLISES QUÍMICAS DOS LIXIVIADOS	
ANEXO D VERIFICAÇÃO DAS SUPOSIÇÕES DO MODELO ESTATÍSTICO SELECIONADO PARA A ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS DE LIXIVIAÇÃO EFETUADA PARA O CHUMBO (Pb)	
ANEXO E MÉTODO DE COMPARAÇÃO DE DUNCAN EFETUADO PARA O ZINCO (Zn)	

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
CDTN	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CNEN	Comissão Nacional de Energia Nuclear
CETESB	Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental - SP
CONAMA	Conselho Nacional de Meio Ambiente
COPAM	Conselho Estadual de Política Ambiental
EPA	Environmental Protection Agency
E.U.A	Estados Unidos da América
FEAM	Fundação Estadual do Meio Ambiente - MG
ICP/AES	Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado
MEP	Multiple Extraction Procedure
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
PCB	Bifenilas Policloradas
PN	Projeto de Norma
PVC	Cloreto de Polivinila
RCRA	Resource Conservation Recovery Act
S/E	Solidificação/Estabilização
TCLP	Toxicity Characteristic Leaching Procedure
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais
u.m.a	unidade de massa atômica

Nomenclatura para os compostos do cimento:

C = CaO	Óxido de cálcio
F = Fe ₂ O ₃	Óxido de ferro III
H = H ₂ O	Água
A = Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio III
M = MgO	Óxido de magnésio
S = SiO ₂	Óxido de silício
C ₂ S = 2CaO.SiO ₂	Silicato dicálcico
C ₃ S = 3CaO.SiO ₂	Silicato tricálcico
C ₃ A = 3CaO.Al ₂ O ₃	Aluminato tricálcico
C ₄ AF = 4CaO.Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	Ferro aluminato tetracálcico
CH = Ca(OH) ₂	Hidróxido de cálcio
CSH = nCaO.SiO ₂ .mH ₂ O	Silicato de cálcio hidratado

GLOSSÁRIO

Aditivo: termo genérico usado para definir os materiais que são adicionados ao cimento e à pasta de cimento para modificar uma ou mais propriedades da mistura e do produto solidificado.

Argamassa: mistura de agregado miúdo (areia) e pasta de cimento.

Argila: material natural mineral tendo propriedades plásticas e composto de partículas muito finas (usualmente considera-se a fração de argila de um solo a porção que consiste de partículas mais finas do que $2\mu\text{m}$). As argilas minerais são, essencialmente, silicatos de alumínio hidratados ou, ocasionalmente, silicatos de magnésio hidratados, com cátions, sódio, cálcio, potássio e magnésio.

Armazenamento: confinamento dos resíduos por um período definido de tempo.

Bentonita: argila composta principalmente de minerais do grupo da montmorilonita, caracterizada pela alta adsorção e grande mudança de volume pelo umedecimento e secagem.

Clínquer: aglomerante granular constituído basicamente de silicato dicálcico, silicato tricálcico, aluminato tricálcico e ferro aluminatotetracálcico, obtido através da calcinação de matéria prima.

Ensaio: operação técnica que consiste na determinação de uma ou mais características, ou desempenho de um produto, material, equipamento, fenômeno físico, processo ou serviço, em conformidade com o procedimento especificado.

Fator: variável cuja influência sobre a variável resposta será estudada no experimento.

Fim de pega: convencionou-se denominar “fim de pega” a situação em que a pasta deixa de ser deformável, para pequenas cargas e, se torna um bloco rígido.

Finura: noção associada ao tamanho de grãos. Pode ser medida pelo tamanho máximo do grão retido em peneiras padronizadas ou por avaliação da área superficial. Influencia parâmetros como relação água/cimento (a/c), velocidade das reações químicas e, conseqüentemente, o desenvolvimento de propriedades do produto.

Imobilização ou incorporação: processo de tratamento que consiste em envolver o resíduo em uma matriz de modo a minimizar o potencial de migração ou dispersão de contaminantes pelos processos naturais, durante o armazenamento, transporte e disposição.

Início de pega: tempo que decorre desde a operação de adição da água até o início das reações com os compostos do cimento, sendo caracterizado pelo aumento brusco da viscosidade da pasta e pela elevação da temperatura.

Níveis de um fator: valores atribuídos a um fator considerado no estudo.

Padrão de Potabilidade: conjunto de valores máximos permissíveis, das características de qualidade da água destinada ao consumo humano

Pasta: mistura constituída de cimento com quantidade limitada de água e/ou resíduo, aditivo, se necessário, produzindo uma massa plástica que, após a pega, torna-se rígida.

Pega: significa perda por plasticidade ou trabalhabilidade que ocorre durante um determinado tempo. Após a pega inicia-se a fase de endurecimento, com o desenvolvimento da resistência.

Permeabilidade: propriedade de um material que permite a passagem de fluidos através de sua estrutura interna.

Produto de resíduo ou produto solidificado ou resíduo solidificado: pasta de cimento endurecida contendo resíduo perigoso.

Resíduo simulado: solução preparada em laboratório contendo componentes encontrados em soluções de resíduo real.

Tratamento: qualquer operação visando modificar as características do resíduo perigoso, como por exemplo: redução de volume, mudança de composição, remoção de contaminantes e outros.

Tempo de pega: tempo necessário para que a pasta de cimento passe do estado pastoso ao estado sólido

RESUMO

Atualmente um dos principais problemas ambientais a ser enfrentado pela indústria é o gerenciamento adequado dos seus resíduos. O armazenamento destes resíduos nos pátios das empresas à espera de tratamento é um problema que exige solução. Um tratamento físico-químico aplicado aos resíduos perigosos, principalmente inorgânicos, que vem sendo utilizado em vários países é a solidificação/estabilização (S/E). Esta tecnologia visa a obtenção de um produto com características adequadas, de forma a otimizar o seu transporte, armazenamento, disposição e/ou reutilização. Um dos parâmetros mais importantes para a avaliação deste processo e da qualidade do produto obtido é a lixiviação. Existem vários testes de lixiviação que são usados para prever o grau de eficiência em fixar os constituintes perigosos no produto de resíduo. Eles simulam diferentes cenários de disposição.

Neste trabalho são avaliados, de forma comparativa, testes de lixiviação baseados em quatro normas, incluindo a norma brasileira NBR 10.005 e outras oriundas dos E.U.A (TCLP e MEP) e da União Européia (Essai de Lixiviation – X31-210). Nos experimentos, realizados em escala de laboratório, foi utilizado um resíduo simulado contendo compostos de metais pesados como cobre, cromo, cádmio, zinco e chumbo, solidificado/estabilizado com cimento.

A quantidade de chumbo lixiviada utilizando a norma francesa indicou uma maior possibilidade de liberação deste metal em um cenário de disposição de aterro industrial. Para os outros metais estudados (cobre, cádmio, cromo e zinco) o teste MEP da Agência Ambiental dos E.U.A – EPA que simula cenário no qual o resíduo pode estar exposto a chuva ácida mostrou ser mais agressivo, mais restritivo do que as outras normas, NBR 10.005,[©] TCLP e X31-210, que simulam disposição em aterros sanitários e industrial.

Este estudo mostrou que o comportamento apresentado por estes metais pesados está diretamente relacionado com as diferentes condições de lixiviação inerentes a cada norma, ou aos cenários de disposição específicos.

Palavras-chave: Testes de lixiviação, solidificação/estabilização, cimentação, resíduos perigosos.

ABSTRACT

Nowadays one of the main environmental problems to be faced by the industry is a proper management of its wastes. The on site interim storage of hazardous waste must be solved. A physical-chemical treatment for obtaining a waste form, particularly inorganic, which is extensively used in many countries, are stabilization and solidification technologies (S/S). The main goal of this technology is to obtain products with suitable characteristics to optimize their transportation, storage, disposal of and/or reutilization.

Leaching process is one of the most important parameters to evaluate the S/S technology and the quality of the waste form. There are many leaching tests that are used as a measure of the waste form efficiency to fix the contaminants. They simulate different disposal scenarios. In this work a comparative evaluation of leaching tests is performed based on four standards, including Brazilian (NBR 10.005), American (TCLP and MEP) and European (Essai de Lixiviation – X31-210). Simulated cement-based wastes forms containing heavy metals (copper, chromium, cadmium, zinc and lead), were used in laboratory tests.

The test based on the French standard showed a higher possibility of releasing in the industrial scenario. For the other metals studied (Cu, Cd, Cr and Zn) the MEP test that simulates a scenario in which the waste can be submitted the acid rain showed to be more aggressive and restrict than the other standards, NBR 10.005, TCLP and X31-210, that simulate sanitary and industrial disposal.

This study showed that the behavior presented by heavy metals has a direct relation to the different leaching conditions, which are related to a specific disposal scenario.

Key-words: Leaching tests, stabilization and solidification, cementation, hazardous wastes.

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas duas décadas, o gerenciamento dos resíduos tem-se transformado em um tema, do ponto de vista ambiental, dos mais complexos. Embora tenha sido priorizado na agenda política do Brasil e do mundo, é ainda hoje um dos principais problemas vivenciados principalmente pelas indústrias.

Apesar de atualmente existirem diversas opções tecnológicas diferentes das convencionais, incineração e aterros, para o tratamento e/ou disposição de resíduos industriais, de fato há resíduos sendo estocados, tratados e/ou dispostos de forma inadequada causando riscos à saúde humana e ao meio ambiente.

Dentre as opções tecnológicas destaca-se a solidificação/estabilização (S/E) de resíduos perigosos. Este processo foi desenvolvido para o tratamento de resíduo de modo a otimizar o seu manuseio, o transporte, o armazenamento, a disposição e/ou a sua reutilização, visando principalmente reduzir a mobilidade de seus constituintes perigosos para o meio ambiente.

Essa tecnologia tem sido amplamente utilizada por mais de trinta anos em países como Estados Unidos, Alemanha, França, Reino Unido e Japão (Lange, 1998). Sabe-se que existe um número considerável de sistemas disponíveis e que os E.U.A utilizam a técnica na remediação de solos contaminados. A Agência de Proteção Ambiental dos E.U.A - EPA estima que 28% das ações corretivas exercidas em 1992 fizeram uso dessa tecnologia (Lange, 1996). Neste contexto, é fundamental que o resíduo tratado seja submetido a determinados ensaios físicos e químicos a fim de ser avaliado quando disposto em diferentes cenários.

No Brasil o número de empresas que utilizam a técnica S/E para o tratamento dos resíduos perigosos ainda não é significativo. Até o ano de 1988 não havia registros do seu uso, porém atualmente em alguns estados, a exemplo de São Paulo e Paraná, empresas preparam-se para utilizar a técnica (Stam, 1997 conforme Lange, 1998). No entanto, o uso da técnica S/E parece ser ascendente, devido principalmente à pressão da sociedade e dos órgãos ambientais controladores no sentido de que os resíduos tenham um gerenciamento adequado por parte dos seus geradores.

Um dos principais testes utilizados para a avaliação química do resíduo tratado quanto à sua toxicidade é o teste de lixiviação. Esse teste mede a capacidade de retenção dos contaminantes no resíduo tratado e é, portanto, um importante instrumento para avaliar e controlar a

liberação destes poluentes no meio em que estarão expostos. Sob esse ponto de vista os testes de lixiviação são usados para prever o grau de eficiência em fixar os constituintes perigosos na matriz utilizada, objetivo primário do processo de S/E.

Ocorre que em um local de disposição bem gerenciado um resíduo solidificado é colocado em determinadas profundidades, onde se espera que a matriz mantenha sua integridade física. Entretanto, sob certas condições esse produto que, em geral, se encontra em uma forma monolítica, pode ficar exposto a um meio lixiviante com conseqüente degradação. O meio lixiviante pode ser água subterrânea ou água de chuva infiltrada. Esta água presente no ambiente pode fluir com velocidade próxima de zero ou pode apresentar uma vazão baixa (Zamorani & Serrini, 1992). Como os testes de lixiviação devem simular as condições mais próximas possíveis do cenário de disposição real, eles devem ser realizados em laboratório em condição estática, onde é feita apenas uma extração sem troca do líquido que simula o meio lixiviante, ou em condição dinâmica, com trocas sucessivas (uma ou mais extrações) do líquido lixiviante.

A norma NBR 10.005 (NBR 10.005/1987) da Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT é o único teste de lixiviação regulamentado de que se dispõe, no Brasil, para a avaliação dos resíduos, tratados ou não. No entanto, esta norma, incluindo outras como a de classificação (NBR 10.004/1987) e de solubilização de resíduos (NBR 10.006/1987), foi desenvolvida e regulamentada na década de 80 não tendo havido nenhuma revisão.

A norma de lixiviação brasileira NBR 10.005 é semelhante à norma Extraction Procedure (EP) Test (U.S. EPA/1992_(a)) da Agência de Proteção Ambiental dos E.U.A – EPA regulamentada em 1986. Elas são de aplicação geral para qualquer tipo de resíduo (orgânico e/ou inorgânico), abordando um único cenário de disposição (condição estática e líquido lixiviante que simula aquele encontrado em aterro sanitário) e não levam em consideração as características específicas do resíduo *in natura* e tratado. ©

A EPA e órgãos ambientais de diversos países regulamentaram outras normas de lixiviação com base na norma EP que são amplamente utilizadas para diferentes cenários de disposição, bem como para diferentes tipos de resíduos. Além disso, são propostos por esses órgãos ambientais diversos testes de lixiviação ainda não regulamentados e em fase de otimização para uso específico.

Um banco de dados com resultados de diferentes testes de lixiviação, que simulem diferentes cenários de disposição, é fundamental para auxiliar no estabelecimento das características sistemáticas do processo de lixiviação de materiais específicos, uma vez que existe uma lacuna nessa área de pesquisa.

Um estudo comparativo entre métodos de lixiviação é uma importante contribuição no controle da qualidade do resíduo solidificado/estabilizado e no melhor entendimento dos principais fatores que influenciam o processo de lixiviação.

Um resíduo perigoso específico contendo metais pesados foi simulado e submetido a uma metodologia específica de tratamento, a solidificação/estabilização, utilizando para a incorporação do resíduo perigoso o cimento Portland. O resíduo tratado foi submetido a diferentes testes de lixiviação baseados em quatro normas, incluindo a norma brasileira NBR 10.005 e outras de uso nos E.U.A e na União Européia.

O presente trabalho apresenta, compara e discute os resultados obtidos nestes testes.

1.1 Objetivos

Este trabalho tem como objetivo comparar métodos de lixiviação aplicados aos resíduos inorgânicos perigosos solidificados/estabilizados com cimento.

Os objetivos específicos são:

- selecionar normas de lixiviação que contemplem diferentes cenários de disposição através do estudo e avaliação de testes de lixiviação existentes;
- determinar as principais propriedades do resíduo solidificado/estabilizado;
- verificar a adequação do resíduo solidificado para os cenários testados.

©

1.2 Apresentação do Trabalho

O tema escolhido para o presente estudo foi baseado no fato de que testes de lixiviação, no contexto da solidificação/estabilização (S/E), são ferramentas muito úteis na avaliação da periculosidade de resíduos e de suas formas residuais finais quando dispostos em aterros. Os resultados obtidos nos ensaios de lixiviação fornecem um parâmetro importante para a tomada

de decisão sobre a eficiência do tratamento de resíduos perigosos e do impacto causado pela disposição dos resíduos tratados no meio ambiente.

Os testes de lixiviação executados neste estudo poderão ser utilizados em laboratórios ambientais e geotécnicos visando a melhoria da avaliação química de resíduos perigosos *in natura* e tratados.

Inicialmente, no capítulo 1, é apresentada uma abordagem sucinta do tema evidenciando a importância da medida da lixiviabilidade de constituintes perigosos presentes em resíduos solidificados/estabilizados para seu gerenciamento seguro. São apresentados também os objetivos geral e específicos, bem como sua organização e estruturação.

O capítulo 2 contém a revisão da literatura, a qual contempla conceitos básicos e classificação dos resíduos perigosos, as suas formas de tratamento disponíveis com ênfase na tecnologia de S/E com cimento e apresentação da legislação pertinente. São descritos alguns aspectos de metais pesados importantes como cobre, cádmio, cromo, chumbo e zinco, seus riscos ambientais, suas aplicações e estudos realizados sobre a S/E de resíduos contendo estes metais. Por último, o capítulo trata do tema da lixiviação aplicada principalmente aos resíduos solidificados/estabilizados.

A metodologia é abordada no capítulo 3, no qual há a descrição das etapas experimentais utilizadas para o desenvolvimento deste trabalho e no capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados obtidos.

Em seguida, no capítulo 5 são apresentadas as conclusões do estudo e algumas recomendações, incluindo temas para trabalhos futuros.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Resíduos

2.1.1 Definição e Classificação

A norma NBR 10.004 (NBR 10.004/1987) da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT considera resíduos sólidos como aqueles materiais sólidos e semi-sólidos, oriundos de atividades de origem industrial, doméstica, dentre outras, incluindo-se os lodos provenientes de sistemas de tratamento de águas e gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, assim como líquidos cujas características não permitam o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos d'água, ou exijam para isso soluções economicamente inviáveis em face da melhor tecnologia disponível.

No entanto esta definição, assim como outros itens da norma tem sido foco de discussões por parte principalmente daqueles que influenciam diretamente na qualidade do meio ambiente e da saúde pública, como indústrias, empresas geradoras de resíduos, laboratórios, entidades de controle ambiental, entre outros.

A ABNT criou, em outubro de 2000, a Comissão de Estudo Especial Temporária – CEET de Resíduos Sólidos para atuar no processo de revisão da NBR 10.004 (Baptista, 2001).

O CEET propôs dois novos conceitos para resíduos sólidos, a saber:

“Resíduos: Materiais decorrentes de atividades antrópicas, gerados como sobras de processos ou aqueles que não possam ser utilizados com a finalidade para as quais foram originalmente produzidos.” ©

Resíduos Sólidos: Resíduos nos estados sólido e semi-sólido, os líquidos não passíveis de tratamento como efluentes e os gases contidos.”

Segundo Baptista (2001) esses dois novos conceitos são mais abrangentes e explicam melhor a origem e o estado físico dos resíduos quando comparados aos conceitos descritos na NBR 10.004, pois *retratam melhor aquilo que pode ser considerado como resíduo.*

A NBR 10.004 é a única norma técnica que trata da classificação de resíduos e por ser citada em várias legislações passou a ter caráter obrigatório. Tem como objetivo classificar os

resíduos quanto aos riscos em potencial que podem oferecer ao meio ambiente e à saúde pública, visando o manuseio e destinação final adequados. Desta forma, os resíduos podem ser classificados em função do grau de periculosidade e de suas características em:

- ✓ resíduos classe I – perigosos: resíduos sólidos ou mistura de resíduos que, em função de suas características de inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade e patogenicidade, podem apresentar risco à saúde pública, provocando ou contribuindo para um aumento de mortalidade ou incidência de doenças e/ou apresentar efeitos adversos ao meio ambiente, quando manuseados de forma inadequada;
- ✓ resíduos classe II – não inertes: resíduos sólidos ou mistura de resíduos sólidos os quais não se enquadram na classe I ou na classe III. Apresentam propriedades tais como, combustibilidade, biodegradabilidade ou solubilidade em água;
- ✓ resíduos classe III – inertes: resíduos sólidos ou misturas de resíduos sólidos que, submetidos ao teste de solubilização - NBR 10.006 não apresentam nenhum de seus constituintes solubilizados, em concentrações superiores aos padrões definidos na listagem 8. São, por exemplo, rochas, vidros, borrachas que não são facilmente decompostos.

Para auxiliar a classificação, a norma NBR 10.004 define várias listagens que descrevem os resíduos por tipo de indústria onde são gerados e os principais tipos de constituintes perigosos. Estas listagens são:

- Listagem 1 – Resíduos perigosos de fontes não específicas;
- Listagem 2 – Resíduos perigosos de fontes específicas;
- Listagem 3 – Constituintes perigosos – base para a relação dos resíduos das listagens 1 e 2;
- Listagem 4 – Substâncias que conferem periculosidade aos resíduos;
- Listagem 5 – Substâncias agudamente tóxicas;
- Listagem 6 – Substâncias tóxicas;
- Listagem 7 – Concentração – limite máximo no extrato obtido no teste de lixiviação;
- Listagem 8 – Padrões para o teste de solubilização;
- Listagem 9 – Concentrações máximas de poluentes na massa bruta de resíduos utilizadas pelo Ministério de Meio Ambiente da França para Classificação de resíduos;

- Listagem 10 – Concentração mínima de solventes para caracterizar o resíduo como perigoso.

Os resíduos descritos nestas listagens possuem normalmente a característica de *toxicidade*, principal fator considerado na norma como indicativo de periculosidade.

São requeridos ainda testes de lixiviação, solubilização e análise de massa bruta nos resíduos sólidos que são contemplados por normas complementares, como:

Norma 10.005 (ABNT) – Lixiviação de resíduos – procedimento: fixa condições exigíveis para lixiviação de resíduos segundo sua classificação.

Norma 10.006 (ABNT) – Solubilização de resíduos – procedimento: fixa condições exigíveis para se diferenciar resíduos sólidos da classe II e III.

Norma 10.007 (ABNT) – Amostragem de resíduos – procedimento: fixa condições exigíveis para amostragem, preservação e estocagem de amostras de resíduos.

ASTM D 93 – Flash point by Pensky Martens Closed Tester.

NACE TM-01-69 – Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries – Test Method.

2.1.2 Legislação

Está em análise no Congresso Nacional, dentre diversos outros projetos sobre resíduos sólidos, o Projeto de lei 265/1999 que institui a Política Nacional de Resíduos e cria o Sistema Nacional de Resíduos – SISNARES. Esse é um importante instrumento legal pois disciplina os tratamentos e as disposições finais dos resíduos industriais, domésticos e hospitalares, assim como as emissões gasosas de particulados e outros resíduos oriundos do processo produtivo industrial.

São diversas as leis que tratam do tema resíduos sólidos e as principais são listadas a seguir.

2.1.2.1 Legislação Federal

- ✓ Portaria MINTER 53 de 01/03/79: primeiro instrumento a estabelecer normas e critérios para a disposição de resíduos sólidos. Os itens I, III, IV, X e XII desta portaria disciplinam sobre o tratamento/destinação final dos resíduos tóxicos em território nacional.

- Listagem 10 – Concentração mínima de solventes para caracterizar o resíduo como perigoso.

Os resíduos descritos nestas listagens possuem normalmente a característica de *toxicidade*, principal fator considerado na norma como indicativo de periculosidade.

São requeridos ainda testes de lixiviação, solubilização e análise de massa bruta nos resíduos sólidos que são contemplados por normas complementares, como:

Norma 10.005 (ABNT) – Lixiviação de resíduos – procedimento: fixa condições exigíveis para lixiviação de resíduos segundo sua classificação.

Norma 10.006 (ABNT) – Solubilização de resíduos – procedimento: fixa condições exigíveis para se diferenciar resíduos sólidos da classe II e III.

Norma 10.007 (ABNT) – Amostragem de resíduos – procedimento: fixa condições exigíveis para amostragem, preservação e estocagem de amostras de resíduos.

ASTM D 93 – Flash point by Pensky Martens Closed Tester.

NACE TM-01-69 – Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries – Test Method.

2.1.2 Legislação

Está em análise no Congresso Nacional, dentre diversos outros projetos sobre resíduos sólidos, o Projeto de lei 265/1999 que institui a Política Nacional de Resíduos e cria o Sistema Nacional de Resíduos – SISNARES. Esse é um importante instrumento legal pois disciplina os tratamentos e as disposições finais dos resíduos industriais, domésticos e hospitalares, assim como as emissões gasosas de particulados e outros resíduos oriundos do processo produtivo industrial.

São diversas as leis que tratam do tema resíduos sólidos e as principais são listadas a seguir.

2.1.2.1 Legislação Federal

- ✓ Portaria MINTER 53 de 01/03/79: primeiro instrumento a estabelecer normas e critérios para a disposição de resíduos sólidos. Os itens I, III, IV, X e XII desta portaria disciplinam sobre o tratamento/destinação final dos resíduos tóxicos em território nacional.

- ✓ Resolução CONAMA nº 001, de 23/01/1986: contém diretrizes gerais para uso e implementação de avaliação de impacto ambiental.
- ✓ Resolução CONAMA nº 020, de 18/06/1986: fixa padrões de qualidade da água para os corpos receptores e padrões de emissão para lançamento de efluentes.
- ✓ Decreto Federal nº 96.044, de 18/05/1988: aprova o regulamento para o transporte rodoviário de produtos perigosos.
- ✓ Resolução CONAMA nº 005, de 15/06/1988: dispõe sobre o controle de licenciamento de atividades industriais geradoras de resíduos.
- ✓ Resolução CONAMA nº 006, de 15/06/1988: dispõe sobre o inventário dos resíduos perigosos gerados e/ou existentes no país.
- ✓ Resolução CONAMA nº 008, de 06/12/1990: estabelece os limites máximos de emissão de poluentes no ar.
- ✓ Resolução CONAMA nº 002, de 22/08/1991: dispõe sobre resíduos de cargas deterioradas, contaminadas e fora de especificação ou abandonadas com risco para o meio ambiente.
- ✓ Resolução CONAMA nº 006, de 19/09/1991: desobriga a incineração ou qualquer outro tratamento de queima dos resíduos sólidos provenientes dos estabelecimentos de saúde, portos e aeroportos.
- ✓ Resolução CONAMA nº 008, de 19/09/1991: veda a entrada no País de materiais residuais destinados à disposição final e incineração.
- ✓ Resolução CONAMA nº 005, de 05/08/1993: dispõe sobre o plano de gerenciamento, tratamento e destinação final de resíduos sólidos de serviços de saúde, portos, aeroportos, terminais rodoviários e ferroviários.
- ✓ Resolução CONAMA nº 009, de 31/08/1993: dispõe sobre o gerenciamento de resíduos oleosos.
- ✓ Resolução CONAMA nº 019, de 19/09/1994: dispõe sobre a autorização, em caráter de excepcionalidade, da exportação de resíduos perigosos contendo PCB.

- ✓ Resolução CONAMA nº 024, de 07/12/1994: dispõe sobre a importação ou exportação de rejeito radioativo.
- ✓ Resolução CONAMA nº 037, de 30/12/1994: dispõe sobre o controle de movimento transfronteiriço de resíduos.
- ✓ Resolução CONAMA nº 257, de 30/06/1999: disciplina o descarte e o gerenciamento ambientalmente adequado de pilhas e baterias usadas, no que diz respeito à coleta, reutilização, reciclagem, tratamento ou disposição final.
- ✓ Resolução CONAMA nº 258, de 26/08/1999: estabelece prazos e quantidades para a coleta e destinação final, de forma ambientalmente adequada, para os pneumáticos inservíveis.
- ✓ Resolução CONAMA nº 275, de 25/04/2001: estabelece os códigos de cores para os diferentes tipos de resíduos, a serem adotados na identificação de coletores e transportadores, bem como nas campanhas informativas para a coleta seletiva.
- ✓ Resolução CONAMA nº 283, de 12/07/2001: estabelece o Plano de Gerenciamento de Resíduos de Serviços de Saúde – PGRSS.

2.1.2.2 Legislação Estadual

O Ato Normativo do Conselho Estadual de Política Ambiental - COPAM 07/1981 (MG) é um instrumento legal que fixou as normas para a disposição de resíduos, proibindo depositar, dispor, descarregar, enterrar, infiltrar ou acumular no solo resíduos de qualquer natureza, salvo quando em depósitos adequados. Estabelece também que os resíduos que contêm agentes patogênicos, os inflamáveis, os explosivos, os radioativos, os de alta toxicidade e os portadores de elementos prejudiciais deverão ser tratados e/ou acondicionados. ©

O Ato Normativo COPAM 26/1998 fixou critérios sobre a técnica de co-processamento de resíduos em fornos de clínquer.

O COPAM 52/2001 convocou para o licenciamento ambiental de sistema adequado de disposição final de resíduos sólidos urbanos, municípios com população urbana superior a 50.000 (cinquenta mil) habitantes, em datas específicas.

O Estado de Minas Gerais, através da Secretaria de Estado de Meio Ambiente e Desenvolvimento Sustentável, está realizando o *Inventário Estadual de Resíduos Sólidos Industriais* que está sendo executado pela Fundação Estadual do Meio Ambiente – FEAM

com previsão de término em 2003. Será feito o diagnóstico da situação atual da geração e destinação final de resíduos sólidos industriais em todo o estado através do preenchimento de formulário próprio (FEAM, 2002).

2.1.2.3 Legislação Municipal

A seguir são listadas algumas leis importantes criadas para o município de Belo Horizonte pela Secretaria Municipal do Meio Ambiente – SEMMA, através do órgão municipal Conselho Municipal do Meio Ambiente – COMAM.

- ✓ Lei Municipal 4253/1985: dispôs sobre a Política de Proteção, do Controle e da Conservação do Meio Ambiente e da Melhoria da Qualidade de Vida em Belo Horizonte.
- ✓ Lei 7.277/1997: instituiu a licença ambiental no município de Belo Horizonte.
- ✓ Deliberação Normativa 02/1988 do Conselho Municipal do Meio Ambiente – COMAM: criou um formulário de caracterização de fonte poluidora, no qual deve ser registrado o tipo, a origem, a composição, quantidade diária produzida, bem como o destino final a ser dado a cada tipo de resíduo por parte das empresas geradoras de resíduos sólidos.
- ✓ Deliberação Normativa 14/1992 do COMAM: aprovou a agenda local contendo diretrizes e ação para a gestão ambiental.
- ✓ Decreto 10.296, de 13/07/2000: aprovou as diretrizes básicas e o regulamento técnico para apresentação e aprovação de Plano de Gerenciamento de Resíduos de Serviços de Saúde no município de Belo Horizonte.

2.1.3 Resíduos Sólidos Perigosos

Um resíduo é considerado perigoso quando apresenta qualquer uma das características de inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade e patogenicidade que são definidas na norma NBR 10.004.

Inúmeras atividades humanas podem gerar estes resíduos, sendo a atividade industrial a principal fonte, em quantidade e em diversidade.

Os resíduos sólidos perigosos devem ser apropriadamente gerenciados sendo que alguns procedimentos podem ser considerados adequados para esse fim, como (Alves, 1997):

- um programa de minimização de resíduos com redução na fonte e incremento da reciclagem;
- tratamentos dos resíduos para minimizar o impacto possível sobre o meio ambiente;
- disposição final em aterros de forma a proteger satisfatoriamente as águas subterrâneas e superficiais, os operadores e as populações circunvizinhas.

Em relação ao pré-tratamento/tratamento de resíduos perigosos ou tóxicos existem vários métodos térmicos, físicos, biológicos e químicos, os quais têm como objetivos (Lange, 1996):

- reduzir os custos da disposição final;
- atender limites da legislação;
- implementar ações ambientais;
- contribuir para um programa de minimização de resíduos ou reciclagem.

A tecnologia de solidificação/estabilização (S/E) de resíduos é uma tecnologia de tratamento físico-químico empregada para a obtenção de um produto com características e integridade física adequadas, de forma a otimizar o seu transporte, armazenamento, disposição e/ou reutilização. São usados diversos tipos de agentes solidificantes, dentre eles o cimento, a cal, o betume, a argila e outros materiais.

2.2 A Tecnologia de Solidificação/Estabilização de Resíduos Perigosos

O termo *solidificação/estabilização* (S/E) refere-se à categoria de processos de tratamento de resíduos que têm sido usados de forma crescente para tratar uma variedade de resíduos sólidos e líquidos contendo principalmente contaminantes inorgânicos.

Means et al. (1995) definem o termo *estabilização* como o processo de conversão do resíduo para uma forma quimicamente mais estável, menos tóxica e menos móvel, o que pode acontecer durante a solidificação e, em geral, envolve reações físico-químicas. A *solidificação* refere-se à técnica que transforma o resíduo líquido, pastoso ou sólido em um monolito de alta integridade estrutural. Esta técnica não envolve necessariamente uma interação química entre o resíduo e os agentes solidificantes.

Vários outros termos são usados tais como *imobilização*, *fixação* e *incorporação* para se referir à tecnologia de solidificação/estabilização.

A técnica S/E consiste em um estágio de pré-tratamento no qual as características do resíduo podem ou não ser alteradas e otimizadas. Em geral, estes processos são usados visando principalmente:

- melhorar as características físicas e de manuseio do resíduo tratado através da obtenção de um sólido monolítico sem líquido livre;
- diminuir a área superficial através da qual pode ocorrer o transporte ou perda dos constituintes perigosos;
- limitar a solubilidade/mobilidade ou tornar inócuo qualquer constituinte perigoso presente no resíduo.

Os processos de S/E podem ser classificados, de acordo com o tipo de agente solidificante utilizado, em 7 grupos, a saber (Rocca, 1993):

1. cimento (cimento Portland comum, cimento Portland comum + materiais pozolânicos etc.);
2. cal (cal, cal + materiais pozolânicos etc.);
3. materiais absorventes (argilas, serragem etc.);
4. materiais termoplásticos (asfalto, polímeros termoplásticos etc.);
5. polímeros estabilizados termicamente (incluindo uréia-formaldeído, poliéster insaturado);
6. materiais vítreos;
7. materiais cerâmicos.

Os materiais pozolânicos, artificiais ou naturais, contêm, dentre outros, partículas silicosas que combinadas com a cal, na presença de água, produzem um material com propriedades similares ao concreto. As cinzas, o fino de clínquer ou a escória de alto-forno, que são produtos residuais com pequeno ou nenhum valor comercial, são os materiais pozolânicos mais utilizados. Estes materiais são freqüentemente adicionados ao cimento para reagir com o hidróxido de cálcio livre e assim melhorar a resistência física e química do produto. Qualquer reação que ocorra entre o cimento Portland e a sílica livre, presente no material pozolânico, fornecerá um produto final de maior resistência e durabilidade.

Os termoplásticos geralmente empregados para solidificar resíduos são o asfalto e o polietileno. Estes polímeros orgânicos quando submetidos ao aquecimento e resfriamento amolecem e endurecem, respectivamente. Normalmente o resíduo é seco, aquecido e disperso na matriz aquecida. Em seguida deixa-se a mistura esfriar e solidificar, o que em geral ocorre dentro de um recipiente, por exemplo um tambor metálico. Neste processo com base em polímeros alguns equipamentos especiais são necessários para aquecer e misturar os resíduos e o termoplástico. Os equipamentos disponíveis no mercado, como extrusora e misturadores, são adequados para este propósito. As temperaturas de mistura variam de 130 a 230°C dependendo das características do termoplástico e do tipo de equipamento utilizado.

No sistema que utiliza uréia-formaldeído a polimerização é realizada em batelada, sendo que os resíduos, secos ou úmidos, são misturados com aquele material em um recipiente projetado para este fim. Adiciona-se um catalisador, misturando-se continuamente até que este esteja totalmente disperso. A mistura termina antes que o polímero se forme e, se necessário, é transferida para um contêiner. O material polimerizado não se combina com o resíduo, forma-se uma massa esponjosa que captura as partículas sólidas e o produto deve ser seco antes da disposição final.

Os materiais químicos orgânicos, que atuam como solventes, assim como os sais fortemente oxidantes (nitratos, cloretos, percloratos) não podem ser usados diretamente nos processos poliméricos, pois causam degradação dos produtos. A mistura termoplástico-oxidante é inflamável e portanto é necessário ter um controle das temperaturas de operação.

A vitrificação é a fusão de resíduos com sílica ou outros materiais para formar vidro, material de silicato ou cerâmica. Este processo aplica-se a resíduos extremamente perigosos e de alto nível de radiação. O produto obtido, em geral, é considerado seguro quanto à disposição final e não requer normalmente uma contenção secundária.

Deve-se observar que a seleção adequada do processo de tratamento requer um conhecimento detalhado dos constituintes e das características do resíduo a ser tratado, da quantidade a ser manuseada, do local e das características ambientais da área onde o resíduo será disposto.

Para ser eficaz, o processo de tratamento deve gerar um produto final com boa estabilidade química e física, resistência às intempéries e ao ataque de agentes biológicos.

O processo de solidificação/estabilização baseado em cimento é particularmente eficiente para o tratamento de resíduos perigosos. Esta tecnologia tem demonstrado boa compatibilidade

para resíduos inorgânicos contendo principalmente metais pesados, com base na formação de silicatos ou aluminosilicatos, nos quais os constituintes dos resíduos são incorporados.

2.3 Estabilização/Solidificação com Cimento

A técnica de solidificação/estabilização com cimento, ou simplesmente cimentação, tem como fundamento principal a reação de hidratação do cimento. O processo de hidratação tem início quando a água é adicionada à mistura resíduo/cimento, diretamente ou como parte do resíduo. Uma vez em contato com a água, o aluminato tricálcico (C_3A) presente no cimento hidrata-se provocando um rápido endurecimento da mistura (Lange, 1998).

A cimentação é particularmente eficiente para resíduos com altos teores de metais tóxicos, como por exemplo metais pesados, pois o pH do cimento favorece a transformação de cátions em hidróxidos e carbonatos insolúveis e muitos íons metálicos podem ser incorporados à estrutura cristalina. Esta técnica é bem conhecida e menos dispendiosa quando comparada a outras técnicas de S/E que utilizam diferentes matrizes, porém ela apresenta o inconveniente do aumento da massa e do volume do resíduo a ser estocado.

O cimento mais usado no processo de S/E é o cimento Portland, devido à alta resistência mecânica que confere ao produto.

2.3.1 Cimento Portland

O cimento Portland é um material constituído principalmente de compostos de silicatos e aluminatos de cálcio e depende dos produtos minerais calcário, argila e gesso para a sua fabricação (NBR 5732/1991).

O calcário é um carbonato de cálcio ($CaCO_3$) que se apresenta na natureza com impurezas como o óxido de magnésio e que, sob ação do calor, se decompõe produzindo cerca de 560 kg de cal (CaO) por tonelada, sendo a principal matéria-prima do cimento (Silva, 1997).

A argila usada na fabricação do cimento é essencialmente constituída de um silicato de alumínio hidratado, geralmente contendo ferro e outros minerais, em menores porcentagens e fornece os óxidos SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 , necessários nesse processo.

O gesso, sulfato de cálcio hidratado, $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ (gipsita), é um produto de adição final utilizado para regular o tempo de pega.

A fabricação do cimento Portland começa com as operações de preparo e dosagem da mistura.

A seguir é realizada a pulverização e a homogeneização do calcário e argila e a calcinação por clinquerização a 1450 -1500⁰C. O clínquer produzido é moído e misturado a uma determinada quantidade de gesso (aproximadamente 3%) formando o cimento Portland. Faz-se então a moagem e o ensacamento.

A composição do clínquer pode ser expressa pelos seguintes óxidos (Silva, 1997):



Essa nomenclatura é correntemente adotada na química do cimento. As proporções em que esses óxidos estão presentes determinam as características do cimento. Outros componentes como MgO, Na₂O e K₂O estão também presentes na matéria-prima.

O clínquer possui diferentes fases e seus principais componentes, assim como as composições correspondentes são mostrados na TAB. 1. Os três primeiros são substâncias cristalinas, enquanto o último é um material intersticial amorfo. Estes compostos têm a propriedade de reagir em presença de água, por hidrólise, originando compostos hidratados.

TABELA 1
Composição do cimento Portland

Fase	% Composição	Fórmula	Nomenclatura
Alita (Silicato tricálcico)	50 – 70	Ca ₃ SiO ₅	C ₃ S
Belita (Silicato dicálcico)	15 – 30	Ca ₂ SiO ₄	C ₂ S
Aluminato Tricálcico	5 – 10	Ca ₃ Al ₂ O ₆	C ₃ A
Ferro Aluminato Tetracálcico	5 – 15	Ca ₄ Al ₂ Fe ₂ O ₁₀	C ₄ AF

FONTE: Lange, 1998: 56.

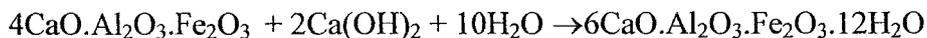
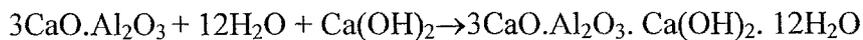
Durante a pega, endurecimento, hidratação e envelhecimento de misturas contendo cimento e água ocorrem reações exotérmicas que são complexas e ainda pouco compreendidas.

O silicato tricálcio (C₃S) e o silicato dicálcico (C₂S) reagem com água produzindo dois novos compostos, o hidróxido de cálcio e o silicato de cálcio hidratado segundo as reações de hidratação (IAEA, 1993):

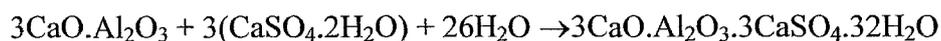




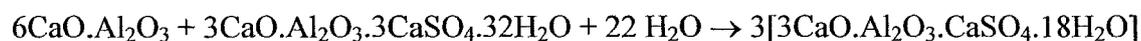
O aluminato tricálcico (C_3A) e o ferro aluminato tetracálcico (C_4AF) combinam com água formando compostos de silicato de cálcio.



Os aluminatos reagem rapidamente e requerem a adição de um regulador de pega como o gesso, que junto com a água conduz a formação de sulfoaluminatos de cálcio.



Se houver C_3A em excesso este pode reagir com o sulfoaluminato de cálcio (etringita ou fase AFt) formado produzindo um monossulfato (fase AFm).



Desta forma, a hidratação de clínquer seco conduz à formação, principalmente, de 20-25% de CH (hidróxido de cálcio), 60-70% de CSH (silicatos de cálcio) e 5-15% de outras fases sólidas. O principal produto de hidratação, CSH, tem uma composição variável e sua morfologia depende da razão Ca/Si, das condições de pega e da relação água/cimento (a/c) (Silva, 1997).

A pasta de cimento endurecida, resultado direto da hidratação do cimento Portland, reflete todas as reações possíveis de ocorrer e é um material complexo e heterogêneo, compreendendo vários tipos de sólidos e água. O desenvolvimento da sua microestrutura durante a hidratação é um processo complicado que envolve as várias reações simultâneas e diferentes entre si. O estudo detalhado da microestrutura é considerado recente e altamente complexo.

Para promover modificações na estrutura do cimento podem ser usados aditivos, os quais basicamente, podem agir como impermeabilizantes, agentes aceleradores ou retardadores etc. Esses aditivos são colocados em pequenas porções e podem, em alguns casos, ter efeito prejudicial nas propriedades do concreto.

A retardação da hidratação do cimento é o resultado provável da formação de membranas protetoras sobre as partículas de cimento e sobre os produtos de hidratação iniciais, causando uma redução da permeabilidade da membrana e, conseqüentemente, limitando a solubilidade.

Assim, o cimento Portland, devido às suas características, é muito utilizado na mistura com resíduo perigoso. O produto de resíduo cimentado obtido pode apresentar nenhuma liberação ou liberação reduzida dos seus contaminantes para o meio ambiente.

2.3.2 Produto de Resíduo Cimentado

O resíduo solidificado/estabilizado com cimento ou produto de resíduo cimentado é um sólido (monolítico ou granular) obtido pela mistura do cimento com o resíduo e, se necessário, água e/ou aditivos. Desta forma os resíduos perigosos são estabilizados e transformados em materiais menos poluentes, minimizando ou mesmo eliminando os riscos de contaminação para o meio ambiente.

As características do produto cimentado devem ser avaliadas de forma a otimizar as etapas do gerenciamento, minimizando assim a liberação de poluentes para o meio ambiente.

As propriedades do produto cimentado podem ser agrupadas, a título de simplificação, em físicas, químicas, físico-químicas e mecânicas, uma vez que todas as propriedades estão interrelacionadas (Tello, 1989_(a)).

A dosagem resíduo/cimento/aditivos é um dos principais parâmetros a ser investigado para a obtenção de um produto que atenda aos requisitos de qualidade.

As relações água/cimento (a/c) e resíduo/cimento (r/c) determinam a maioria das propriedades do produto solidificado, tais como a porosidade, a permeabilidade e os gradientes de temperatura interna devido à hidratação. Uma relação baixa água/sólidos dificulta a mistura e o escoamento. O excesso de água pode favorecer a mistura, porém pode levar à segregação dos componentes ou à formação de água livre (água que não reagiu durante o processo de solidificação), além de diminuir a resistência à compressão, promover altas taxas de retração ou mesmo influenciar a durabilidade (Giraldelli, 1980).

A homogeneidade indica o grau de dispersão dos componentes do resíduo no produto que pode ser constituído de duas ou mais fases. A dispersão pode afetar características físico-químicas ou mecânicas.

A densidade do produto está relacionada com a sua rigidez ou seja, quanto mais denso for o produto, menos porosidade ele apresentará, sendo, portanto, mais resistente.

A permeabilidade é a característica do produto que expressa a capacidade de penetração de líquidos e gases no produto. Existe, geralmente, uma correlação entre a permeabilidade e a porosidade.

A estabilidade térmica do produto é a capacidade deste de resistir ao calor gerado por fontes interna e externa. O calor pode afetar adversamente a estabilidade estrutural do produto, pois processos como corrosão e lixiviação podem ser acelerados pelo aumento da temperatura.

A resistência à compressão, medida que expressa a estabilidade mecânica, é uma das características mais importantes e está relacionada com o grau de compactação e com a rigidez do produto. Os produtos menos porosos, mais homogêneos e que apresentam fissuras e trincas mínimas tendem a fornecer maiores valores de resistência à compressão. Os valores especificados para uma resistência à compressão aceitável dependem da opção de destinação final.

Após a avaliação da qualidade do produto de resíduo cimentado através das suas principais propriedades aqui descritas este produto precisa ser devidamente disposto.

2.3.3 Disposição Final dos Resíduos Solidificados/Estabilizados

Entende-se por sistema de disposição final de resíduos sólidos o *conjunto de unidades, processos e procedimentos que visam ao lançamento de resíduos no solo, garantindo a proteção da saúde e a qualidade do meio ambiente* (CONAMA, 1993). ©

Os resíduos perigosos solidificados/estabilizados quando lançados no solo podem estar sujeitos, ao longo do tempo, entre outros agentes, às águas pluviais ou subterrâneas, águas sulfatadas e ácidos orgânicos. Eles podem sofrer biodegradação e alguns de seus compostos podem se ressolubilizar. Para minimizar esses impactos os resíduos podem ser dispostos em sistemas de disposição final como aterros industriais ou sanitários, projetados para receber resíduos industriais e urbanos, respectivamente. Esses aterros devem ser rigorosamente controlados por monitoramento das águas, o qual deve ser mantido durante a vida útil dos mesmos (NBR 10.157/1987). Existe ainda a opção da codisposição dos resíduos em aterros sanitários desde que na implantação sejam atendidos os requisitos necessários para a proteção ambiental.

As normas técnicas pertinentes à destinação em aterros que devem ser atendidas são:

- ❖ NB 842/1983 – Apresentação de projetos de aterros de resíduos industriais perigosos: fixa as condições mínimas exigíveis para a apresentação de projetos de Aterros de Resíduos Industriais Perigosos.
- ❖ NBR 9690/1986 – Mantas de polímeros para a impermeabilização (PVC): fixa as condições exigíveis às mantas destinadas à impermeabilizações.
- ❖ NBR 10.157/1987 – Aterros de resíduos perigosos - Critérios para projeto, construção e operação: fixa as condições mínimas exigíveis para o projeto e operação de aterros de resíduos perigosos.
- ❖ NBR 8419/1992 – Apresentação de projetos de aterros sanitários de resíduos sólidos urbanos: fixa as condições mínimas exigíveis para apresentação de projetos de aterros sanitários de resíduos sólidos urbanos.

Desta forma, a disposição de resíduos perigosos contendo metais tóxicos, principalmente metais pesados (Zn, Pb, Ni, Cr, Hg, Cr e outros) sem um prévio tratamento, é uma solução que resulta em um alto risco ambiental.

2.4 Os Metais Pesados

Os despejos de resíduos industriais são as principais fontes de contaminação das águas dos rios com metais pesados. Indústrias metalúrgicas, de tratamento de superfícies e acabamento de metais, de tintas, de cloro e de plástico PVC (vinil), entre outras, utilizam diversos metais em suas linhas de produção lançando parte deles nos cursos de água. Outra fonte importante de contaminação do ambiente por metais pesados são os incineradores de resíduo sólido urbano e industrial, que provocam a sua volatilização e formam cinzas ricas em metais, principalmente mercúrio, chumbo e cádmio.

Os metais pesados não podem ser destruídos e são altamente reativos do ponto de vista químico, o que explica a dificuldade de encontrá-los em estado puro na natureza. Normalmente apresentam-se em concentrações muito pequenas, associados a outros elementos químicos, formando minerais em rochas. Quando lançados na água podem ser absorvidos pelos tecidos animais e vegetais.

O mercúrio, o chumbo, o cádmio, o cromo assim como outros metais pesados apresentam peso atômico elevado (em geral maior que 100 u.m.a). Eles são liberados para a biosfera no ar, na água e no solo. Muitos metais pesados são tóxicos e tendem a persistir nos organismos vivos após serem consumidos. Tipicamente, estes metais entram na cadeia alimentar e acumulam-se em órgãos específicos, em particular no cérebro, pulmão e rins, envenenando gradualmente seus hospedeiros. Pequenas quantidades (1 a 2×10^{-6} g) destes metais podem ser letais. Distúrbios significativos de energia e movimentos de materiais em um ecossistema podem ocorrer causando a eliminação de espécies devido a acumulação de metais pesados, por exemplo, em estuários no Japão a acumulação de mercúrio resultou no desaparecimento de muitos crustáceos. A poluição por metais pesados talvez seja a maior ameaça à estabilidade da biosfera a curto prazo, segundo análise de alguns cientistas (Jones et al, 1990).

O chumbo, o mercúrio, o cádmio, o cromo e o arsênio são metais que não existem naturalmente em nenhum organismo. Eles não desempenham funções nutricionais ou bioquímicas em microorganismos, plantas ou animais. Desta forma, a presença destes metais em organismos vivos é prejudicial em qualquer concentração. A produção destes metais tem aumentado e seus efeitos tóxicos têm gerado problemas de saúde permanentes, tanto para seres humanos como para o ecossistema.

A ação tóxica exercida sobre os microorganismos pelos metais pesados ocorre mesmo em concentrações baixas. Esta ação pode originar-se de uma das seguintes formas:

- por envenenamento das enzimas que exercem um papel importante na ação bacteriana;
- alguns complexos biológicos, como os fosfatos, purinas, ácidos maleicos e outros, possuem forte afinidade com os metais pesados. Esses compostos, porém, possuem características antimetabólicas;
- pela modificação da estrutura celular dos microorganismos;
- sob a ação dos microorganismos, alguns metais pesados podem sofrer transformações originando outras formas químicas, freqüentemente mais tóxicas que as formas originais.

O efeito tóxico de um metal ou de seus sais, em particular, está também relacionado com a combinação com outros metais e suas concentrações. O efeito pode ser prejudicial ou benéfico, dependendo do tipo de elemento. Os efeitos sinérgicos, em muitos casos, podem ser superiores à simples soma dos efeitos individuais. Pouco se sabe sobre estes efeitos devido

principalmente às dificuldades de simularem-se em laboratório todas as condições de campo e as várias possibilidades de combinações entre os metais nas diversas concentrações.

A seguir são descritos os aspectos nocivos à saúde, a ocorrência e aplicação com ênfase no processo de S/E para os metais cádmio, chumbo, cromo, cobre e zinco de interesse deste trabalho.

2.4.1 Chumbo

O chumbo pertence ao grupo IVA da tabela periódica e apresenta dois estados de valência, 2+, que é o mais importante, e o 4+. Os compostos de Pb^{2+} são iônicos enquanto os compostos de Pb^{4+} são covalentes. Este elemento exibe um caráter anfótero, ou seja, é solúvel em condições ácidas ou básicas formando compostos aniônicos e/ou catiônicos.

O chumbo está geralmente presente em águas subterrâneas em partes por bilhão (ppb) e tem um efeito bioacumulativo, tanto nos tecidos animais como nos vegetais podendo causar danos ao sistema muscular, cérebro, sistema circulatório e ao trato intestinal. A Portaria 1.469 de 29/12/2000 do Ministério da Saúde do Brasil estabelece o limite máximo de chumbo de 0,01 mg/L para a potabilidade da água.

Assim como todos os íons bivalentes dos metais do grupo IVA, os íons de chumbo não sofrem redução. Em geral, a química de compostos inorgânicos de chumbo é similar àquela dos elementos alcalinos terrosos. Muitos compostos inorgânicos possuem duas ou mais formas cristalinas cujas propriedades são diferentes. As formas de Pb^{2+} aparecem em compostos de nitrato, clorato e acetato, cloreto levemente solúvel e sulfato de baixa solubilidade, carbonato, cromato, fosfato, molibdato e sulfetos. O chumbo também forma sais básicos anidro e hidratado como $4PbO.PbSO_4$, mistura de sais complexos como $2PbCO_3.Pb(OH)_2.PbO$ e combina-se facilmente com SiO_2 para formar um vidro fundido.

Os compostos de chumbo são aplicados na indústria eletrônica, galvânica e de aço, baterias, lubrificantes, cerâmica, borracha, tintas, polímeros, explosivos etc. Estes compostos apresentam-se sob as formas de haletos, óxidos, sulfetos, teluretos, silicatos, ftalatos, antimoniatos, boratos e zirconatos, além daquelas já mencionadas.

Em relação ao processo de solidificação/estabilização muitos estudos têm sido realizados a fim de se avaliar a relação da lixiviação do chumbo com o pH do lixiviado e o comportamento químico dos compostos de chumbo que podem ser formados no sistema resíduo-matriz.

Jirka et al, conforme Conner (1990), avaliaram a lixiviação do chumbo através do teste de lixiviação Extration Procedure (EP) Test que estabelece o pH em 5 (ajuste feito com ácido acético). Neste estudo foi observado que quando o pH é menor que 4,8 a lixiviação do chumbo aumenta.

Brunner e Baccini, *apud* Conner (1990), realizaram estudo utilizando cinza de incinerador *in natura* e solidificada com cimento. Quando o pH, inicialmente 8, começava a diminuir, iniciava a liberação do chumbo, e a taxa de lixiviação aumentava rapidamente com a diminuição do pH. A lixiviação de chumbo também é aumentada muito rapidamente quando o pH apresenta valores elevados, demonstrando a natureza anfótera das espécies de chumbo formadas no sistema resíduo-matriz.

Wiles e Barth (1992) observaram que o chumbo não se solubilizou quando o lixiviado apresentou valores de pH na faixa entre 7 e 12 e em pH abaixo de 7 o chumbo solubilizou-se como Pb^{2+} . Neste estudo conclui-se que um controle do pH é geralmente muito importante quando o objetivo é a retenção deste metal pesado na matriz de solidificação/estabilização.

2.4.2 Cádmi

O cádmio é um elemento do grupo IIB e exibe apenas uma valência para propósitos práticos (+2). É encontrado basicamente como sulfeto em rochas de zinco, chumbo e cobre, podendo ser recuperado como um subproduto oriundo do refinamento destas rochas. Assim como o zinco, o cádmio tem uma natureza pouco anfótera e o hidróxido de cádmio tem baixa solubilidade em meio alcalino. Entretanto, forma complexos estáveis de amônia, cianeto e haletos (Conner, 1990).

O cádmio e seus compostos têm um elevado potencial tóxico mesmo em concentrações muito baixas e possui alta capacidade de acumulação em plantas, no plancto marinho e nos organismos invertebrados. No ser humano acumula-se nos rins e figados. É um irritante gastrointestinal, podendo provocar, quando em forma solúvel, intoxicações agudas e crônicas e, na natureza, está sempre associado ao zinco. Admite-se, pela legislação brasileira, o limite máximo permitido de 0,005 mg/L para a potabilidade (Port. 1.469 de 29/12/2000 Min. da Saúde do Brasil). O cádmio é usado como componentes de ligas, em soldas, baterias, tubos de televisão, pigmentos, na indústria de tratamento de superfícies etc.

Em estudo realizado por Sittig *apud* Conner (1990) sobre solidificação/estabilização é relatada uma liberação de cádmio de aproximadamente 1 mg/L em solução com pH 8 e

apenas 0,1 mg/L em solução com pH 10. Baseado nestas observações Conner (1990) sugere um tratamento para o resíduo perigoso contendo este metal utilizando cal para promover a precipitação. Entretanto, se estiverem presentes agentes complexantes, tais como cianetos, o íon cádmio não precipitará e, em geral, o complexo formado é destruído com cloração alcalina. Outra forma para favorecer a quebra do complexo e precipitação de óxido de cádmio (CdO) é através da oxidação do cianeto com peróxido de hidrogênio.

Se o ânion carbonato está presente em um resíduo contendo cádmio, carbonatos serão formados preferencialmente na faixa de pH entre 7 e 8. Quando valores de pH estão entre 8 e 11, em torno de 99% de cádmio estará sob a forma de carbonato sólido. Acima de pH 9, a proporção relativa de hidróxido de cádmio começa a aumentar e em pH 11 o sistema é basicamente hidróxido.

Há informação de pequena liberação de cádmio em lixiviados ($< 0,066\text{mg/L}$) quando a alcalinidade é mantida durante a realização de testes de lixiviação. Entretanto, quando o pH no lixiviado é menor que 7 aumenta a liberação de cádmio. Em ambientes naturais ácidos, ainda que se utilize um sistema altamente alcalino (por exemplo, o cimento) para o tratamento do resíduo perigoso esta alcalinidade, com o tempo, poderá ser removida causando um problema ambiental potencial. Bishop, citado por Conner (1990), demonstrou, através do uso de testes de lixiviação seqüenciais ou dinâmicos que, ocorrendo a neutralização da alcalinidade do cimento Portland, após quinze extrações, em torno de 75% de cádmio é lixiviado contra 15% de chumbo e 25% de cromo. Ficou evidente neste estudo que o início da lixiviação do cádmio coincidiu exatamente com o rápido decréscimo do pH final no lixiviante de 11 para 5. Os mecanismos básicos de fixação foram muito diferentes para as espécies metálicas, uma vez que o chumbo e o cromo se ligaram à matriz de sílica porém o mesmo não ocorreu com o cádmio. ⑥

Côté e Hamilton, segundo Conner (1990), observaram que quando o lixiviante utilizado é água a liberação de cádmio para o lixiviado é muito baixa. Apenas 0,008% de cádmio foi lixiviado após 11 meses de um produto contendo cimento, cinza volante e resíduo. Neste caso, a lixiviação do cádmio foi menor que a lixiviação de cromo ou chumbo presentes no produto.

2.4.3 Cromo

O elemento cromo pertence ao grupo VIB da tabela periódica e exibe três estados de valência, 2+, 3+ e 6+, sendo as duas últimas as mais comuns. Cr^{6+} é ácido e forma cromatos $(\text{CrO}_4)^{2-}$ e dicromatos $(\text{Cr}_2\text{O}_7)^{2-}$, e os outros estados de valência são básicos.

O cromo raramente ocorre nas águas naturais e sua presença deve-se principalmente às indústrias de galvanoplastia, fabricação de couro e processamento de tintas e corantes. As formas trivalentes e hexavalentes apresentam significado ambiental, visto serem as formas mais frequentes de ocorrência. Os compostos de cromo trivalente apresentam menor risco ambiental do que a forma hexavalente devido principalmente à sua baixa solubilidade. O cromo e seus sais não têm efeito cumulativo no organismo humano, mas podem causar efeitos agudos sobre a pele e membranas mucosas, bem como câncer em pulmão. A Portaria 1.469 de 29/12/2000 do Ministério da Saúde do Brasil estabelece como padrão de potabilidade o limite de 0,05 mg/L para o cromo total.

Bishop, *apud* Conner (1990), relata que mesmo após toda alcalinidade do espécime ter sido lixiviada, cromo III e chumbo ainda ficaram retidos na matriz de silicato. Isto parece indicar que o cromo inicialmente presente como hidróxido transformou-se em silicato. Além disso, observou que as taxas de dissolução de cromo (e chumbo) aproximam-se da taxa de dissolução do elemento silício.

Baseado nesses estudos conclui-se que o cromo, em sua forma trivalente, é fortemente ligado ao resíduo solidificado/estabilizado, sendo facilmente imobilizado, pelo menos quando se utiliza o cimento Portland como matriz de incorporação.

2.4.4 Cobre

O cobre pertence ao grupo IB da tabela periódica e apresenta-se como 2+. Ocorre nas águas naturais em concentrações muito baixas e é relativamente abundante em minerais e solos. É benéfico ao organismo humano até determinadas concentrações e sua ausência pode causar problemas de anemia. Sua utilização como algicida e os despejos industriais contribuem para aumentar sua concentração na água podendo prejudicar os organismos aquáticos. O limite máximo permitido é de 2 mg/L para a potabilidade (Port. 1.469 de 29/12/2000 Min. da Saúde do Brasil).

Existe pouca informação sobre a lixiviação de cobre de resíduos solidificados/estabilizados, porém a informação mais importante que se tem é que não há dificuldade em fixá-lo na

matriz. Quando testes de lixiviação como Extration Procedure -EP (U.S. EPA, 1992_(a)) e Toxicity Characteristic Leaching Procedure - TCLP (U.S. EPA, 1992_(b)) e outros similares foram usados para avaliar a mobilidade do cobre, baixas concentrações foram determinadas nos lixiviados. Problemas podem ocorrer se o cobre estiver presente em altas concentrações nos resíduos solidificados ou se houver a formação de complexos deste elemento (cobre forma complexos com muitos ligantes). Esta situação acontece raramente, mas ocasionalmente aparece em ações de remediação do solo (Conner, 1990).

2.4.5 Zinco

O zinco pertence ao grupo IIB da tabela periódica e apresenta-se como 2+. Ocorre nas águas naturais e no solo em pequenas concentrações e o seu aumento deve-se aos despejos industriais. Embora seja um elemento essencial para o organismo humano e animal, sendo usado inclusive como suplemento alimentar, em determinadas condições pode apresentar sozinho ou em seus compostos, características tóxicas. Existem relatos de contaminação por zinco resultantes do consumo de alimentos ácidos e bebidas acondicionadas em recipientes metálicos galvanizados.

Os organismos aquáticos são mais sensíveis à presença de zinco, mas existem poucos dados sobre a intoxicação aquática. A exemplo de quase todos os metais pesados, pode provocar a morte de peixes por ação oligodinâmica, tendo relação com as concentrações de oxigênio e dureza da água. O crescimento das plantas é auxiliado pela presença de zinco, porém em altas concentrações pode causar efeitos tóxicos. A Portaria 1.469 de 29/12/2000 do Ministério da Saúde do Brasil estabelece o limite máximo de potabilidade de 5,0 mg/L para o zinco.

Na indústria de tratamento de superfície é comum o zinco formar complexos com cianetos, mas informações sobre lamas tratadas pelo processo de S/E e outros resíduos não indicaram problemas para a fixação de zinco nas formas residuais deste metal. Bhatti, citado por Conner (1990), mostrou uma excelente fixação de zinco no componente silicato tricálcico presente no cimento Portland.

Mostrou-se que é o cenário de lixiviação utilizado é crítico na avaliação da lixiviabilidade de resíduos solidificados/estabilizados sendo a medida de pH um fator muito importante.

2.5 Lixiviação de Resíduos

No contexto deste estudo a *lixiviabilidade* é entendida como a capacidade de transferência dos contaminantes de um resíduo, tratado ou não, para uma solução lixiviante (líquido que simula aquele que entra em contato com o resíduo no local de disposição) possibilitando a determinação do grau de liberação dos contaminantes.

Do ponto de vista ambiental, a lixiviação é um fenômeno que descreve a quantidade liberada de contaminantes presentes em um resíduo bruto ou tratado para a água. Esta quantidade é, em geral, medida e expressa em termos da concentração de um ou mais constituintes perigosos no lixiviado (líquido resultante do processo de lixiviação). O efeito que este constituinte pode causar aos organismos vivos, em especial aos seres humanos, é determinado por esta concentração, embora a mesma não se preste a previsão do efeito cumulativo provocado por uma exposição a longo prazo. A concentração é a fonte básica dos padrões de qualidade de água, especialmente os padrões de água potável e estes são, geralmente, a base dos padrões de lixiviação. Desta forma, a concentração do contaminante é freqüentemente utilizada como padrão para os métodos de lixiviação/extração de resíduos.

Quando o objetivo é avaliar a lixiviabilidade de um material, é realizada uma comparação entre a concentração de um constituinte perigoso presente no lixiviado e no resíduo bruto (ou no produto).

Vale ressaltar que o resultado, expresso em *mg de contaminante por litro de lixiviado*, é muito útil na interpretação dos resultados obtidos nos testes de lixiviação, uma vez que as concentrações presentes nos lixiviados são comparadas aos padrões de qualidade de água (Lewin et al, 1994).

Para que o resíduo seja considerado não perigoso seus constituintes perigosos não podem ser lixiviados do produto solidificado em concentrações acima dos limites estabelecidos em norma (NBR 10.004/1987) ou superiores a cem (100) vezes o padrão para a água potável (Conner, 1990).

2.5.1 Parâmetros que Influenciam a Lixiviação

Há dois conjuntos de parâmetros que afetam a lixiviabilidade de um resíduo (Means et al, 1995; Lewin et al, 1994 e Rocca et al, 1993):

1. Aqueles que são função do método de lixiviação e

2. Aqueles oriundos do próprio material.

Os parâmetros que estão relacionados ao método influenciam na reprodutibilidade dos resultados e a comparação entre eles. A seguir são descritos os principais parâmetros que influenciam o processo de lixiviação.

2.5.1.1 Área superficial do resíduo

O resíduo solidificado/estabilizado deveria ser lixiviado nas mesmas condições físicas esperadas para o pior cenário de gerenciamento, a disposição sem controle. Porém, na prática, há dificuldades em simular todas as condições reais. Muitos testes de lixiviação deliberadamente propõem o aumento da área superficial do produto obtido pela sua quebra ou trituração a fim de obter as piores condições possíveis.

Os processos de solidificação/estabilização podem produzir material em forma monolítica, tipo solo, e mesmo em forma granular. Um produto solidificado ideal deve reter os constituintes perigosos e indesejáveis mesmo se a sua estrutura física for destruída.

2.5.1.2 Equipamento e técnica de agitação

O procedimento de agitação utilizado em muitos testes de lixiviação é o principal fator que promove a transferência de massa entre o espécime e o lixivante permitindo que o equilíbrio químico entre eles seja alcançado mais rapidamente. Em geral, a agitação usada é do tipo rotacional (*end-over-end*), ou com uso de agitadores magnéticos (*jar test*), ou ainda por borbulhamento de gás.

A agitação deve ser forte o suficiente para evitar a estratificação da amostra e lenta o bastante para assegurar que toda a superfície dela esteja continuamente em contato com o lixivante. ©

A maior objeção ao uso da agitação nos métodos de lixiviação é a mudança que ela pode provocar na distribuição do tamanho da partícula do material ensaiado resultando em um aumento efetivo da área superficial exposta ao lixivante.

2.5.1.3 Natureza do lixivante

Em princípio, o lixivante deve assemelhar-se àquele que está em contato com os resíduos no local de disposição. Entretanto, esta condição é muito difícil de ser reproduzida na prática em um teste de lixiviação. O pH da solução lixivante, o potencial de oxi-redução (E_h) e freqüentemente, a composição podem variar com o tempo.

O ácido acético diluído, tamponado em alguns testes, é muito utilizado como lixiviante para simular os ácidos orgânicos produzidos pela decomposição de matéria orgânica presente em aterros ou depósitos de lixo. A quantidade total de ácido adicionada varia com o método e/ou com a alcalinidade do resíduo.

A água deionizada é usada em alguns métodos de lixiviação para simular o líquido de entrada predominante em aterros projetados para receber um tipo de resíduo, como por exemplo, os aterros industriais.

O lixiviante utilizado nos testes de lixiviação deve ser de uso comum em laboratórios, de fácil preparação e boa reprodutibilidade. A sua escolha é, portanto, muito importante, embora o mesmo na maioria das vezes não reproduza exatamente as condições ambientais reais de disposição.

2.5.1.4 Razão lixiviante/resíduo (L/R)

Os resíduos, principalmente depois de solidificados/estabilizados, podem conter grandes quantidades de componentes solúveis, não tóxicos, que geram efeito de íon comum e força iônica que podem reduzir a solubilidade de certos constituintes.

A determinação da razão entre a quantidade de solução lixiviante e a quantidade de resíduo é muito importante, pois após a disposição final o resíduo pode estar em contato com grande quantidade de líquidos como água de chuva, água subterrânea etc.

A razão L/R é difícil de ser determinada devido aos vários cenários de disposição existentes e pode variar significativamente com o tempo. Quase sempre a razão em condições reais é baixa e, para permitir simular as piores condições de exposição dos resíduos, são adotadas razões elevadas entre o lixiviante e o resíduo. Além disso, um volume suficientemente grande de solução de lixiviação é necessário para que as análises dos contaminantes presentes nos lixiviados possam ser realizadas com precisão e segurança, bem como para evitar a saturação do lixiviante.

⑥

2.5.1.5 Número de extrações utilizadas

Em alguns testes os constituintes perigosos do resíduo são lixiviados através de sucessivas extrações e trocas da solução lixiviante, a fim de simular melhor o ambiente natural no qual o resíduo é exposto. Considera-se que os lixiviados obtidos nas extrações iniciais contêm as

máximas concentrações de constituintes perigosos, porque estes estão presentes em concentrações mais elevadas.

Alguns testes de lixiviação, já regulamentados e recomendados pela EPA, adotam uma única lixiviação, assim como a norma de lixiviação brasileira.

2.5.1.6 Tempo de contato

É definido como o tempo no qual o lixivante fica em contato com o resíduo e deve ser tal que as concentrações máximas das espécies contaminantes possam ser obtidas acima, ou bem próximo, do equilíbrio químico entre o lixivante e o resíduo.

O objetivo principal ao desenvolver um método de lixiviação é estabelecer tempos ou períodos de extração exequíveis, ou seja, que possibilitem a realização de testes em laboratório e que simulem as condições mais próximas possíveis do cenário real. A maioria dos métodos adotam 24 horas para obtenção do lixiviado a ser analisado.

2.5.1.7 Temperatura

A temperatura é uma propriedade intrínseca de um sistema e afeta a solubilidade e a taxa de reações dos constituintes envolvidos. Ela varia com o clima, com a profundidade, com a localização e com as reações químicas que possam ocorrer em um cenário de disposição. Todas estas condições seriam difíceis de serem simuladas e não são bem conhecidas, *a priori*, na maioria dos casos.

A faixa de temperatura normalmente usada como padrão na maioria dos métodos de lixiviação é 20 - 25°C.

©

2.5.1.8 Ajuste do pH

O pH é uma medida indireta do potencial eletroquímico de prótons e é definido como o logaritmo negativo da concentração do íon hidrogênio. A concentração de hidrogênio é um fator importante que afeta a taxa de reação e portanto as solubilidades dos poluentes.

O valor e o controle do pH são fatores extremamente importantes na avaliação da lixiviabilidade de espécies, em especial de metais. A solubilidade de espécies metálicas, como os hidróxidos comuns, é muito sensível em certas faixas de pH, que variam para cada metal.

Em alguns métodos de lixiviação é previsto o uso de mais de uma solução lixivante para o ajuste das condições ideais para a extração dos contaminantes. Isso ocorre principalmente quando o resíduo possui uma alcalinidade intrínseca que precisa ser corrigida.

2.5.1.9 Separação do lixivante via filtração

Muitos metais podem estar contidos no resíduo solidificado/estabilizado e no lixivante em estado coloidal e o procedimento de filtração assegura a remoção dos colóides. Qualquer filtrado que não seja límpido deve ser considerado suspeito. O tempo de filtração deve ser controlado nos testes, pois quanto maior o tempo maior o contato com o lixivante.

Uma membrana de acetato de celulose de 0,45 μm de diâmetro é normalmente usada para a filtração de amostras contendo espécies metálicas. Porém, quando nos lixiviados são esperadas moléculas orgânicas de baixa solubilidade, hidrofóbicas, filtros de fibra de vidro são indicados.

2.5.1.10 Análises químicas dos lixiviados

Laboratórios com experiência na área de análise de água, porém com pouca experiência na análise de resíduos perigosos freqüentemente têm dificuldades quanto à confiabilidade e reprodutibilidade dos resultados das análises químicas dos lixiviados. Efeitos de matriz e interferências causadas pela elevada força iônica do lixiviado são muito freqüentes nessas análises. Os níveis ambientais exigidos atualmente em muitos países encontram-se na faixa de microgramas por litro (partes por bilhão) ou até menor, o que resulta no uso de equipamentos cada vez mais sofisticados e sensíveis. Essa sensibilidade exige um rigoroso controle nos métodos de análises de modo a permitir precisão e reprodutibilidade dos resultados (Baptista, 2000).

2.5.2 Mecanismos Envolvidos na Lixiviação

Após a disposição, os resíduos solidificados/estabilizados estarão sujeitos à ação de fatores ambientais externos. A passagem de chuvas ou de águas subterrâneas através desses resíduos pode causar efeito de arraste dos constituintes perigosos devido aos fenômenos físicos de diluição e desorção.

A lixiviação é o resultado do transporte de massa dos contaminantes contidos nos resíduos solidificados para a solução lixivante. Seus mecanismos são bastante complexos e ainda pouco compreendidos.

Os principais mecanismos conhecidos que podem causar a lixiviação dos constituintes de um resíduo são (Conner, 1990; Means et al, 1995):

- solubilização;
- transporte dos contaminantes através do sólido por difusão molecular;
- transporte dos contaminantes através da camada de lixiviação;
- transporte dos contaminantes através da interface sólido/líquido;
- reações químicas que podem ocorrer entre o resíduo e o lixiviante.

Quando um constituinte é lixiviado, primeiramente ele é dissolvido na solução de poro da matriz ou no lixiviante que circunda o material. Algumas espécies dissolvem-se mais rapidamente que outras e a taxa de solubilização pode ser considerada em geral, semelhante à solubilidade básica das espécies envolvidas ou pode estar relacionada à concentração das mesmas na solução.

A taxa de lixiviação é controlada por difusão molecular das espécies solubilizadas para a maioria das matrizes usadas no processo de solidificação/estabilização quando em contato com águas subterrâneas. Sob condições ácidas, a taxa é inicialmente controlada pelo fornecimento de íons de hidrogênio. Após certo tempo, a difusão molecular ou difusão dos contaminantes através da interface sólido/resíduo se torna novamente o fator limitante da lixiviação, uma vez que íons hidrogênio difundem-se mais rápido do que outras espécies.

Em um teste de lixiviação no qual utiliza-se um sólido finamente dividido e uma agitação rápida do lixiviante o tempo necessário para que as concentrações dos constituintes alcancem o equilíbrio é de 18 a 24 horas (Conner, 1990). Este cenário assemelha-se a um aterro de resíduos perigosos que se encontra em um estágio no qual as células já estão preenchidas e o aterro está pronto para ser fechado, portanto a quantidade de água que entra é mínima.

Os efeitos do volume de transporte dos constituintes de um resíduo para um lixiviante no ambiente natural dependem basicamente do regime hidráulico. Em testes em batelada o sistema aproxima-se do equilíbrio químico e a taxa de lixiviação decresce com o potencial químico entre o sólido e a solução, podendo aproximar-se do valor zero. Isso ocorre por exemplo em aterros onde o lixiviante está saturado e não há movimento do lençol freático, resultando na maior concentração possível de constituintes no lixiviado, mas com uma taxa

global bem inferior à dos sistemas dinâmicos. Por outro lado em águas subterrâneas com movimento rápido, a transferência de constituintes será mais rápida e se estes apresentarem alta solubilidade em uma matriz porosa a lixiviação será ainda mais rápida.

As reações químicas são importantes na medida em que podem acelerar ou retardar a lixiviação. Fatores como o potencial redox (E_h), o pH, a presença de ânions carbonatos, sulfatos e silicatos, agentes quelantes orgânicos e particulados adsorventes podem afetar a lixiviação. Os precipitados formados podem causar a passivação dos resíduos, diminuindo ou até mesmo bloqueando o transporte através do sólido ou da interface sólido/líquido por obstrução dos poros.

Agentes quelantes podem aumentar a solubilidade pois impedem o processo de precipitação convertendo espécies iônicas em complexos orgânicos solúveis.

Ataques biológicos também podem influenciar a taxa de lixiviação, uma vez que os microorganismos interferem no meio, mudando o pH por exemplo, liberando substâncias corrosivas para os resíduos.

2.5.3 Métodos de Lixiviação

Os métodos de lixiviação foram inicialmente desenvolvidos para avaliar o impacto ambiental a curto prazo da disposição de resíduos sólidos em aterros. O objetivo principal é obter em fase aquosa as concentrações dos constituintes perigosos que são liberados dos sólidos quando dispostos. Se o contaminante não lixiviar do resíduo ou lixiviar em quantidades abaixo daquela estabelecida em norma ambiental considera-se então que a disposição daquele resíduo não oferece risco.

Basicamente um teste de lixiviação envolve o contato de um material com um líquido lixiviante sob condições padrões, com análises do licor resultante ou lixiviado que indicam quais componentes são normalmente dissolvidos.

Os resultados dos métodos de lixiviação podem ser usados para (Lewin et al, 1994):

- classificar materiais quanto ao grau de toxicidade;
- avaliar o impacto ambiental causado pela liberação de contaminantes *in situ* em termos do potencial de poluição em águas superficiais e subterrânea e

- considerar a adequação do sítio após o uso.

Vários métodos de lixiviação têm sido desenvolvidos no mundo. Entretanto, apenas os métodos que satisfazem um ou mais dos seguintes critérios são periodicamente revisados:

- patrocinado por organizações reconhecidas;
- procedimento regulamentado ou alternativo proposto por pesquisador;
- disponível ao público;
- resultados representativos publicados em literatura.

2.5.3.1 Classificação dos métodos de lixiviação

Existem duas grandes categorias de testes (Lewin et al, 1994):

- a) testes de lixiviação com extração única, sem renovação do lixivante e
- b) testes dinâmicos com sucessivas extrações, com renovação do lixivante.

a) Testes de lixiviação com extração única

Durante o teste de lixiviação com uma única extração a solução lixivante está em contato com o material por um período de tempo específico, sem ser renovado. O lixiviado é separado da amostra e analisado no final (procedimento normal) ou durante o ensaio, para a monitoração da concentração dos contaminantes.

Os testes de lixiviação que têm sido revisados podem ser divididos em quatro categorias, conforme cenários naturais possíveis, a saber:

- testes de lixiviação com agitação: desenvolvidos para atingir rapidamente as condições de equilíbrio. Medem principalmente as propriedades químicas do sistema, ao invés dos mecanismos limitantes da taxa;
- testes de lixiviação sem agitação: fornecem dados sobre mecanismos físicos limitantes da taxa no processo de lixiviação de amostras monolíticas ao invés das características químicas do material a ser lixiviado. Estes testes são muito aplicados aos rejeitos radioativos;

- testes de lixiviação em seqüência química: uma bateria de testes de lixiviação com agitação são executados através de aumento progressivo do volume de lixiviantes agressivos. Esses testes têm sido aplicados à matrizes orgânicas;
- testes com concentrações crescentes: alíquotas de material *in natura* são colocadas repetidamente em contato com o mesmo lixiviado em baixas razões acumulativas líquido/sólido.

A FIG. 1 apresenta um diagrama com alguns tipos de testes de lixiviação que realizam uma extração/lixiviação e o QUADRO 1 apresenta um resumo das principais características de testes de lixiviação com extração única que utilizam agitação.

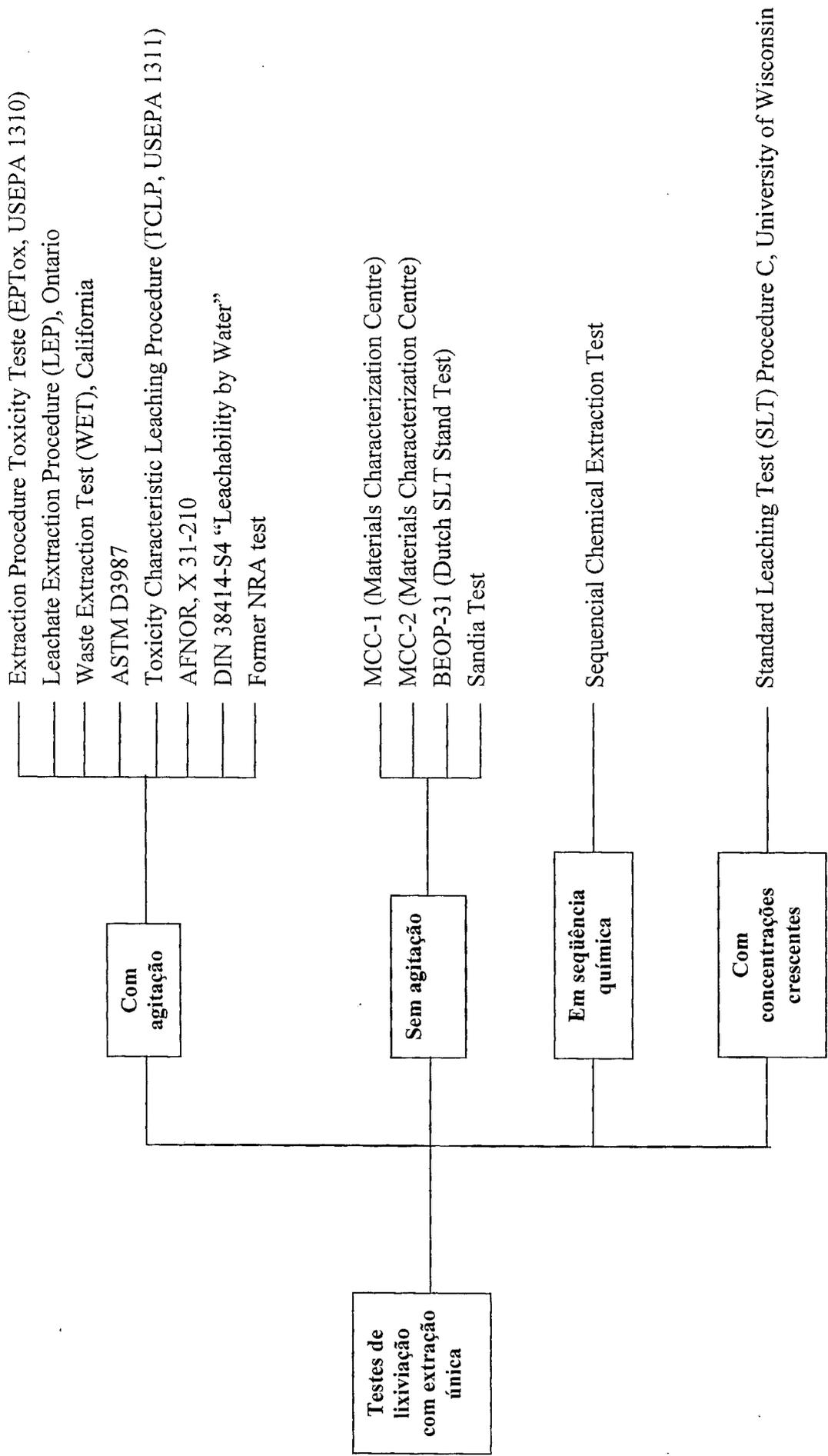


FIGURA 1: Tipos de testes de lixiviação/extração

FONTE: Adaptado de Lewin et al, 1994: 5

QUADRO 1

Principais características de testes de lixiviação com agitação

Teste	Estado de desenvolvimento	Preparação da amostra	Massa de amostra	Lixivante	Razão L/S	Agitação	Período	Filtração
Lixiviação de Resíduos (ABNT), NBR 10.005	Método padrão regulamentado (1987)	Não monolítica: filtração. Monolítica: redução de tamanho	100 g	Água deionizada, Ácido acético 0,1N	20:1	Não especificada, contínua	24h	Membrana 0,45µm
Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP), EPA, Método 1311	Método padrão (1986)	Corte/trituração e moagem, separação sólido/líquido, sem teste de integridade estrutural	100 g (25 g para ZHE)	Ácido acético 0,1N 1) pH=4,93 2) pH=2,88	20:1	End-over-end (30 rpm)	18h	Fibra de vidro boro silicato 0,6 a 0,8 µm, combina a fase líquida com o extrato
French Leach Test X 31-210 (AFNOR)	Padrão proposto para resíduos perigosos (1988)	Remoção da fase líquida livre, redução de tamanho de partícula (< 9,4 mm)	100 g	Água desmineralizada	10:1	vibração ou orbital	24 h (única extração)	Filtração membrana de 0,45 µm ou centrifugação
Leachate Extraction Procedure LEP, Ontario	Método padrão regulamentado (1985)	Separação de fases	50 g de sólido seco	Água destilada, Ácido acético 0,5N	20:1	End-over-end (10 ppm)	24h	Membrana 0,45µm
Waste Extraction Test WET, California	Método padrão regulamentado (1985)	Moagem, separação de fases	50 g	Citrato de sódio 0,2M pH 5,0	10:1	Extrator rotacional ou mesa agitadora	48h	Centrifugação, filtração, membrana 0,45µm
ASTM D3987 Shake test	Método padrão de pesquisa	Como recebida	700 g	Água destilada (ASTM tipo IV)	4:1	vibração	48h	
DIN 38414-S	Método padrão alemão	Redução de tamanho se a partícula for > 10mm. Não requer moagem	100 g	Água deionizada	10:1	Rotação inicial leve ou apenas inversão do frasco	24h	Filtração, centrifugação
NRA	Método guia original	Partículas < 5mm	100 g	Água deionizada acidificada com ácido acético (pH 4-5)	5:1	Vibração	24h	Filtração, membrana 0,45µm

FONTE: Adaptado de Lewin et al, 1994: 6

b) Testes dinâmicos com sucessivas extrações

Durante o teste dinâmico são realizadas sucessivas extrações e o lixiviante é continuamente ou intermitentemente renovado mantendo o processo de lixiviação. Os testes intermitentes podem ser conduzidos em períodos de extração alternados com períodos secos para estudo dos efeitos de desidratação, ou condições de fluidez constante. Estes testes fornecem informações a respeito da cinética da mobilidade dos contaminantes, auxiliando na investigação de mecanismos mais complexos de lixiviação. As quatro categorias de testes dinâmicos são:

- testes em série: o lixiviado é removido e novo lixiviante é colocado em períodos desejáveis de extração. Um perfil de extração pode ser estabelecido através dos resultados obtidos para inferir a liberação ao longo do tempo dos constituintes perigosos. O procedimento de agitação é utilizado durante o teste;
- testes onde o lixiviante flui ao redor do resíduo: o lixiviante flui continuamente através de amostras monolíticas por tempo determinado. Esse lixiviante é renovado periodicamente e são coletadas amostras dos lixiviados para análises das concentrações dos contaminantes de interesse. Os métodos disponíveis foram desenvolvidos pela área nuclear para rejeitos radioativos;
- testes onde o lixiviante flui através do resíduo: o lixiviante é passado continuamente ou intermitentemente através de um cilindro aberto contendo o material solidificado por várias semanas, ou mesmo anos. Estes testes podem ser modificados para examinar influências específicas do local de disposição como vegetação ou materiais de cobertura. Embora estudos tenham sido publicados, eles não são considerados adequados para fins de regulamentos, pois não oferecem reprodutibilidade de resultados e são de longa duração;
- testes *soxhlet*: equipamentos tipo *soxhlet* são usados para ferver, condensar e recircular o lixiviado repetidamente através ou ao redor do material. Estes testes fornecem dados sobre a máxima quantidade de um contaminante que pode ser removida sob condições severas em 3 ou 4 dias. Os testes *soxhlet* são aplicados aos rejeitos radioativos.

A FIG. 2 apresenta um diagrama dos testes de lixiviação dinâmicos e o QUADRO 2 apresenta um resumo das principais características de testes dinâmicos realizados em série.

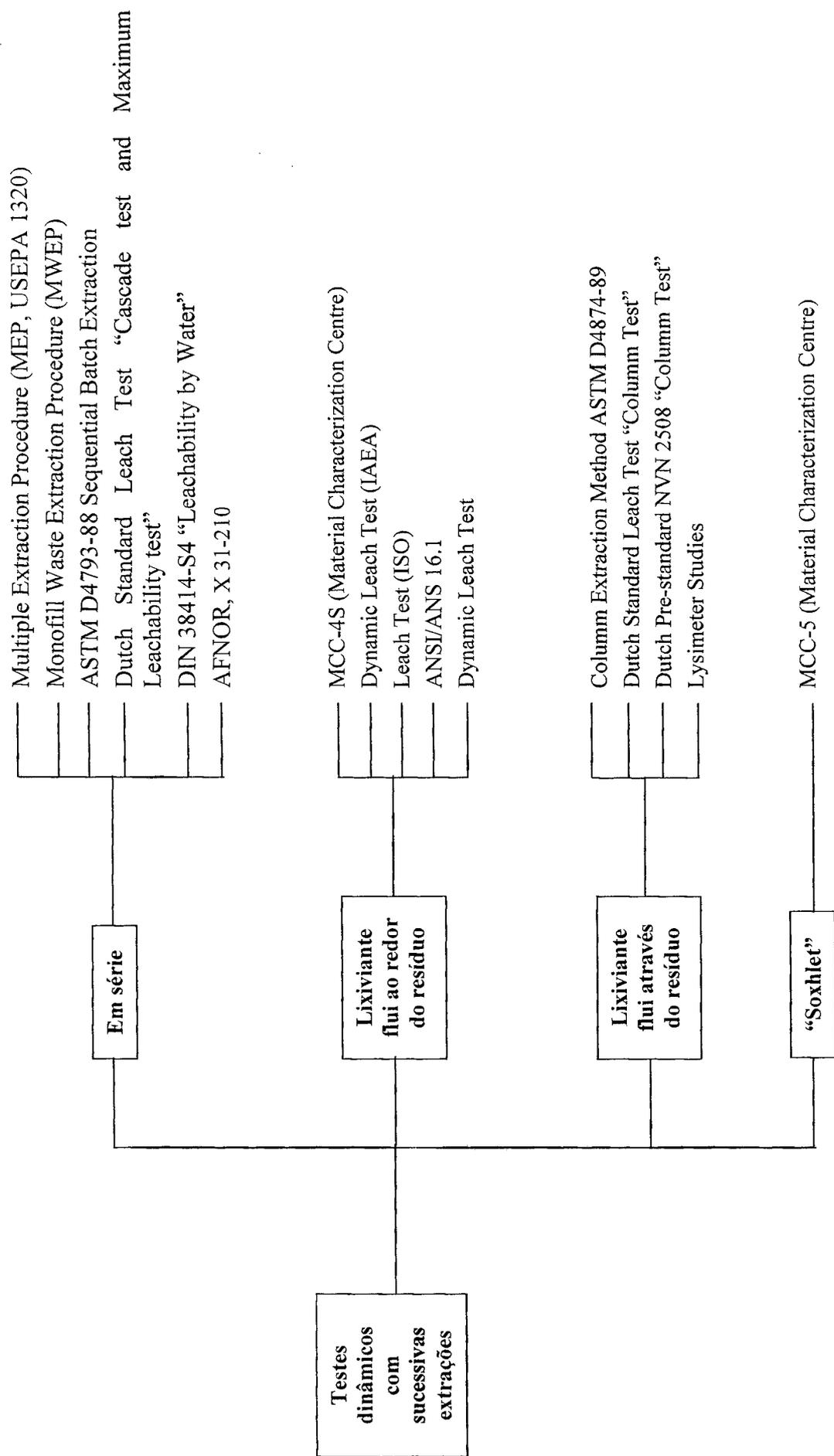


FIGURA 2: Testes de lixiviação dinâmicos

FONTE: Adaptado de Lewin et al, 1994: 10

QUADRO 2

Principais características de testes de lixiviação dinâmicos em série

Teste	Estado de desenvolvimento	Preparação da amostra	Massa de amostra	Lixivante	Razão L/S	Agitação	Período	Filtração	Nº de extrações
Multiple Extraction Procedure MEP EPA Método 1320	Método padrão regulamentado (1986)	Similar ao teste EP	Similar ao teste EP	Ácido acético Ácido sulfúrico/ácido nítrico (simula chuva ácida)	20:1	Similar ao teste EP	Similar ao teste EP	Similar ao teste EP	10
French Leach Test X 31-210, AFNOR	Padrão proposto para resíduos perigosos (1988)	Remoção da fase líquida livre, redução de tamanho de partícula para < 4 mm	100 g	Água desmineralizada	10:1	Vibração ou orbital	16 h	Filtração membrana de 0,45 µm ou centrifugação	2 ou mais extrações, depende do objetivo da pesquisa
Monofil Waste Extraction Procedure MWEPEPA	Documento utilizado como fonte técnica (1986)	Redução de tamanho de partícula (<9,5mm) ou teste de integridade estrutural	Não especificado	Água destilada ou água do sítio	10:1	Rotação	18 h	Decantação e filtração	4
ASTM D493-88	Método Padrão proposto (1988)	Separação de fases, secagem	100 g	Água tipo II D1193	20:1	Nenhuma	24 h	Membrana 0,45 µm	10
Standard Leach Test SLT Cascade Test Netherlands BEOP-31	Método padrão de pesquisa para resíduos combustíveis(1984)	Quebra/peneiramento. Secagem	40 g	Água desmineralizada acidificada para pH 4 com ácido nítrico	20:1	Vibração e/ou rotação	23 h	Decantação e filtração em membrana 0,45 µm	5
DIN 38414S4	Método padrão alemão	Redução de tamanho (partículas < 10 mm). Sem trituração	100 g	Água deionizada	10:1	Rotação inicial leve ou apenas inversão do frasco	24 h	Filtração, centrifugação	1 a 4

FONTE: Adaptado do Lewin et al, 1994: 11

2.5.3.2 Principais testes de lixiviação

Os testes de lixiviação Extration Procedure Test (U.S. EPA,1992_(a)), Toxicity Characteristic Leaching Procedure (U.S. EPA,1992_(b)), Multiple Extration Procedure (U.S EPA,1986), Essai de Lixiviation (AFNOR, 1998) são testes muito utilizados, muito difundidos e recomendados por órgãos como a EPA e a Associação Francesa de Normalização - AFNOR. Estes testes simulam diferentes cenários de disposição como aterro sanitário, aterro onde o resíduo pode estar submetido a grande volume de lixiviante ácido (chuva ácida) e aterro que recebe um tipo de resíduo (aterro industrial).

No Brasil, como já foi comentado é utilizada, como instrumento legal, a norma NBR 10.005 da Associação Brasileira de Normas Técnicas, regulamentada pelo órgão CONAMA.

A seguir são feitas algumas considerações sobre esses testes de lixiviação.

➤ **Extration Procedure (EP)Test**

A maioria dos testes de lixiviação aplicados aos resíduos perigosos não radioativos existentes foram baseados no Extration Procedure (EP) Test proposto pela Environmental Protection Agency – EPA ou Agência de Proteção Ambiental dos E.U.A. Este método foi regulamentado em 1980 através do Resource Conservation and Recovery Act - RCRA, lei editada em 1976 pelo congresso dos E.U.A, cujos princípios básicos são constituídos por regras para conservação de energia e recursos naturais, para não-geração e minimização da produção de resíduos e para o gerenciamento “ambientalmente seguro” dos resíduos.

O EP foi originalmente desenvolvido para classificar resíduos como perigosos ou não, baseado nas concentrações máximas permissíveis de alguns metais, pesticidas e herbicidas. A co-disposição, ou seja, a disposição de resíduos perigosos em conjunto com resíduos sólidos municipais foi escolhida na ocasião como o pior cenário. O método é realizado de forma estática com uma extração simulando as condições que ocorrem em um aterro onde a decomposição anaeróbica produz ácidos orgânicos. Estas condições são simuladas no ensaio pela utilização de solução de ácido acético diluído como solução lixiviante, sob agitação constante. ©

O resíduo é quebrado/fragmentado até o tamanho máximo de partícula de 9,5 mm. No caso de amostras monolíticas é utilizado o procedimento de impacto (teste de integridade estrutural) e a amostra é ensaiada na forma resultante deste impacto. O objetivo é simular os choques

possíveis de ocorrer no manuseio e transporte dos resíduos tratados para o aterro, bem como outras tensões que possam ocorrer após a disposição final.

➤ **Toxicity Characteristic Leaching Procedure – TCLP**

O método Toxicity Characteristic Leaching Procedure - TCLP foi proposto e regulamentado pela EPA em 1986. Este método foi desenvolvido para corrigir algumas falhas apresentadas no EP, como:

- geração de resultados não reprodutíveis;
- deficiência em determinar a mobilidade dos resíduos, quando estes interagem com diversas condições ambientais, uma vez que o método avalia um único cenário de disposição para todos os tipos de resíduos;
- deficiência na identificação de resíduos que são perigosos quando constituintes orgânicos estão presentes;
- não oferece possibilidades para análises adequadas de contaminantes voláteis.

O TCLP simula o potencial de lixiviação de um resíduo quando este é disposto em aterro sanitário, projetado para receber lixo municipal. É sem dúvida o teste de lixiviação mais difundido tendo diferentes variações. Quando comparado ao teste EP apresenta vantagens como uma maior facilidade de operação, elimina o ajuste contínuo do pH e apresenta maior confiabilidade (Conner, 1990). Além disso o TCLP substitui o procedimento de quebra do monolito (proposto na norma EP através do teste de integridade estrutural) pelo procedimento de trituração da amostra. A lixiviação de compostos voláteis e semi-voláteis que possam estar presentes no resíduo bruto (em forma de ácidos orgânicos) é efetuada de forma mais segura pela utilização de um extrator especial denominado *Zero-Headspace* que minimiza a perda dessas substâncias durante a realização do teste. A fim de melhorar a reprodutibilidade dos resultados a agitação do lixivante e amostra triturada é efetuada em um agitador tipo rotacional (*end-over-end*). ©

➤ **NBR 10.005 – Lixiviação de Resíduos**

A norma brasileira NBR 10.005 foi regulamentada em 1987 e é a única referência no país para lixiviação de resíduos. Essa norma é muito utilizada por indústrias, setor público, laboratórios e empresas que gerenciam resíduos. Foi desenvolvida baseada na norma EP, de

aplicação geral para qualquer tipo de resíduo, abordando um único cenário de disposição e sem considerar as características específicas do resíduo *in natura* e tratado.

Como na norma EP o teste de integridade estrutural é utilizado para quebrar amostras monolíticas, antes de serem submetidas ao processo de lixiviação com solução de ácido acético, sob agitação constante.

➤ **Multiple Extration Procedure - MEP**

O MEP, embora não seja ainda oficialmente regulamentado pela EPA, é usado como uma opção de exclusão ou inserção de resíduos em normas ambientais específicas. Foi desenvolvido para simular os efeitos da ação prolongada de chuva ácida que podem ocorrer em um aterro inadequadamente projetado, fazendo com que o resíduo entre em contato com grandes volumes de água. É um teste dinâmico realizado com o uso sequencial de extrações e utiliza como solução lixiviante chuva ácida sintética. A primeira extração é realizada baseada na metodologia EP. A EPA estimou que *estas lixiviações simulam aproximadamente 1.000 anos de chuva* em sítios de Michigan e New Hampshire (Conner, 1990). Uma vantagem da utilização deste método em relação ao TCLP é que o MEP remove de forma gradual o excesso de alcalinidade do resíduo ao longo do tempo. Portanto, o comportamento dos contaminantes (em particular dos metálicos) pode ser avaliado em função do decréscimo de pH, onde se tem um aumento da solubilidade da maioria dos metais.

➤ **Essai de Lixiviation - X 31-210**

O teste de lixiviação X 31-210 - *Essai de Lixiviation* da Associação Francesa de Normalização - AFNOR é um método muito utilizado e foi regulamentado em 1988. ©

Este teste faz uso de água deionizada que simula a precipitação natural, meio lixiviante básico em instalações de disposição de um só tipo de resíduo (resíduo industrial, por exemplo). Apresenta a opção de uma ou mais extrações, dependendo do tipo de amostra a ser ensaiada e do estudo que se pretende conduzir. Quatro extrações é o número sugerido pelo método para permitir que tendências definidas tomadas pelos constituintes no lixiviado sejam notadas (aumento, decréscimo ou nenhuma mudança). A razão líquido/sólido utilizada é 10:1, quantidade suficiente para que a amostra permaneça “molhada” e para que amostras possam ser coletadas para as análises químicas dos contaminantes.

2.5.4 Considerações Gerais sobre Testes de Lixiviação

Um único teste de lixiviação não é adequado para avaliar todos os tipos de resíduos perigosos solidificados/estabilizados ou os vários contaminantes de interesse, além disso nenhuma dessas metodologias está padronizada em termos da migração de contaminantes para uma água subterrânea real (Means et al, 1995).

Alguns testes são mais adequados para metais, alguns não são aplicáveis a compostos orgânicos voláteis, e outros são aplicáveis apenas a resíduos tratados monolíticos que não mudam apreciavelmente sua área superficial durante a realização dos testes.

Os métodos em batelada geralmente não usam suficiente ácido para exaurir a capacidade de neutralização ácida da maioria dos resíduos estabilizados. Os métodos seqüenciais aceleram a lixiviação com o objetivo de avaliar o desempenho a longo prazo, porém as interpretações dos resultados são muito difíceis. A lixiviação acelerada realizada em laboratório pode ocorrer por diferentes mecanismos não comparáveis àqueles que podem ocorrer em lixiviação a longo prazo no local de disposição.

Periodicamente é apropriado modificar o protocolo padrão de lixiviação para atender um objetivo específico, como por exemplo (Groot & Slood,1992):

- eliminar o procedimento de filtração quando o objetivo é avaliar o transporte de contaminante coloidal;
- usar água subterrânea de um local de disposição específico como solução lixivante, ao invés do lixivante genérico especificado no ensaio;
- considerar o uso de um solvente orgânico (p. ex. a acetona) como lixivante, ao invés de lixivante aquoso, quando o produto de resíduo contiver contaminantes orgânicos;
- determinar quando é apropriado criar uma área superficial artificial antes da realização do ensaio de lixiviação (por ex. a trituração);
- o uso de água deionizada como solução lixivante pode ser mais agressivo que lixivantes ácidos em alguns casos.

©

É importante assegurar o máximo de informação possível durante a realização de testes de lixiviação uma vez que isto envolve tempo e recursos financeiros. Isto pode ser feito

compilando-se os resultados de diferentes testes de lixiviação para um mesmo resíduo e produto de resíduo. Desta forma os seguintes aspectos devem ser levados em consideração:

- informações gerais sobre a matriz, o processo etc.;
- informações sobre a preparação da amostra e sobre o instituto/laboratório de pesquisa onde foi desempenhado o trabalho;
- caracterizações físicas e químicas das amostras, incluindo determinação dos tamanhos das amostras e parâmetros físicos para os diferentes tipos de produtos;
- tipo de testes de lixiviação realizados, condições gerais do ensaio;
- concentração total dos elementos pesquisados, assim como os resultados de lixiviação.

O banco de dados assim formado torna-se uma importante ferramenta que pode ser usada até mesmo na certificação do processo de solidificação/estabilização, que é o objetivo desta pesquisa.

3 METODOLOGIA

3.1 Materiais

3.1.1 Definição e Preparação da Solução que Simula Resíduo Perigoso

Os resíduos industriais contendo metais pesados são comumente gerados, entre outras, nas indústrias de tratamento de superfícies, indústrias de acabamento de metais, refinarias de petróleo.

O processo de solidificação/estabilização converte os metais em uma forma menos solúvel possível para prevenir sua entrada no meio ambiente. Além disto os compostos de metais pesados com diferentes solubilidades ao serem adicionados ao cimento precipitam como hidróxidos insolúveis ou carbonatos devido a alta alcalinidade da matriz inorgânica, possibilitando não liberação dos contaminantes ou sua redução dentro de limites aceitáveis por normas ambientais.

Para a realização deste trabalho utilizou-se como referência um resíduo industrial perigoso gerado em operações de perfuração de petróleo utilizado para a incorporação em cimento (Tello, 1996_(a)). A TAB. 2 apresenta as concentrações dos elementos tóxicos contidos nesse resíduo perigoso denominado Borra de Centrífuga (BC).

TABELA 2

Concentração dos contaminantes presentes no resíduo Borra de Centrífuga

Contaminante (mg/L)	Borra de Centrífuga (BC) (mg/L)
Cobre (Cu)	20,2
Cádmio (Cd)	8,1
Cromo III (Cr)	30,3
Zinco (Zn)	808,0
Chumbo (Pb)	242,0

No trabalho realizado por Tello (1996_(a)) o resíduo foi cimentado com adição de materiais naturais a fim de melhorar tanto as condições de processo, por exemplo a trabalhabilidade da mistura, quanto as propriedades do produto solidificado, em especial a retenção dos contaminantes. Após realizada a mistura os corpos-de-prova foram moldados e submetidos ao

processo de cura a seco por 28 dias. Os produtos foram lixiviados de acordo com a norma de lixiviação NBR 10.005 e os lixiviados foram analisados. Os resultados obtidos mostraram que as concentrações dos contaminantes ficaram abaixo do limite de detecção do método analítico empregado sendo estes valores inferiores aos limites recomendados pelas normas ambientais.

A solução que simula resíduo perigoso utilizada neste trabalho foi baseada no resíduo BC, aumentando-se as concentrações dos contaminantes metálicos de forma proporcional, exceto para zinco, conforme apresentado na TAB. 3.

Além disso para a preparação da solução de resíduo perigoso utilizaram-se compostos de nitrato, pois estes estão entre as espécies mais comuns presentes nos vários tipos de resíduos perigosos e apresentam, em relação a estas espécies, alta solubilidade.

TABELA 3
Solução que simula resíduo perigoso

Compostos	Metal pesado	Concentração dos elementos (mg/L)
$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Cu	10.100
$\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Cd	4.100
$\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	Cr III	15.100
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Zn	4.040
$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	Pb	121.000

As principais características determinadas na solução simulada foram a porcentagem de sólidos totais, o pH e a densidade. Estes ensaios e todos os demais executados neste trabalho foram realizados no Laboratório de Cimentação do Serviço de Tecnologia de Rejeitos do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN/CNEN).

Para a determinação da porcentagem de sólidos totais uma amostra da solução de resíduo perigoso (100 g) foi coletada e seca em estufa à temperatura de 100 – 105 °C. Pesagens foram realizadas até que a massa da amostra permanecesse constante. O resultado foi obtido através da diferença entre a massa inicial e final.

A FIG. 3 apresenta a solução que simula resíduo perigoso após preparo.



FIGURA 3: Solução que simula resíduo perigoso

3.1.2 Cimento Portland

O cimento Portland é o mais importante tipo de cimento inorgânico de uso corrente na construção civil, sendo de fácil comercialização e baixo custo e por isso muito utilizado no processo de solidificação/estabilização de resíduos perigosos.

O cimento adquirido para a realização deste trabalho foi o produto comercial da marca Nassau, fabricado pela empresa ITABIRA AGRO-INDUSTRIAL S.A. É classificado como CPIIE-32 que significa cimento Portland composto com escória, com valor mínimo de resistência à compressão aos 28 dias de idade de 32 MPa. Este cimento atende às especificações da norma NBR 5732/1991 da ABNT e suas características físicas são apresentadas na TAB. 4.

TABELA 4

Características físicas do cimento CPIIE-32

Massa específica (g/cm ³)	Superfície específica (cm ² /g)	Índice de finura (%)
3,13	3312,0	5,24

3.1.3 Hidróxido de Cálcio

O hidróxido de cálcio, Ca(OH)₂ foi utilizado para a neutralização da solução que simula o resíduo perigoso.

3.2 Métodos

As pastas foram preparadas baseadas em quantidades normalmente utilizadas nos processos de cimentação de resíduos perigosos e foram confeccionados os corpos-de-prova. Para a caracterização das pastas foram realizados ensaios como viscosidade, tempo de pega e densidade. O produto foi caracterizado através do ensaio de resistência à compressão.

Quatro métodos de lixiviação foram selecionados e executados e as concentrações dos metais pesados de interesse (Cr, Cu, Cd, Pb e Zn) foram determinadas nos lixiviados obtidos através do método Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES).

3.2.1 Preparação da Pasta e Confeção dos Corpos-de-prova

Para uma mistura de 150 g de solução de resíduo perigoso e 276 g de cimento foi produzida uma pasta de aproximadamente 430 g. Isto significa que o percentual de resíduo incorporado em cimento foi em torno de 35% (a faixa de incorporação usual é 20 – 40% em peso) e a relação água/cimento (a/c) da pasta foi em torno de 0,5. Estas são condições usuais encontradas no uso do processo de cimentação de resíduos perigosos.

O percentual em peso dos metais pesados no resíduo solidificado/estabilizado representou aproximadamente 0,15% para cádmio, 0,15% para zinco, 0,4% para cobre, 0,6% para cromo e 5% para chumbo.

As pastas foram preparadas segundo procedimento técnico (Tello, 1995) e uma pasta controle também foi preparada misturando-se água, hidróxido de cálcio e cimento nas mesmas proporções usadas para as pastas.

As etapas realizadas na preparação das pastas são ilustradas na FIG. 4.

Foram confeccionados sessenta corpos-de-prova cilíndricos com 33 mm de diâmetro e 71 mm de altura para os ensaios de lixiviação e nove corpos-de-prova de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura para os ensaios de resistência à compressão.

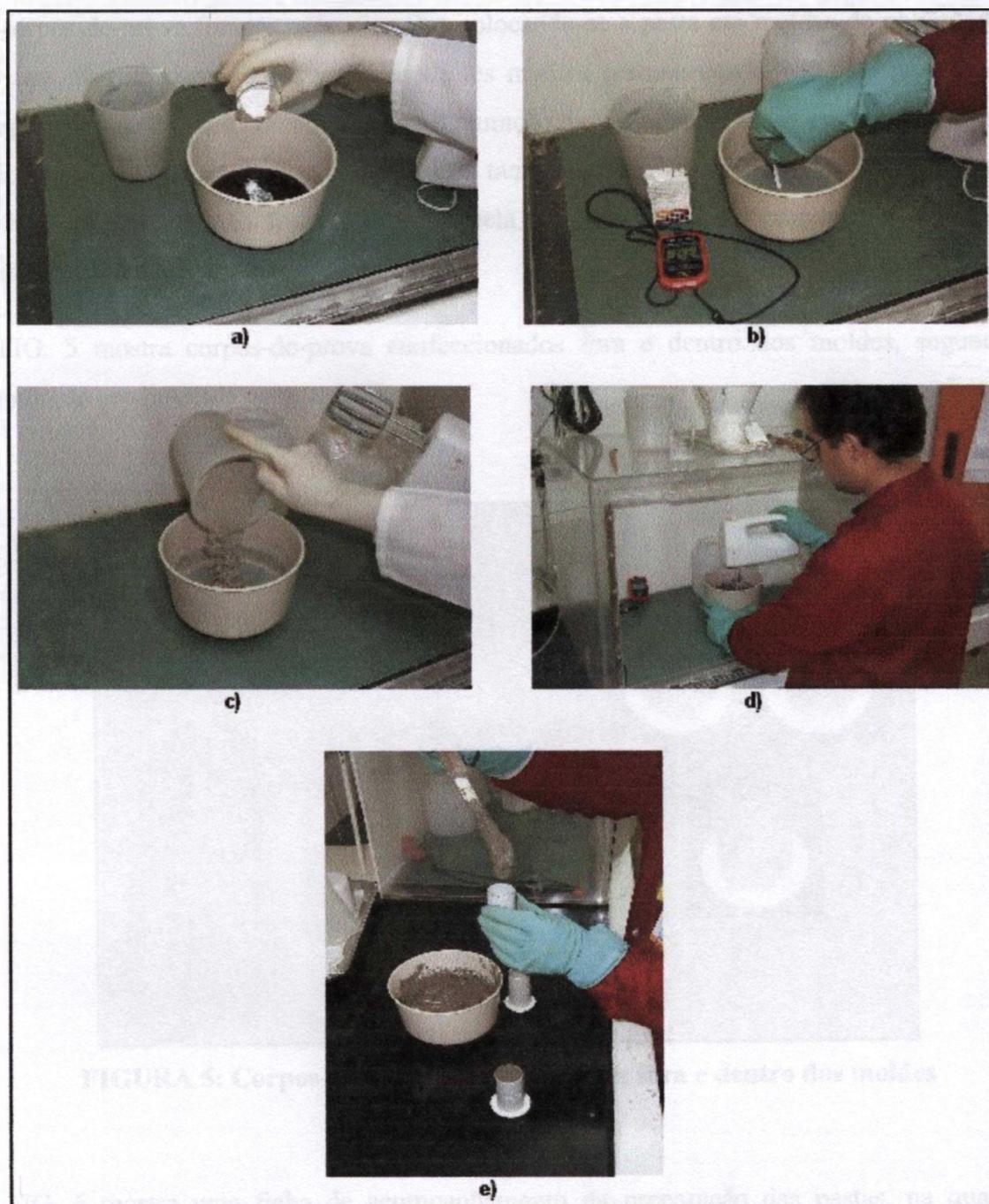


FIGURA 4: Etapas da preparação das pastas

- a) Adição de hidróxido de cálcio à solução que simula resíduo perigoso
- b) Medida do pH após mistura da solução e do hidróxido (pH >10)
- c) Adição do cimento à mistura
- d) Homogeneização da pasta, usando batadeira, por 2 minutos
- e) Enchimento dos moldes cilíndricos com a pasta

Os corpos-de-prova foram confeccionados colocando-se a pasta em moldes de polietileno e, aos sete dias de cura, foram retirados destes moldes permanecendo sob este processo até completarem-se 28 dias, tempo usual de maturação da pasta. A cura dos corpos-de-prova foi realizada a seco, ao ar livre, com os moldes tampados para garantir que as propriedades do produto solidificado não fossem afetadas pela perda de água de evaporação, ocasionada durante a pega do cimento.

A FIG. 5 mostra corpos-de-prova confeccionados fora e dentro dos moldes, segundo a formulação estabelecida neste trabalho.



FIGURA 5: Corpos-de-prova confeccionados fora e dentro dos moldes

A FIG. 6 mostra uma ficha de acompanhamento da preparação das pastas, na qual são registrados todos os dados e informações importantes e o ANEXO A apresenta as fichas de todas as pastas preparadas.

Foram realizados ensaios para a caracterização das pastas e do resíduo cimentado.

Teste de cimentação PC - 18		Normas: N4/12-1; N4/12-2 ; N4/12-3								
		Data: 05 / 11 / 2001								
Condições Ambientais: Temperatura (°C):		Hora inicial :		Hora final :						
Umidade (%):										
Dados da solução de rejeito simulado										
Tipo: Solução Sintética C										
Densidade (g/cm ³): 1,247		Neutralização da Solução								
		Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}						
		70	4	11						
% de sólidos: 24,44										
pH inicial da solução: 1,32										
Materiais										
Cimento CP-II-32-E (Nassau) (g): 1288										
Solução de rejeito simulado (Solução C) (g): 700										
Mistura		Pasta								
OBS.: Velocidade três durante três minutos		Massa total da pasta (g): 2193,7 - ??????								
Hora inicial :		Tempo de Pega :		1º ponto aos min.						
Hora final :		Início de Pega:		Fim de Pega:						
Tempo de mistura :										
Observações: Pasta de boa aparência										
Ensaio de Densidade da pasta										
Molde Nº	Molde (g)	Molde + Pasta (g)	Volume do molde (cm ³)	Densidade (g/cm ³)	Densidade Média (g/cm ³)					
2	66,35	403	171	1,97	1,99					
4	66,97	407,3	169,2	2,01						
Ensaio de Viscosidade										
Viscosidade (Pa.s): ND										
Rotor T -										
Fator :										
X=										
Dados das amostras										
Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias		
	PC - 18	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	
Lixivilação	1	34,44	3,35	7,12	160,58	159,59	125,23	-	124,7	
	2	39,45	3,35	6,98	163,68	162,07	122,68	-	122,3	
	3	40,96	3,35	7,07	166,70	165,54	124,65	-	124,2	
Ensaio de Resistência à compressão após 28 dias					data: 03 / 12 / 2001					
Ensaio	PC - 18	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Massa (g)	Densid. (g/cm ³)	Densidade Média (g/cm ³)		Leitura na Prensa (kgf)		Resistência (MPa)
Compr. São	4	4,95	9,82	373,5	1,98	1,99		8387		42,74
	5	4,95	9,8	376,7	2,00			9061		46,18
	6	4,97	9,91	383,5	1,99			9061		45,80
Água livre / cimento (a/c): 0,41					Rejeito/Pasta (R/P) (p/p) (v/v):		0,34	0,54		

FIGURA 6: Ficha de acompanhamento da preparação das pastas

3.2.2 Ensaios Realizados nas Pastas e Produtos

Visando a caracterização das pastas foram realizados os ensaios de tempo de pega, viscosidade e densidade e para os produtos foram realizados ensaios de resistência à compressão que são descritos a seguir.

3.2.2.1 Ensaio de tempo de pega

O ensaio de tempo de pega foi realizado segundo procedimento técnico (Tello, 1989^(c)) utilizando o aparelho automático “agulha de Vicat”, conforme ilustrado na FIG. 7. Este ensaio consiste em se colocar a pasta em um recipiente apropriado e as profundidades de penetração da agulha são registradas ao longo do tempo em um gráfico.



FIGURA 7: Aparelho de Vicat utilizado na determinação do tempo de pega

3.2.2.2 Ensaio de viscosidade

Para a determinação da viscosidade (Tello, 1996^(b)) da pasta recém-preparada foi utilizado um viscosímetro (Brookfield RVT) com rotores em forma de T, apropriado para medidas reológicas, como ilustrado na FIG. 8.



FIGURA 8: Viscosímetro utilizado para a determinação da viscosidade da pasta

3.2.2.3 Densidade

Através das medidas de volume e massa foram determinadas as densidades da pasta fresca e dos corpos-de-prova já solidificados.

3.2.2.4 Ensaio de resistência à compressão

Foi utilizado para os ensaios de resistência à compressão uma prensa hidráulica marca EMIC modelo PCI 150 com célula de carga (capacidade máxima de 30 toneladas) como mostra a FIG. 9.



FIGURA 9: Prensa utilizada para os ensaios de resistência à compressão

A moldagem dos corpos-de-prova foi realizada após a preparação da pasta e com a maior rapidez possível. Conforme procedimento técnico (Tello, 1989_(b)) são usados para a confecção dos corpos moldes cilíndricos de plástico de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura. Após 28 dias de cura os corpos-de-prova foram retirados dos moldes e suas superfícies foram lixadas. Em seguida eles foram colocados na prensa e realizado o ensaio, como mostrado na FIG. 10, onde os mesmos receberam carregamento contínuo até a ruptura ou quebra. O resultado final foi obtido calculando-se a média das resistências individuais, em megapascal (MPa), de 3 corpos-de-prova ensaiados na mesma idade.

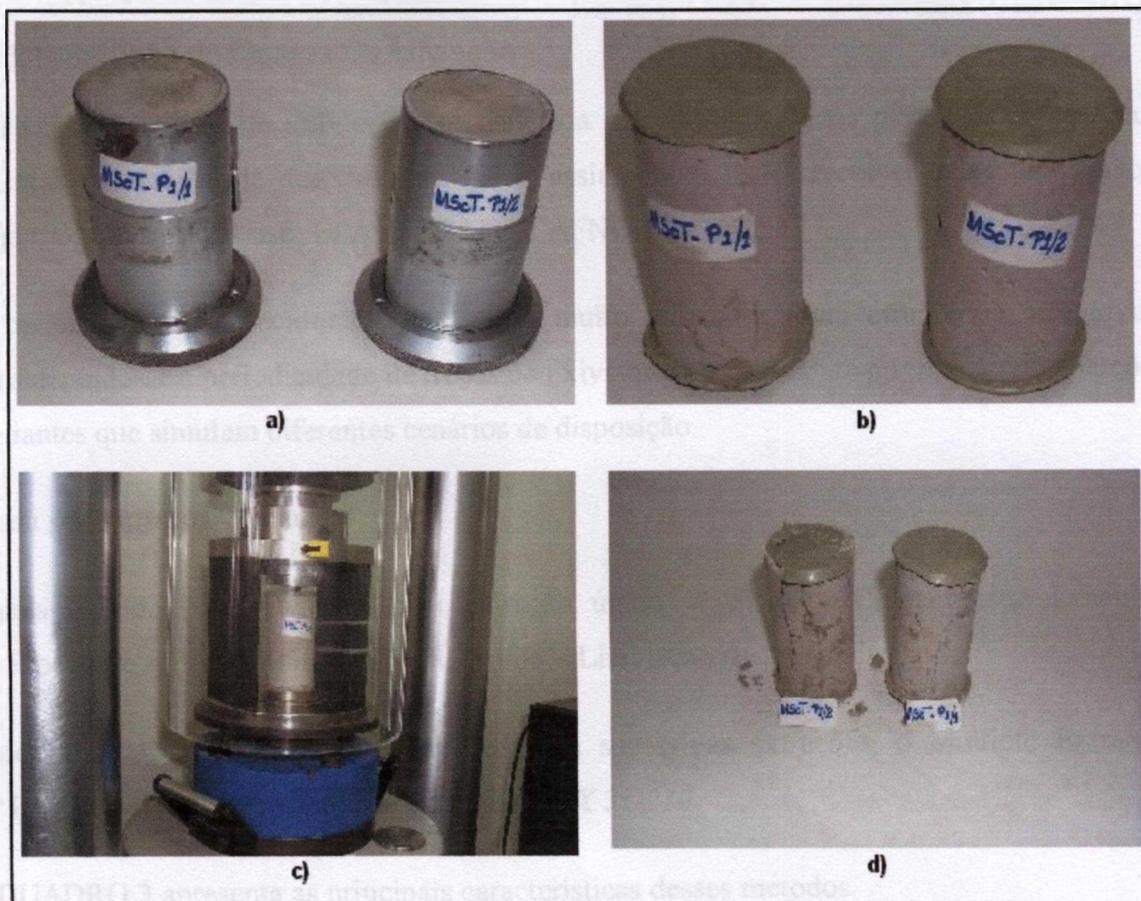


FIGURA 10: Ensaio de Resistência à Compressão – principais etapas

- a) Moldagem dos corpos-de-prova
- b) Corpos preparados para o ensaio
- c) Corpo-de-prova sendo rompido pela prensa
- d) Corpos-de-prova após o ensaio

3.2.3 Ensaios de Lixiviação

Conforme apresentado na revisão da literatura (capítulo 2) existem vários métodos de lixiviação os quais podem ser classificados em estáticos e dinâmicos os quais utilizam uma extração e sucessivas extrações, respectivamente. Os métodos apresentam aplicações distintas, tanto para resíduos inorgânicos quanto para resíduos orgânicos. As suas principais características foram abordadas como tipo de lixiviante utilizado, razão líquido/resíduo (L/R), dentre outras.

Para a realização deste trabalho, baseado nos vários métodos de lixiviação estudados, foram selecionados quatro testes. Os lixiviados obtidos nestes ensaios foram analisados quanto às concentrações de cobre (Cu), cromo (Cr), cádmio (Cd), chumbo (Pb) e zinco (Zn), para análise comparativa dos mesmos.

3.2.3.1 Seleção dos testes de lixiviação

A seleção dos testes de lixiviação foi realizada considerando-se os principais fatores que afetam a lixiviabilidade descritos em 2.5.1, assim como testes recomendados por órgãos, como CONAMA no Brasil, EPA nos E.U.A e AFNOR na França.

Os métodos foram selecionados por serem muito utilizados, bem difundidos, exequíveis (considerando-se a periodicidade de trocas de lixiviantes) e finalmente por utilizarem soluções lixiviantes que simulam diferentes cenários de disposição.

Foram selecionados, portanto:

- ✓ dois métodos de lixiviação com extração única, o Toxicity Characteristic Leaching Procedure - TCLP e a norma NBR 10.005 – Lixiviação de Resíduos e
- ✓ dois métodos de lixiviação dinâmicos com sucessivas extrações, o Multiple Extration Procedure – MEP e o Essai de Lixiviation - *X 31-210*.

O QUADRO 3 apresenta as principais características desses métodos.

QUADRO 3

Principais características dos métodos NBR 10.005, TCLP, MEP e X 31-210

Método	Lixivante	Razão L/S	Tamanho máximo de partícula	Nº de lixiviações	Tempo de lixiviação	Comentários
TESTES COM EXTRAÇÃO ÚNICA						
NBR 10.005	Ácido acético 0,1N pH=5,0	20:1	Quebra do monolito usando o teste de integridade estrutural	1	24h	Disposição em aterro sanitário ou co-disposição
TCLP	Ácido acético 0,1N pH=2,9	20:1	< 9,5 mm (trituração)	1	18h	Disposição em aterro sanitário ou co-disposição
TESTES COM EXTRAÇÕES SUCESSIVAS						
MEP	1ª lixiviação: ác. acético 0,1N pH 5,0 2ª lixiviação em diante: chuva ácida pH 3,0	20:1	Quebra do monolito usando o teste de integridade estrutural	10	24h por extração	Simula um aterro projetado inadequadamente, onde o resíduo pode estar em contato com grandes volumes de lixiviante ácido
X 31-210	Água deionizada	10:1	< 4 mm (trituração)	4	16h por extração	Cenário de aterro que recebe apenas um tipo de resíduo, por exemplo, resíduo industrial

As FIG. 11 e 12 mostram os sistemas de agitação utilizados para os testes NBR 10.005 e MEP e para os testes TCLP e X31-210, respectivamente. A FIG. 11 mostra, em detalhe, a rede que foi utilizada como apoio para o corpo-de-prova a fim de evitar o contato deste com o fundo do béquer.

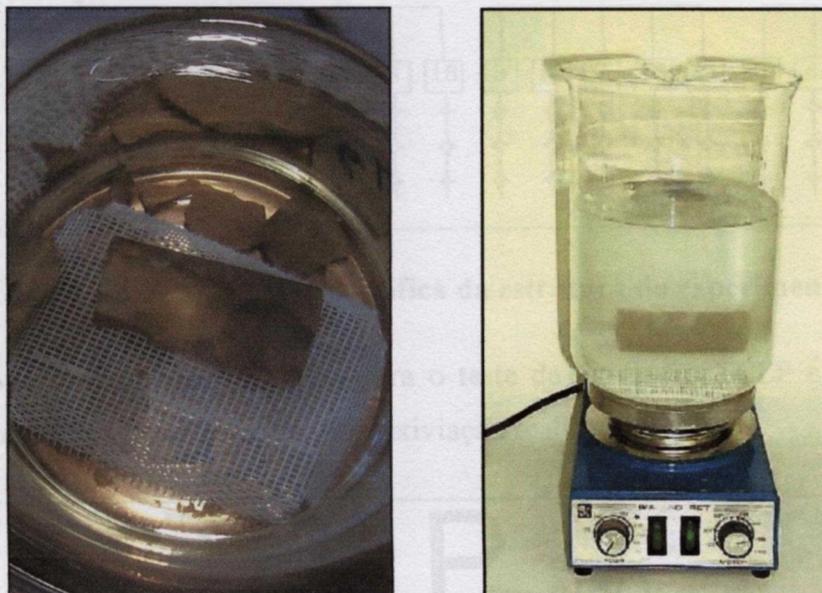


FIGURA 11: Sistema de agitação utilizado para os testes NBR 10.005 e MEP

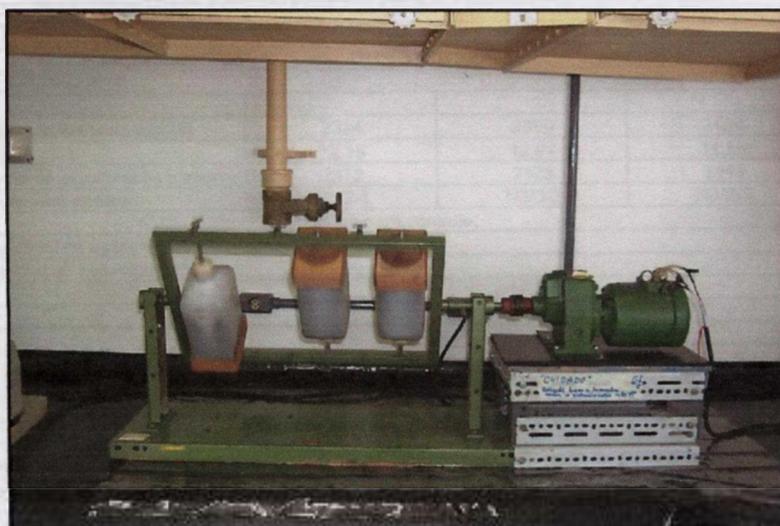


FIGURA 12: Sistema de agitação utilizado para os testes TCLP e X 31-210

3.2.3.2 Execução dos testes de lixiviação

Os testes de lixiviação foram executados conforme representação gráfica apresentada na FIG. 13. O experimento consistiu da preparação de vinte pastas, sendo cinco pastas preparadas para cada uma das quatro normas estudadas e três corpos-de-prova foram confeccionados para

3.2.4 Ferramentas Estatísticas Utilizadas para a Análise dos Dados

A Análise estatística dos dados foi realizada com o objetivo de comparar as normas de lixiviação quanto à liberação dos contaminantes de interesse deste estudo. Para o estudo foram adotadas três abordagens.

A primeira abordagem consistiu basicamente em uma análise descritiva ou exploratória dos dados usando gráficos *Boxplots* (Werkema, 1996_(a)) para cada metal pesado.

Como o experimento envolveu um fator fixo (norma), cujos níveis estão associados a diferentes conjuntos de níveis de um fator aleatório (pastas) a segunda abordagem resumiu-se em uma análise estatística efetuada tendo como base um *Planejamento Hierárquico Balanceado*.

O modelo estatístico empregado no estudo é descrito a seguir.

$$Y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_{j(i)} + \varepsilon_{(ij)k} \quad \begin{cases} i = 1,2,3,4 \\ j = 1,2,3,4,5 \\ k = 1,2,3 \end{cases}$$

onde:

Y_{ijk} é a resposta para a i -ésima norma, j -ésima pasta e k -ésimo corpo-de-prova;

μ é a média global comum a todos os tratamentos;

τ_i é o efeito da i -ésima norma;

$\beta_{j(i)}$ é o efeito da j -ésima pasta aninhada sob a i -ésima norma;

$\varepsilon_{(ij)k}$ é o componente de erro aleatório à Y_{ijk} .

Suposições do modelo:

- Os componentes de erro aleatório ε_{ij} são variáveis aleatórias independentes e identicamente distribuídas com distribuição normal de média zero e variância constante σ^2 (ε_{ij} i.i.d. $N(0, \sigma^2)$);

- Os τ_i são variáveis aleatórias independentes e identicamente distribuídas com distribuição normal de média zero e variância constante σ^2 (τ_i i.i.d. $N(0, \sigma^2)$).

Após a análise de “resíduos” para as medidas originais quando foram encontrados indícios de falta de adequação do modelo selecionado e das suposições a ele associadas, foi feita então uma transformação, que no caso deste estudo foi através do logaritmo natural. O ANEXO D apresenta a verificação das suposições do modelo e a transformação realizada para o metal chumbo (Pb). Este mesmo procedimento estatístico foi utilizado para os outros metais, quando necessário.

As seguintes hipóteses foram testadas:

Ausência de efeitos do fator Normas:

$$H_0 : \tau_1 = \tau_2 = \tau_3 = \tau_4 = 0$$

$$H_1 : \tau_i \neq 0 \text{ para pelo menos um } i$$

Ausência de efeitos do fator Pastas dentro de cada Norma:

$$H_0 : \sigma^2_\beta = 0$$

$$H_1 : \sigma^2_\beta > 0$$

O procedimento adequado para testar estas hipóteses é a *Análise de Variância*, que é amplamente discutida na literatura estatística (Werkema, 1996_(a)). Este procedimento pode ser sumariado na tabela de análise de variância (ANOVA), cujo modelo é apresentado na TAB. 5.

TABELA 5
Análise de Variância (ANOVA)

Fonte de variação	Soma de Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F ₀
Entre tratamentos	SQE	k-1	QME	$F_0 = \frac{QME}{QMR}$
Residual	SQR	k(n-1)	QMR	
Total	SQT	kn-1		

A soma de quadrados entre tratamentos (SQE) é uma medida da variabilidade geral dos dados. Graus de liberdade é uma quantidade que está associada a uma soma de quadrados e representa o número de termos independentes na soma de quadrados. O quadrado médio é o quociente de uma soma de quadrados pelo seu respectivo número de graus de liberdade.

Para avaliar se as médias dos tratamentos, ou o que é equivalente, se as médias das populações associadas a cada tratamento, são diferentes ou não, deve-se comparar as magnitudes de QME e QMR. Através desta comparação é possível avaliar qual porção da variabilidade total dos dados é provocada por mudanças nos níveis do fator e o quanto é explicado pelo acaso. Por meio do quociente QME e QMR é avaliado se as médias dos tratamentos são iguais ou se existe diferença entre elas. Esta razão é representada pelo símbolo F_0 :

$$F_0 = \frac{QME}{QMR}$$

Considera-se que QME é significativamente maior que QMR, se F_0 for superior a $F_{\alpha}(k-1, k(n-1))$. Esta consideração implica na conclusão, ao nível de significância α , que as médias dos tratamentos são diferentes. Os valores $F_{\alpha}(k-1, k(n-1))$ são tabelados (Werkema, 1996^(a): 269) e são valores determinados por pontos na curva de distribuição F, com $(k-1)$ graus de liberdade para o numerador e $k(n-1)$ graus de liberdade para o denominador.

Alternativamente, pode-se usar o p-valor para tomar decisões. O p-valor é definido como sendo a probabilidade de que a estatística de teste tome valores maiores ou iguais ao valor observado, no sentido da rejeição de H_0 , ou seja, o p-valor é o menor nível de significância que levaria à rejeição da hipótese nula H_0 (se $p\text{-valor} < \alpha$, rejeitar H_0).

Os cálculos dos componentes da análise de variância, assim como a construção da tabela ANOVA, foram efetuados por meio da utilização de um programa estatístico MINITAB.

Finalmente foi feita uma terceira abordagem por comparações múltiplas quando foram identificadas diferenças entre as normas (fatores) através do método de comparação de Duncan (vide ANEXO E).

3.2.5 Análises Químicas dos Lixiviados

Para a determinação dos metais pesados nos lixiviados obtidos nos ensaios de lixiviação foi utilizado o método Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado (ICP/AES). É uma técnica de análise multielementar que apresenta excelentes limites de detecção, boa precisão e exatidão e mínimos efeitos de matriz e tornou-se ao longo dos anos uma das técnicas mais versáteis com a possibilidade de análise química de diversos materiais. Estes materiais podem ser rochas, minerais, solos, sedimentos, água, ar, plantas, ligas dentre outros abrangendo áreas como geoquímica, mineralogia, agricultura, ecologia, química, meio

ambiente e todo o setor industrial. Com exceção dos gases nobres, do oxigênio e do nitrogênio praticamente todos os outros elementos da tabela periódica podem ser determinados por ICP/AES.

Para as análises dos metais pesados utilizou-se um equipamento seqüencial da marca SPECTROFLAME modelo FMV 03. A amostra na forma líquida é introduzida no equipamento através de uma bomba peristáltica até o nebulizador que transforma a amostra em aerosol. A amostra, na forma de aerosol, chega à tocha do equipamento onde ocorrem os processos de vaporização, atomização, excitação e emissão dos elementos constituintes da amostra através da fonte de plasma de argônio que atinge temperaturas entre 6000-12000 kelvin. Um monocromador separa e analisa todos os comprimentos de onda dos elementos presentes gerando um espectro que é registrado no computador. Para análise quantitativa uma curva de calibração multielementar é preparada.

Na TAB. 6 são apresentadas as linhas analíticas utilizadas (λ em nm) e os respectivos limites de detecção para cada metal pesado.

TABELA 6
Linhas analíticas e limites de detecção para cada metal pesado

Elemento	Linhas analíticas λ(nm)	Limite de detecção (mg/L)
Cobre (Cu)	324,754	0,005
Cromo (Cr)	267,716	0,005
Cádmio (Cd)	226,502	0,005
Chumbo (Pb)	220,353	0,05
Zinco (Zn)	213,856	0,005

No próximo capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos através da metodologia descrita.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Características da Solução que Simula Resíduo Perigoso

A TAB. 7 apresenta as características físicas da solução que simula resíduo perigoso.

Tabela 7
Características físicas da solução de resíduo

Porcentagem de sólidos totais (%)	Valor de pH	Densidade (g/cm ³)
24,85	1,62	1,252

4.2 Propriedades da Pasta e do Produto

A TAB. 8 apresenta os resultados dos ensaios realizados na pasta contendo resíduo simulado e na pasta controle, bem como a resistência mecânica dos produtos.

TABELA 8
Características da pasta e do produto

Amostras	Relação água/cimento (a/c)	Relação resíduo/cimento (r/c)	Densidade da pasta (g/m ³)	Tempo de pega (h:min)	Viscosidade (Pa.s)	Resistência à compressão (MPa)
Pasta controle	0,54	—	1,75	Inicial: 5:27 Final: 13:00	36	28
Pasta	0,51	0,54	1,99	Inicial: 0:49 Final: 1:26	> 800	43

NOTA: Os valores apresentados foram calculados através da média de seis medidas efetuadas em seis réplicas.

Como observado na TAB. 10 a resistência à compressão do produto final após os 28 dias aumentou, em relação à pasta controle, mostrando que a incorporação deste tipo de resíduo em cimento não prejudicou a qualidade do produto.

Estudos utilizando a técnica de solidificação/estabilização com cimento para a incorporação de resíduos perigosos, com e sem aditivos, apresentam valores de resistência entre 10 a 50 MPa aos 28 e 90 dias de cura (Chamie, 1994; Cláudio, 1987; Zamorani & Serrini, 1992; Hanna, 1990).

De modo geral, os resultados dos ensaios indicaram um produto resistente, homogêneo e com integridade física adequada, pronto para ser submetido ao ensaio de lixiviação visando avaliar o seu grau de periculosidade.

4.3 Apresentação e Análise dos Resultados da Lixiviação

No ANEXO C são apresentados todos os resultados das análises realizadas nos lixiviados procedentes dos ensaios de lixiviação baseados nas normas NBR 10.005, TCLP, MEP e X31-210 para os metais pesados Cu, Cr, Cd, Zn e Pb em *mg do metal por litro de lixiviado*.

4.3.1 Compilação dos Dados

Na TAB. 9 são apresentados os valores médios das concentrações e os desvios padrão para cada metal pesado presente nos lixiviados das cinco réplicas dos ensaios de lixiviação, sendo que para o teste MEP e X31-210 as concentrações dos metais foram obtidas através do somatório das dez e quatro extrações, respectivamente. No caso de valores abaixo do limite de detecção (LD) do método analítico, para fins de cálculo de somatório, considerou-se estes valores iguais ao LD.

TABELA 9
Concentração média dos metais pesados nos lixiviados

Normas	Metais Pesados (mg/L)				
	Cu	Cr	Cd	Pb	Zn
NBR 10.005	0,09 ± 0,04	0,013 ± 0,005	0,13 ± 0,06	1,0 ± 0,6	0,19 ± 0,06
TCLP	0,027 ± 0,013	0,026 ± 0,022	0,043 ± 0,089	0,986 ± 0,889	0,087 ± 0,048
MEP	0,25 ± 0,09	0,17 ± 0,10	0,26 ± 0,09	2,6 ± 1,5	0,41 ± 0,09
X31-210	0,06 ± 0,02	0,03 ± 0,02	0,021 ± 0,003	47 ± 13	0,18 ± 0,06

Para os ensaios realizados nos corpos-de-prova da pasta controle, os valores de lixiviação ficaram abaixo dos limites de detecção do método analítico, com relação aos metais pesados de interesse deste trabalho.

A fim de determinar a variabilidade dos resultados apresentados na TAB. 9 utilizou-se em termos relativos o coeficiente de variação (CV) (Werkema 1996^(b)) que é expresso pela equação:

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} = \frac{\text{desvio padrão}}{\text{média}}$$

A TAB. 10 apresenta esses coeficientes de variação.

TABELA 10
Coeficientes de variação (CV) para as concentrações dos metais pesados

Normas	Metais Pesados				
	Cu	Cr	Cd	Pb	Zn
NBR 10.005	44	38	46	60	55
TCLP	48	84	206	90	55
MEP	36	59	35	58	22
X 31-210	33	66	14	28	33

Conforme apresentado na TAB. 10 observa-se, que em geral, os testes estáticos (NBR 10.005 e TCLP) apresentaram maiores variações que os testes dinâmicos (MEP e X 31-210). Nota-se que no teste TCLP houve uma variação muito elevada para o cádmio. Entre os testes dinâmicos o teste X 31-210 apresentou, em geral, menor variação.

Shiveley et al (1986), em estudo realizado com resíduos perigosos solidificados/estabilizados submetidos a diferentes testes de lixiviação dinâmicos, obtiveram resultados de desvios padrão relativos na faixa de 2,0 a 60%. Ele atribuiu estas variações às características de homogeneidade dos produtos.

A norma NBR 10.005 adota o teste de integridade estrutural para promover a quebra da amostra podendo acontecer de a amostra permanecer intacta ou ser quebrada de formas diferentes, com conseqüentes variações nas concentrações dos constituintes nos lixiviados.

A reprodutibilidade do teste TCLP tem sido avaliada em diversos estudos com conclusões variadas. Williams e colaboradores citados por Perry et al (1992) consideram o método preciso para análises realizadas em um mesmo laboratório se a variabilidade das réplicas não excedem a 25% do desvio padrão relativo.

Apesar de esse método eliminar a opção de integridade estrutural ainda não corrige falhas na metodologia. Uma das principais causas colocada está no procedimento de trituração da amostra que determina o tamanho máximo da partícula, mas não o mínimo nem a distribuição do tamanho (Garrett et al, 1984; Conner, 1990).

É interessante observar que o efeito da trituração sobre o aumento da lixiviação para os metais pesados de forma geral foi notadamente diferente nos testes TCLP e no teste X31-210, nos quais é utilizado esse procedimento. É possível que as diferentes razões L/S e o número de extrações empregados nos testes tenham influenciado esse processo.

Van der Sloot et al. (2000) observaram, em um resíduo incorporado em agregado, que o efeito da trituração sobre o aumento da lixiviação foi relativamente pequeno em razões L/S mais elevadas e sugeriu que a natureza dos poros do agregado tivesse relação direta com o atraso relativo na liberação dos constituintes para os lixiviados.

Conforme apresentado na TAB. 9 de maneira geral os metais cádmio, chumbo e cromo foram liberados nos lixiviados em concentrações inferiores aos limites máximos recomendados pela NBR 10.004, respectivamente 0,5 mg/L, 5,0 mg/L e 5,0 mg/L, com exceção do chumbo no teste francês X 31-210. Embora compostos de zinco e cobre apresentem risco à saúde e fácil mobilidade, estes metais não constam da listagem 7 da NBR 10.004. No entanto, com base nos limites de potabilidade da água que, no caso do Zn é 5,0 mg/L e do Cu é 2 mg/L, em todos os lixiviados esses metais apresentaram concentrações bem abaixo desses valores.

Esses comportamentos são melhores visualizados através das FIG. 15, 16, 17, 18 e 19 que apresentam gráficos, nos quais são exibidas as liberações de cada metal pesado nos lixiviados das normas NBR 10.005, MEP, TCLP e X31-210.

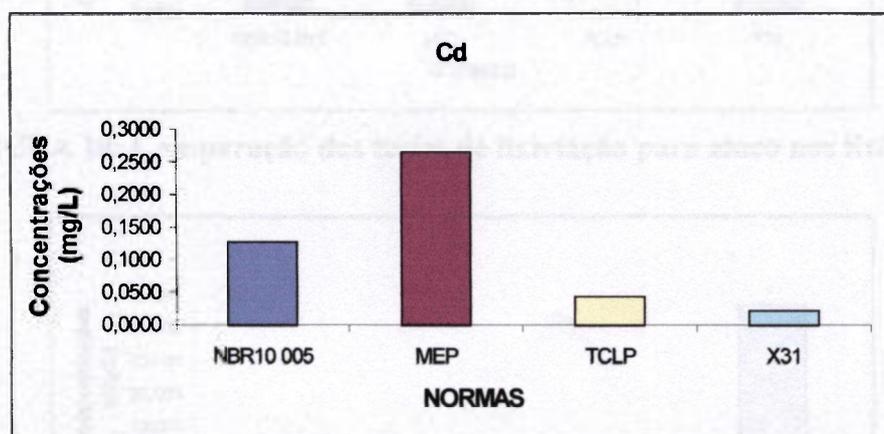


FIGURA 15 Comparação dos testes de lixiviação para cádmio nos lixiviados

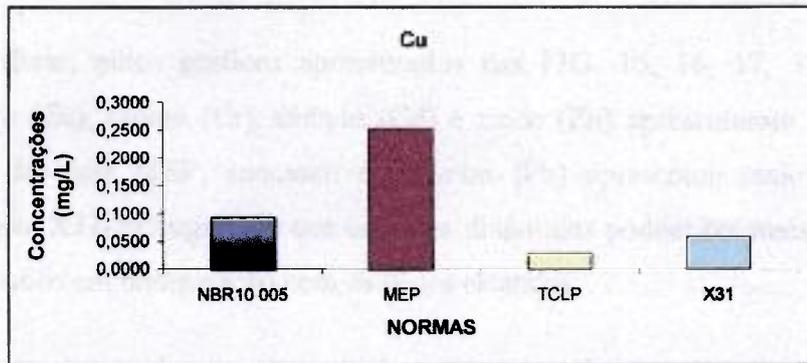


FIGURA 16: Comparação dos testes de lixiviação para cobre nos lixiviados

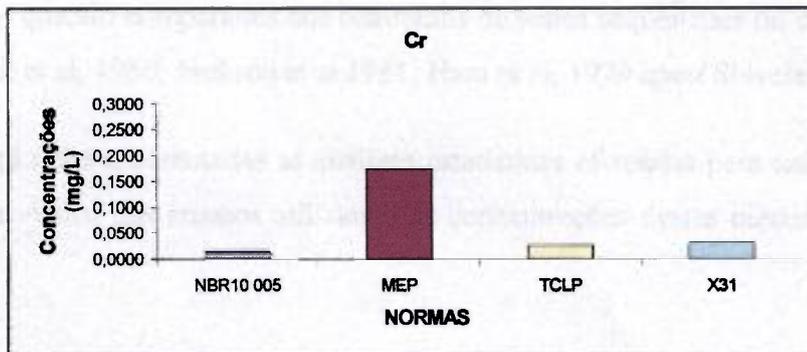


FIGURA 17: Comparação dos testes de lixiviação para cromo nos lixiviados

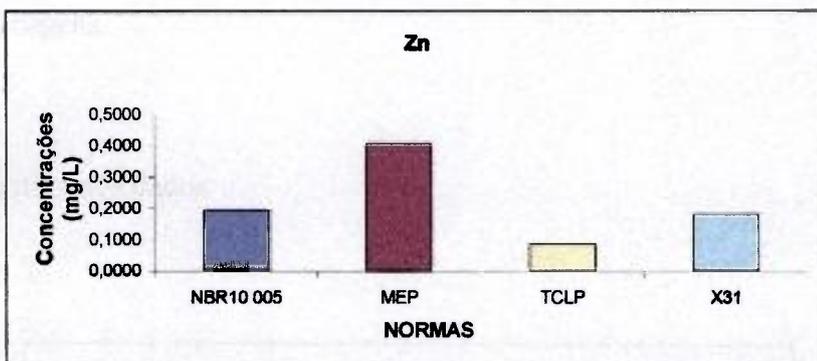


FIGURA 18: Comparação dos testes de lixiviação para zinco nos lixiviados

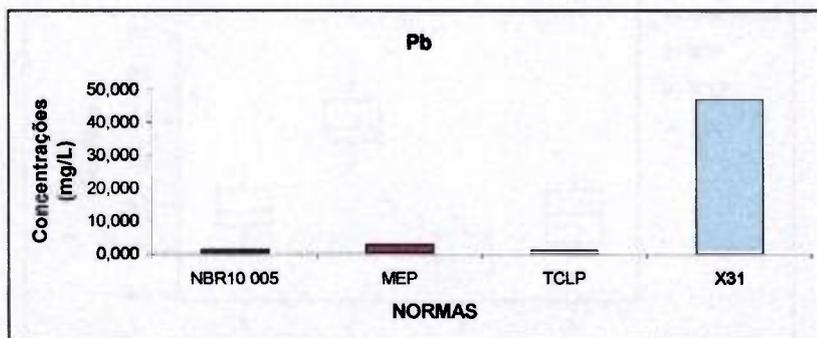


FIGURA 19: Comparação dos testes de lixiviação para chumbo nos lixiviados

É possível verificar, pelos gráficos apresentados nas FIG. 15, 16, 17, 18 e 19 que os elementos cobre (Cu), cromo (Cr), cádmio (Cd) e zinco (Zn) apresentaram maior liberação nos lixiviados do teste MEP, enquanto o chumbo (Pb) apresentou maior liberação nos lixiviados do teste X31-21 sugerindo que os testes dinâmicos podem ser mais restritivos para estes metais pesados em comparação com os testes estáticos.

Vários estudos têm mostrado que os resultados em termos da concentração e composição de metais em lixiviados obtidos através de testes estáticos podem apresentar comportamentos muito diferentes quando comparados aos resultados de testes seqüenciais ou dinâmicos (Poon et al, 1985; Sack et al, 1980; Jackson et al 1981; Ham et al, 1979 *apud* Shiveley, 1986).

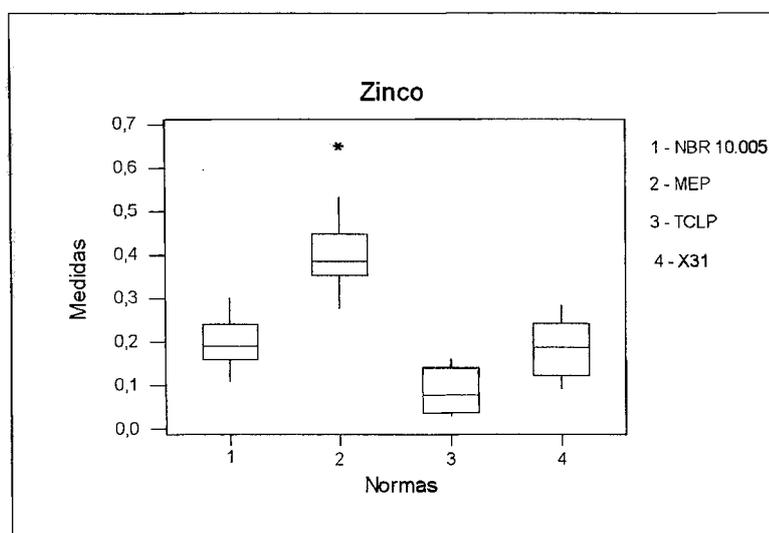
Na próxima seção são apresentadas as análises estatísticas efetuadas para cada metal pesado presente nos lixiviados dos ensaios utilizando as concentrações destes metais como medidas nos cálculos.

4.3.2 Análise Estatística dos Dados

A análise estatística aqui apresentada foi realizada conforme a metodologia descrita em 3.2.4 para as três abordagens.

4.3.2.1 Zinco

a) Análise descritiva dos dados



NOTA: * valor atípico

FIGURA 20: Boxplots estratificados por normas para o Zn

A FIG. 20 apresenta as medidas das concentrações de zinco, bem como o valor médio dessas concentrações para as normas NBR 10.005 (1), MEP (2), TCLP (3) e a X31-210 (4). De acordo com essa figura observa-se que existe uma variabilidade entre as normas. O maior valor médio da concentração de zinco foi encontrando para a norma MEP e o menor para a norma TCLP. Observa-se ainda uma semelhança entre as medidas encontradas para as normas NBR 10.005 e X31-210.

b) Planejamento Hierárquico Balanceado

Foi efetuada a análise de variância, após a análise das suposições consideradas para o modelo selecionado:

*Análise de Variância **

Fator	Tipo	Níveis	Valores
Normas	fixo	4	1 2 3 4
Pastas (corpos-de-prova)	aleatório	20	5 1 9 13 17 2 10 14 6 18 3 15 7 19 11 8 4 12 20 16

(*) Gerada pelo MINITAB

A TAB. 11 apresenta a análise de variância efetuada para os dados transformados.

TABELA 11

Análise de Variância para os dados transformados para o Zn

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p-valor
Normas	3	0,7428603	0,247603	20,53	0,000
Pastas	16	0,192943	0,012059	7,97	0,000
Residual	40	0,060524	0,001513		
Total	59	0,996277			

©

Como os p-valores foram menores que o nível de significância de 5% concluiu-se, com 95% de confiança, que as normas são diferentes entre si, assim como as pastas (corpos-de-prova), a partir da análise da tabela de variância (TAB. 13).

c) Comparações múltiplas

Como há evidência, no nível de 5% de significância, que existem diferenças entre as normas, é válido a aplicação do método de comparação de Duncan (vide ANEXO E).

Usando-se o método de Duncan concluiu-se que as normas NBR 10.005 e X31-210 são iguais. A seguinte seqüência pode ser estabelecida:

$$TCLP < NBR10.005 = X31-210 < MEP$$

Isto significa que a quantidade de zinco lixiviada para a norma TCLP é a menor, seguida das normas NBR 10.005 e X31-210 que são iguais, sendo a maior para a norma MEP.

Uma forma gráfica de verificar se há igualdade entre as normas é fazendo a análise de variância para o fator Norma, como apresentado a seguir:

Análise de Variância para as Medidas em relação ao fator Norma

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Norma	3	0,83664	0,27888	62,01	0,000
Residual	56	0,25186	0,00450		
Total	59	1,08850			

Visualização Gráfica

Nível	N	Média	Desvio Padrão	
1	15	0,19533	0,05792	(--*--)
2	15	0,40947	0,09217	(--*--)
3	15	0,08667	0,04802	(--*--)
4	15	0,18120	0,06192	(--*--)

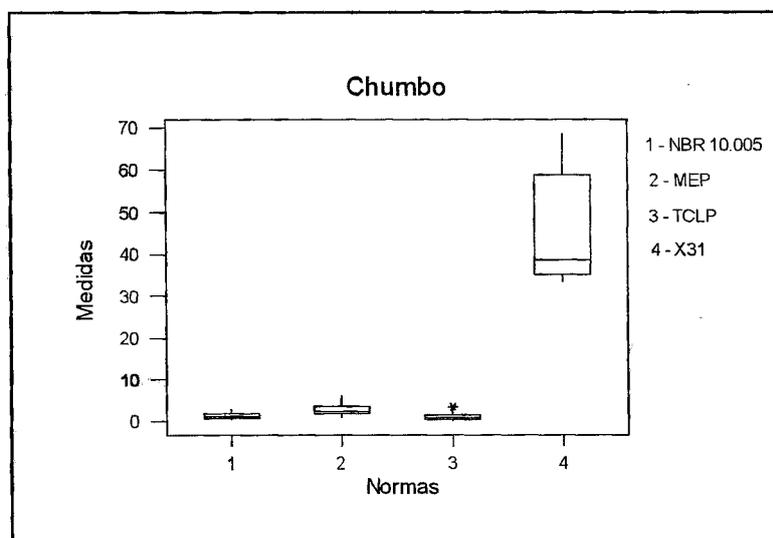
-----+-----+-----+-----+
0,12 0,24 0,36 0,48

No diagrama apresentado na visualização gráfica são apresentados o valor médio e o desvio padrão obtidos de 15 medidas de concentração para as normas: NBR 10.005 (nível 1), MEP (nível 2), TCLP (nível 3) e X31-210 (nível 4). Observa-se que a NBR 10.005 (nível 1) e a X31-210 (nível 4) apresentam valores médios sobrepostos indicando a semelhança existente entre elas. Entretanto, as normas MEP e TCLP não apresentam valores médios sobrepostos indicando que são diferentes. Comprova-se assim o resultado do teste de Duncan, ou seja, a

TCLP apresentou os menores valores, a NBR 10.005 e a X31-210 valores intermediários e a MEP valores mais elevados.

4.3.2.2 Chumbo

a) Análise descritiva dos dados



FUGURA 21: Boxplots estratificados por normas para o Pb

Como apresentado na FIG. 21, aparentemente as medidas de chumbo observadas para as Normas NBR 10.005 (1), MEP (2) e TCLP (3) apresentam-se concentradas em torno dos seus valores médios para os quais não há diferenças significativas. Por outro lado, a Norma X31-210 (4) parece apresentar assimetria (a diferença entre a média e a mediana é maior) e grande diferença para o seu valor médio em relação às outras. Desta forma, devido às discrepâncias observadas para a norma X31-210 (4) que apresentou valores bem diferentes quando comparada com as outras normas foram analisadas estatisticamente as normas NBR 10.005, MEP e TCLP.

b) Planejamento Hierárquico Balanceado

Foram analisadas as normas NBR 10.005, MEP e TCLP e o modelo matemático ajustado neste caso para o chumbo foi:

$$Y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_{j(i)} + \varepsilon_{(ij)k} \quad \begin{cases} i = 1,2,3 \\ j = 1,2,3,4,5 \\ k = 1,2,3 \end{cases}$$

onde:

Y_{ijk} é a resposta para a i-ésima norma, j-ésima pasta e k-ésimo corpo-de-prova;

μ é a média global comum a todos os tratamentos;

τ_i é o efeito da i-ésima norma;

$\beta_{j(i)}$ é o efeito da j-ésima pasta aninhada sob a i-ésima norma;

$\varepsilon_{(ij)k}$ é o componente de erro aleatório à Y_{ijk} .

As hipóteses testadas são as mesmas já descritas na metodologia.

As suposições do modelo selecionado tiveram que ser validadas através da melhor transformação (logaritmo natural), conforme ANEXO D.

*Análise de Variância**

Fator	Tipo	Níveis	Valores
Normas	fixo	3	1 2 3
Pastas (corpos-de-prova)	aleatório	20	5 1 9 13 17 2 10 14 6 18 8 4 12 20 16

(*) Gerada pelo MINITAB

TABELA 12

Análise de Variância para os dados transformados para o Pb

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p-valor
Normas	2	15,6314	7,8157	2,72	0,106
Pastas	12	34,5430	2,8786	25,86	< 0,001
Residual	30	3,3395	0,1113		
Total	44	53,5138			

Como apresentado na tabela de análise de variância (TAB.12) concluiu-se com 95% de confiança que as três normas analisadas (NBR 10.005, MEP e TCLP) não apresentaram diferenças significativas (p-valor > 0,05). Porém há evidências de que existem diferenças entre as pastas (corpos-de-prova) aninhadas sob as normas.

c) Comparações múltiplas

Com 95% de confiança há evidência de que não existem diferenças entre as normas TCLP, NBR 10.005 e MEP não sendo necessário efetuar o método de comparação de Duncan.

Fazendo a análise de variância para o fator Norma para as quatro normas verifica-se que, neste caso, existem diferenças entre as normas. Isto era esperado pois a norma X31-210 foi incluída.

Análise de Variância para as Medidas em relação ao fator Norma

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Norma	3	23191,9	7730,6	177,38	0,000
Residual	56	2440,6	43,6		
Total	59	25632,5			

Visualização Gráfica

Nível	N	Média	Desvio Padrão	
1	15	1,047	0,671	(--*-)
2	15	2,610	1,535	(--*-)
3	15	0,986	0,890	(--*-)
4	15	46,927	13,066	(-*--)

--+-----+-----+-----+-----
0 15 30 45

No diagrama apresentado na visualização gráfica observa-se que as normas NBR 10.005 (nível 1), MEP (nível 2) e TCLP (nível 3) apresentam valores médios sobrepostos indicando igualdade entre elas. Porém, a norma X31-210 (nível 4) apresentou valor médio não sobreposto indicando não haver igualdade com as outras normas, como era esperado.

4.3.2.3 Cromo

a) Análise Descritiva dos Dados

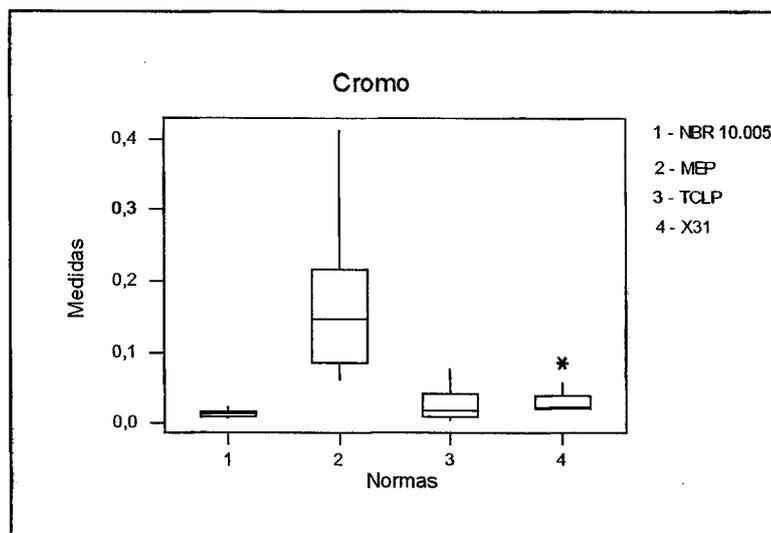


FIGURA 22: *Boxplots* estratificados por normas para o Cr

Conforme apresentado na FIG. 22 o valor médio das concentrações de cromo para a norma MEP é superior aos valores apresentados para as outras normas. Além disso os valores das concentrações desta norma são os que apresentam maior dispersão.

b) Planejamento Hierárquico Balanceado

*Análise de Variância **

Fator	Tipo	Níveis	Valores
Normas	fixo	4	1 2 3 4
Pastas (corpos-de-prova)	aleatório	20	5 1 9 13 17 2 10 14 6 18 3 15 7 19 11 8 4 12 20 16

(*) Gerado pelo MINITAB

TABELA 13

Análise de Variância para os dados transformados para o Cr

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p-valor
Normas	3	9,97167	3,32389	20,66	0,000
Pastas	16	2,57417	0,16089	6,05	0,000
Residual	40	1,06393	0,02660		
Total	59	13,60977			

Como apresentado na TAB. 13 concluiu-se com 95% de confiança que as quatro normas bem como as pastas (corpos-de-prova) apresentam diferenças ($p\text{-valor} < 0,05$).

c) Comparações múltiplas

No nível de 5% de significância há evidência de que existem diferenças entre as normas fazendo com que sejam válidas comparações múltiplas entre elas através do método de Duncan (vide ANEXO E).

Os resultados deste método permitiram concluir que as normas NBR 10.005, TCLP e X31-210 são iguais e menores que a norma MEP. A seguinte seqüência crescente pode ser estabelecida:

$$NBR10.005 = TCLP = X31 - 210 < MEP$$

Isto é, a quantidade de cromo lixiviada é menor e igual nas normas NBR 10.005, TCLP e X31-210 e maior para a norma MEP.

Utilizando a análise de variância para o fator Norma o resultado de $p\text{-valor}$ apresentado (menor que 0,05) indica que há evidência de que existem diferenças entre as normas.

Análise de Variância para as Medidas em relação ao fator Norma

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Norma	3	0,25447	0,08482	28,48	0,000
Residual	56	0,16677	0,00298		
Total	59	0,42124			

Visualização Gráfica

Nível	N	Média	Desvio Padrão	
1	15	0,01327	0,00491	(---*---)
2	15	0,17307	0,10501	(----*----)
3	15	0,02580	0,02201	(---*---)
4	15	0,03120	0,01940	(----*----)

---+-----+-----+-----+---
0,000 0,060 0,120 0,180

Conforme observado no diagrama valores médios das normas NBR 10.005 (nível 1), TCLP (nível 3) e X31-210 (nível 4) estão sobrepostos indicando igualdade entre elas. Porém para a MEP (nível 2) os valores médios não se sobrepõem indicando não haver igualdade com as outras normas.

4.3.2.4 Cádmiu

a) Análise descritiva dos dados

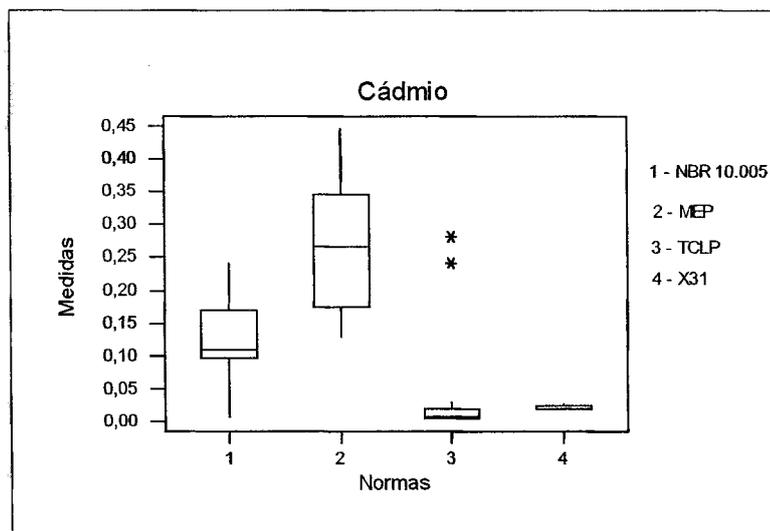


FIGURA 23: *Boxplots* estratificados por normas para o Cd

Conforme apresentado na FIG. 23 verifica-se que a norma NBR 10.005 (1) possui maior assimetria. A distância inter-quartilica é menor na norma X31-210 (4), possuindo, portanto, menor variabilidade.

b) Planejamento Hierárquico Balanceado

*Análise de Variância**

Fator	Tipo	Níveis	Valores
Normas	fixo	4	1 2 3 4
Pastas (corpos-de-prova)	aleatório	20	5 1 9 13 17 2 10 14 6 18 3 15 7 19 11 8 4 12 20 16

©

(*) Gerada pelo MINITAB

TABELA 14

Análise de Variância para os dados transformados para o Cd

Fonte de variação	Graus de Liberdade	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p-valor
Normas	3	0,549308	0,183103	25,04	0,000
Pastas	16	0,116980	0,007311	2,00	0,038
Residual	40	0,146205	0,003655		
Total	59	0,812492			

Através da tabela de variância (TAB. 14) concluiu-se com 95% de confiança que as quatro normas, bem como as pastas (corpos-de-prova) apresentam diferenças ($p\text{-valor} < 0,05$).

c) Comparações múltiplas

Com 95% de confiança há evidência de que existem diferenças entre as normas fazendo com que sejam válidas comparações múltiplas entre elas através do método de Duncan (vide ANEXO E).

Conclui-se, pelo método de Duncan, que as normas TCLP e X31-210 são iguais. A seguinte seqüência pode ser estabelecida:

$$X31-210 = TCLP < NBR10.005 < MEP$$

Fazendo a análise de variância para o fator Norma o p-valor obtido é menor que 0,05, portanto há evidência de que existem diferenças entre as normas para o cádmio.

Análise de Variância para as Medidas em relação ao fator Norma

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Norma	3	0,54931	0,18310	38,96	0,000
Residual	56	0,26318	0,00470		
Total	59	0,81249			

O diagrama apresentado na visualização gráfica mostra que as normas TCLP (nível 3) e X31-210 (nível 4) apresentam valores médios sobrepostos indicando semelhança entre elas e são responsáveis pelos valores menores. O maior valor encontrado foi para a MEP (nível 2), sendo a NBR 10.005 (nível 1) responsável pelo valor intermediário. ⑥

Visualização Gráfica

Nível	N	Média	Desvio Padrão	
1	15	0,12733	0,05833	(---*--)
2	15	0,26520	0,08675	(---*--)
3	15	0,04307	0,08868	(--*---)
4	15	0,02153	0,00256	(--*---)

--+-----+-----+-----+-----
0,00 0,10 0,20 0,30

4.3.2.5 Cobre

a) Análise descritiva dos dados

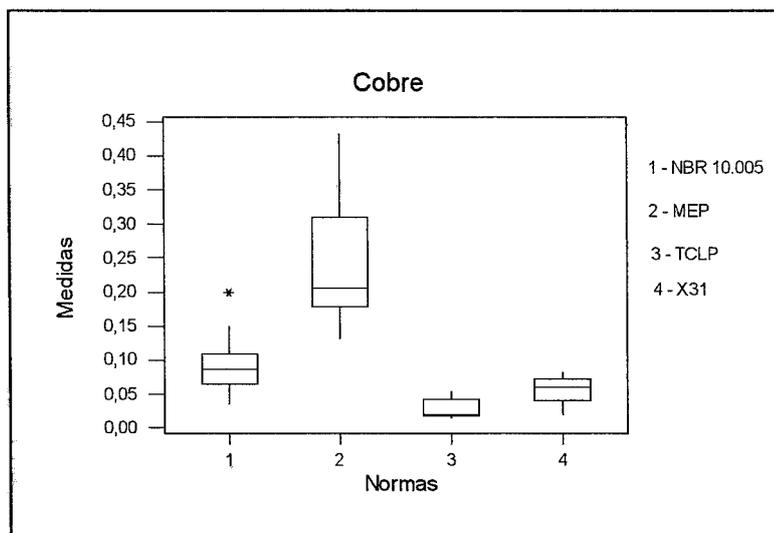


FIGURA 24: *Boxplots* estratificados por normas para o Cu

A norma MEP (2) apresenta maior variabilidade e suas medidas também são de maior valor, conforme mostra a FIG. 24. As outras normas apresentam variabilidade semelhante.

b) Planejamento Hierárquico Balanceado

*Análise de Variância**

Fator	Tipo	Níveis	Valores
Normas	fixo	4	1 2 3 4
Pastas	fixo	20	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20

(*) Gerada pelo MINITAB

TABELA 15

Análise de Variância para os dados transformados para o Cu

Fonte de variação	Graus de Liberdade	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p-valor
Normas	3	0,899057	0,299686	195,14	0,000
Pastas	16	0,177089	0,011068	7,21	0,000
Residual	40	0,061430	0,001536		
Total	59	1,137577			

Analisando os valores apresentados na tabela de variância (TAB. 15) conclui-se com 95% de confiança que existem diferenças nas medidas das concentrações de cobre. Também existe alguma diferença entre as pastas (corpos-de-prova).

c) Comparações múltiplas

Através do método de Duncan a seguinte seqüência pode ser estabelecida:

$$TCLP < X31 - 210 < NBR10.005 < MEP$$

A análise de variância para as medidas em relação ao fator Norma indica que há evidência de que existem diferenças entre as normas para o cobre.

Análise de Variância para as Medidas em relação ao fator Norma

Fonte	GL	SQ	QM	F	P
Norma	3	0,45888	0,15296	55,14	0,000
Residual	56	0,15533	0,00277		
Total	59	0,61421			

Visualização Gráfica

Nível	N	Média	Desvio Padrão	
1	15	0,09260	0,04373	(---*--)
2	15	0,25420	0,09312	(---*--)
3	15	0,02733	0,01348	(--*---)
4	15	0,05827	0,01813	(--*---)

-----+-----+-----+-----
0,080 0,160 0,240

O diagrama apresentado na visualização gráfica indica que há diferenças entre as quatro normas uma vez que não há sobreposição dos valores médios das concentrações de cobre. A norma TCLP (nível 3) exibe o menor valor, a norma X31-210 (nível 4) e a NBR 10.005 (nível 1) exibem valores intermediários e finalmente a MEP (nível 2) exibe o maior valor.

4.3.3 Resumo Comparativo do Estudo Estatístico

O QUADRO 4 apresenta, de forma comparativa, para cada metal pesado, a quantidade lixiviada em ordem crescente para as quatro normas de lixiviação, de acordo com a análise estatística que foi realizada anteriormente.

QUADRO 4

Comparação entre as normas de lixiviação TCLP, NBR 10.005, MEP e X31-210

Metais Pesados	Comparação entre as normas
Zinco	TCLP < NBR 10.005 = X31-210 < MEP
Chumbo	TCLP = NBR 10.005 = MEP << X31-210
Cromo	TCLP = NBR 10.005 = X31-210 < MEP
Cádmio	TCLP = X31-210 < NBR 10.005 < MEP
Cobre	TCLP < X31-210 < NBR 10.005 < MEP

Pode ser observado no QUADRO 4 que o comportamento de cada metal pesado foi diferente para cada norma de lixiviação utilizada, confirmando as observações que foram feitas em 4.3.1.

O chumbo apresentou maior liberação quando foi submetido à norma de lixiviação francesa X31-210, enquanto que os metais Cu, Cr, Cd e Zn apresentaram maior liberação quando foram submetidos à norma MEP, lembrando que ambas são dinâmicas. Estes resultados estão de acordo com aqueles apresentados em 4.3.1.

5 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

A partir dos resultados obtidos nos experimentos realizados conclui-se que:

- A quantidade de chumbo lixiviada utilizando a norma francesa Essai de Lixiviation - X 31-210 indica uma maior possibilidade de liberação deste metal em um cenário de disposição de aterro industrial. A água deionizada, utilizada como líquido lixiviante nesta norma mostrou ser mais agressiva para este metal do que os ácidos usados nos outros testes. Isto está de acordo com alguns pesquisadores que afirmam que quando se utiliza água pura como líquido lixiviante o meio se torna mais agressivo para metais específicos podendo ser parcialmente ou totalmente solubilizados. Então, para resíduos contendo compostos de chumbo deve-se utilizar esta norma.
- A norma de lixiviação dinâmica Multiple Extraction Procedure - MEP (EPA) pode ser mais restritiva, mais severa para os outros metais estudados (cobre, cádmio, cromo e zinco) do que as normas NBR 10.005 (ABNT), Toxicity Characteristic Leaching Procedure - TCLP (EPA) e a X31-210 (AFNOR), uma vez que apresentou liberações maiores destes metais. Isto indica que esta norma deve ser utilizada para cenários onde os resíduos podem estar sujeitos a grandes volumes de lixiviante ácido a fim de garantir a proteção do meio ambiente.
- O comportamento apresentado pelos metais estudados está diretamente relacionado com as diferentes condições de lixiviação inerentes de cada norma, que por sua vez, estão ligados a um determinado cenário de disposição.
- Constatou-se que é fundamental a seleção adequada de testes de lixiviação para avaliar a qualidade de um resíduo perigoso solidificado/estabilizado com cimento de acordo com um cenário de disposição para evitar riscos à saúde e ao meio ambiente.
- O banco de dados formado com os resultados deste estudo pode contribuir para a devida compreensão da técnica de solidificação/estabilização com cimento reduzindo, desta forma, custos associados aos testes ambientais dando ênfase aos constituintes perigosos mais importantes a serem medidos e aos parâmetros a serem avaliados.

5.1 Recomendações para Trabalhos Futuros

Considerando a diversidade de resíduos industriais perigosos existentes, bem como a complexidade dos mecanismos que envolvem o processo de lixiviação, o estudo desenvolvido nesta dissertação poderá ser desdobrado em outros trabalhos, destacando-se:

- Aplicação deste estudo para resíduos cimentados contendo matéria orgânica.
- Estudo dos mecanismos de lixiviação do resíduo cimentado contendo metais tóxicos submetido a dois ou mais testes de lixiviação, através do uso de técnicas de análises de microestruturas, como a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Difração de Raios - X.

Além disso, os resultados apresentados neste estudo podem prover subsídios para:

- Revisão e aprimoramento da norma brasileira NBR 10.005/1987 - Lixiviação de Resíduos para abranger os casos estudados.
- Certificação do processo de solidificação/estabilização (S/E) com cimento para resíduos específicos.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES, Fernando. Resíduos industriais. As soluções existem. Por que o problema persiste? *Saneamento Ambiental*, n. 46, p. 16-28. 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 5.732 Cimento Portland Comum*. Rio de Janeiro: 1991. 63 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 10.004. Resíduos Sólidos. Classificação*. Rio de Janeiro: 1987. 63 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 10.005: Lixiviação de Resíduos*. Rio de Janeiro: 1987. 10 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 10.006: Solubilização de Resíduos*. Rio de Janeiro: 1987. 2 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 10.157: Aterros de Resíduos Perigosos – Critérios para projetos, construção e operação*. Rio de Janeiro: 1987. 22 p.

ASSOCIATION FRANÇAISE DE NORMALIZATION. *XPX31-210 Essai de Lixiviation*. Paris: 1998. 16p.

BAPTISTA, W. C. *Avaliação da norma de classificação de resíduos sólidos – NBR 10.004/87 da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT e o seu processo de revisão*. Belo Horizonte: 2001. 100 f. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) - Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Minas Gerais.

BHATTY, M. S. Y. *Fixation of metallic ions in Portland cement*. SUPERFUND '87: 140-145, 1987. *apud* CONNER, J.R. *Chemical fixation and solidification of hazardous waste*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. p.165.

BISHOP, P. L. Leaching of inorganic hazardous constituents from stabilized/solidified hazardous wastes. *Hazardous Wastes Hazardous Mater.* v. 5, n. 2, p. 129-143, 1988. *apud* CONNER, J.R. *Chemical fixation and solidification of hazardous waste*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. p.118. ©

BRASIL. Ministério da Saúde. Portaria Nº 1.469, de 29 de dezembro de 2000. Norma de qualidade da Água para Consumo Humano. Diário Oficial, Brasília, DF, 19 fevereiro 2001.

BRUNER, P. H.; BACCINI, P. The generation of hazardous waste by MSW-incineration calls for new concepts in thermal waste treatment. U.S. EPA, Cincinnati, 343-350, 1988 *apud* CONNER, JR. *Chemical fixation and solidification of hazardous waste*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. p. 139.

CHAMIE, S. L. *Encapsulamento de resíduos de lamas galvânicas através da solidificação em matrizes de cimento*. São Paulo:1994. 244 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

CLÁUDIO, Jair Rosa. *Resíduos sólidos: solidificação de lamas galvânicas com cimentos*. São Paulo: 1987. 258 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE – CONAMA. Resolução Nº 005, de 5 de Agosto de 1993.

CONNER, J.R. *Chemical fixation and solidification of hazardous waste*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. 692 p.

CÔTÉ, P. L.; HAMILTON, D. P. *Evaluation of pollutant release from solidified aqueous wastes using a dynamic leaching test*. In: HAZARDOUS WASTES AND ENVIRONMENTAL EMERGENCIAS CONFERENCE. 1984. *Proceedings...* : [s.n.], 1984. p. 302-308. *apud* CONNER, J.R. *Chemical fixation and solidification of hazardous waste*. Ed. Van Nostrand Reinhold. New York: 1990. p. 122.

FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE. *Inventário de resíduos sólidos industriais*. Belo Horizonte: FEAM, 2002. 2p.

GARRETT, B. C.; et al. *Solid waste leaching procedure*. Cincinnati: Municipal Environmental Research Laboratory; Battelle Columbus Laboratories, 1984. 52 p. (Draft – Technical Resource Document for Public comment – SW-924).

GIRALDELLI, M. A. *Alguns aspectos sobre a utilização de cimento Portland como matriz para imobilização de rejeitos radioativos*. São Paulo: 1980. 145 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear)- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo.

GROOT, G. J.; VAN DER SLOOT, H. A. Determination of leaching characteristics of waste materials leading to environmental product certification. *Stabilization and Solidification of Hazardous, Radioactive, and Mixed Wastes*, v. 2, p. 149-170, 1992.

HAM, R. K. et al. *Comparison of three waste leaching tests*. EPA, 1979 (EPA 600/2-79-071), Cincinnati *apud* SHIVELEY, W.; BISHOP, P.; BROWN, T. Leaching tests of heavy metals stabilized with portland cement. *Journal of the Water Pollution Control Federation*. v. 58, n 3, p. 234-241, 1986.

HANNA, R. A. *Estudo em escala de laboratório da fixação de metais em matriz de cimento tendo em vista a disposição final de resíduos industriais perigosos*. São Paulo:1990. 68 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *Improved cement solidification of low and intermediate level radioactive wastes*. Vienna: AIEA, 1993. 110 p. (Technical Reports Series, 350). ©

JACKSON, K. et al. Comparison of three solid waste batch leach testing methods and a column leach testing method. In: *Hazardous Solid Waste Testing: First Conference*. Philadelphia, ASTM, 1981. p. 83 (STP 760) *apud* SHIVELEY, W.; BISHOP, P.; BROWN, T. Leaching tests of heavy metals stabilized with portland cement. *Journal of the Water Pollution Control Federation*, v. 58, n. 3, p. 234-241, 1986.

JIRKA et al. *Factors affecting EP toxicity metals results*. In: PROCEEDINGS 3d ANNUAL SYMPOSIUM SOLID WASTE TESTING AND QUALITY ASSURANCE 1: 1987 *apud* CONNER, J.R. *Chemical fixation and solidification of hazardous waste*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. p. 135.

JONES, G. et al. *Dictionary of environmental science* New York: Harper Collins, 1990. p.212.

LANGE, L. C. et al. A tecnologia da solidificação/estabilização aplicada ao tratamento de resíduos sólidos industriais. *Engenharia Sanitária e Ambiental*, v.3, n.1, p. 55-66, 1998.

LANGE, L. C. et al. *Carbonation of cement-solidified hazardous waste*. London: 1996. 231 f. Tese (Doctor of Philosophy in the Faculty of Engineering) – Engineering Department, University of London.

LEWIN, K. et al. *Leaching tests for assessment of contaminated land: interim NRA guidance*. Almondsbury: National Rivers Authority, 1994. 39 p. (R & D Note 301).

MEANS, J. L. et al. *The application of solidification/stabilization to waste materials*. Boca Raton: Lewis Publishers, 1995. 334 p.

PERRY, K. J.; PRANGE, N. E.; GARVEY, W. F. Long-term leaching performance for commercially stabilized waste. *Stabilization and solidification of Hazardous, Radioactive, and Mixed Wastes*, v. 2, p. 242-251, 1992.

POON, C. S. et al. Mechanisms of metal fixation and leaching by cement based fixation processes. *Waste management Research*, v. 3, p. 127, 1985 *apud* SHIVELEY, W.; BISHOP, P.; BROWN, T. Leaching tests of heavy metals stabilized with portland cement. *Journal of the Water Pollution Control Federation*, v. 58, n. 3, p. 234-241, 1986.

ROCCA, A.C.C. et al. *Resíduos sólidos industriais*. CETESB. 2ª Ed. São Paulo: 1993. p. 110-113.

SACK, W. A. et al. Evaluation of fly ash leachability using batch leaching procedures. In: *Hazardous Solid Waste Testing: First Conference*. Philadelphia, ASTM, 1980. p. 61 (STP 760) *apud* SHIVELEY, W.; BISHOP, P.; BROWN, T. Leaching tests of heavy metals stabilized with Portland cement. *Journal of the Water Pollution Control Federation*, v. 58, n. 3, p. 234-241, 1986.

SHIVELEY, W.; BISHOP, P.; BROWN, T. Leaching tests of heavy metals stabilized with portland cement. *Journal of the Water Pollution Control Federation*, v. 58, n. 3, p. 234-241, 1986.

SILVA, E. M. P. *Estudo teórico do comportamento químico de alguns radionuclídeos no produto cimentado*. Belo Horizonte: 1997. 94 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Técnicas Nucleares) - Departamento de Ciências e Técnicas Nucleares, Universidade Federal de Minas Gerais.

SITTIG, M. *Pollutant removal handbook*. Park Ridge, NJ: Noyes Data Corp., 1973 *apud* CONNER, J.R. *Chemical Fixation and Solidification of Hazardous Waste*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. p. 116.

STAM – Simpósio de Tecnologia Ambiental – Encontro, Parque Barigui, Curitiba: 1997 *apud* LANGE, L. C. et al. A tecnologia da solidificação/estabilização aplicada ao tratamento de resíduos sólidos industriais. *Engenharia Sanitária e Ambiental*, v.3, n.1, p. 55-66, 1998. ©

TELLO, C. C. *Avaliação de Bentonitas Nacionais como Aditivo na Cimentação de Rejeitos Radioativos*. Belo Horizonte: 1989^(a). 142 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Técnicas Nucleares) - Departamento de Engenharia Nuclear, Universidade Federal de Minas Gerais.

TELLO, C. C. O. Cimentação: Uma opção para o tratamento de rejeitos tóxicos. In: 40 CONGRESSO BRASILEIRO DE CIMENTO, 40, 19-29 nov. 1996, São Paulo. *Anais....* São Paulo: Associação Brasileira de Cimento Portland, 1996^(a). v.2, p. 549-564.

TELLO, C. C. O. *Determinação de viscosidade em argamassa de cimento contendo rejeitos*. Belo Horizonte: CDTN, 1996^(b) (RT(CT3) CDTN-0295).

TELLO, C. C. O. *Ensaio de resistência a compressão em corpos-de-prova de cimento, bentonita e rejeito*. Belo Horizonte: Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, 1989^(b). (TQ-042).

TELLO, C. C. O. *Ensaio para determinação do tempo de pega de misturas de cimento, bentonita e rejeito simulado*. Belo Horizonte: CDTN, 1989^(c) (TQ. 047).

TELLO, C. C. O. *Preparação de argamassas e corpos-de-prova de cimento contendo bentonita e rejeito simulado*. Belo Horizonte: CDTN, 1995 (RT (CT3) CDTN 0186)

U.S. EPA TEST METHODS FOR EVALUATING SOLID WASTE. *Extraction Procedure (EP) Toxicity Test*. Method 1310. Revision 1, 1992^(a). 18 p. Physical/Chemical Methods SW-846.

U.S. EPA TEST METHODS FOR EVALUATING SOLID WASTE. *Multiple Extration Procedure (MEP)*: Method 1320. Revision 0, 1986. 4 p. Physical/Chemical Methods SW-846.

U.S. EPA TEST METHODS FOR EVALUATING SOLID WASTE. *Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)*: Method 1311. Revision 0, 1992^(b). 35 p. Physical/Chemical Methods SW-846.

VAN DER SLOOT, H. A et al. Leaching behaviour of synthetic aggregates. In: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE SCIENCE AND ENGINEERING OF RECYCLING FOR ENVIRONMENTAL PROTECTION, Harrogate, UK, 31 May, 1-2 June 2000. *Proceedings...* New York: Elsevier, 2000. p. 695-706.

WERKEMA, M. C. C.; AGUIAR, S.; DRUMOND, F. B. *Análise de variâncias: comparação de várias situações*. Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni – Universidade Federal de Minas Gerais, 1996^(a). 302 p. (Ferramentas da Qualidade, 6).

WERKEMA, M. C. C.; AGUIAR, S. *Ferramentas estatísticas básicas para o gerenciamento de processos*. Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni – Universidade Federal de Minas Gerais, 1996^(b). 384 p. (Ferramentas da Qualidade, 2).

WILES, Carlton C.; BARTH, Edwin. Solidification/stabilization: is it always appropriate? *Stabilization and Solidification of Hazardous, Radioactive, and Mixed Wastes*, v. 2, p. 18-32, 1992.

WILLIAMS, L. R. et al. *Single-laboratory evaluation of mobility procedure for solid waste. Environmental monitoring systems laboratory*. Las Vegas: Office of Research and Development, Environmental Protection Agenc. undated. *apud* PERRY, K. J.; PRANGE, N. E.; GARVEY, W. F. Long-term leaching performance for commercially stabilized waste. *Stabilization and solidification of Hazardous, Radioactive, and Mixed Wastes*. v. 2, p. 242-251, 1992. ©

ZAMORANI, E.; SERRINI, G. Stabilization of hazardous inorganic waste in cement-based matrices. In: CEMENT INDUSTRY SOLUTIONS TO WASTE MANAGMENT, 1992, Alberta. *Proceedings of the First International Symposium*. Alberta: n.0, 1992. p.373-382.

ANEXO A

Fichas de Acompanhamento da Preparação das Pastas

Data: 01 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 23

Umidade (%): 74

Hora inicial :

Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
18,0	1	6,5

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 415,0
Hora inicial :	Hora final :
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 1	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	35,0	3,4	7,3	161,3	160,1	124,7	-	124,2
	2	40,4	3,3	7,0	160,2	159,2	118,5	-	117,8
	3	41,0	3,4	7,2	164,7	163,3	121,8	-	121,1

Água livre / cimento (a/c): 40,8

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,57

Data: 01 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 23
Umidade (%): 74

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	12,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.: Pastosa	Massa total da pasta (g): 418,0
Hora inicial : Hora final :	
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 2	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	36,4	3,4	7,2	160,0	158,7	121,8	-	121,3
	2	38,5	3,3	7,1	164,5	163,0	124,2	-	123,7
	3	35,7	3,4	7,2	161,0	159,8	123,7	-	123,1

Água livre / cimento (a/c):

40,8

Rejeito/Pasta em (v/v):

0,56

Data: 02 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (° C):
Umidade (%):

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	12,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.: Pastosa	Massa total da pasta (g): 420,4
Hora inicial : 14:00 Hora final : 14:05	
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 4	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	34,4	3,4	7,2	123,8	159,3	158,1	-	123,4
	2	34,2	3,3	7,0	122,1	157,4	156,3	-	121,7
	3	34,9	3,3	7,1	122,0	158,2	157,0	-	121,5

Água livre / cimento (a/c):

40,8

Rejeito/Pasta em (v/v):

0,57

Data: 03 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 23
 Umidade (%): 74

Hora inicial : _____ Hora final : _____

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	12,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 419,4
Hora inicial : 13:30 Hora final : 13:35	
Tempo de mistura :	

Processo: Colocar 7,5g de Ca(OH)₂ e agitar manualmente por 1 minuto depois colocar mais 7,5g de Ca(OH)₂ num total de 15g de Ca(OH)₂ até pH12,0.

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 5	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	39,5	3,3	6,9	160,8	161,9	121,4	-	120,9
	2	40,0	3,4	7,1	162,6	165,7	122,7	-	122,2
	3	35,0	3,4	7,1	159,5	160,6	124,7	-	124,2

Água livre / cimento (a/c): 40,8

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,57

Data: 08 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C):

Umidade (%):

Hora inicial: 14:30

Hora final: 14:38

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	12,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 414,0
Hora inicial :	Hora final :
Tempo de mistura : 3 minutos	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 6	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	39,9	3,3	7,3	166,2	-	125,0	-	124,3
	2	35,2	3,3	7,2	162,5	-	125,3	-	124,9
	3	33,7	3,4	7,2	156,6	-	121,0	-	120,5

Água livre / cimento (a/c):

40,8

Rejeito/Pasta em (v/v):

0,57



Data: 08 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (° C):
Umidade (%):

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C

Neutralização da Solução

Densidade (g/cm³): 1,252

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 415,6
Hora inicial : Hora final :	
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 7	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	35,0	3,4	7,3	163,9	-	126,6	-	126,1
	2	41,0	3,4	7,3	168,5	-	125,5	-	125,0
	3	36,3	3,4	7,0	157,5	-	119,4	-	115,8

Água livre / cimento (a/c): 40,8

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,57

Teste de cimentação PC - 8

Normas: N1/5-1; N1/5-2; N1/5-3

Data: 10 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C):

Umidade (%):

Hora inicial: 13:35

Hora final: 13:40

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Neutralização da Solução

Densidade (g/cm³): 1,252

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura

Pasta

OBS.: Velocidade um durante três minutos.

Massa total da pasta (g): 416,6

Hora inicial :

Hora final :

Tempo de mistura :

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 8	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	38,2	3,3	7,0	161,9	160,0	122,1	-	118,6
	2	40,4	3,3	7,0	162,4	161,6	121,3	-	118,2
	3	38,5	3,3	7,1	162,7	160,7	122,4	-	120,1

Água livre / cimento (a/c): 40,8

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,58



Data: 10 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 23
Umidade (%): 74

Hora inicial: 14:00 Hora final: 14:08

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Neutralização da Solução

Densidade (g/cm³): 1,252

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
73,0	5	11,0

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 1288,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 700,0

Mistura

Pasta

OBS.: Velocidade 1 durante 3 minutos

Massa total da pasta (g): 2004,9

Hora inicial: Hora final:

Tempo de Pega: 1º ponto aos 6min. e 30

Tempo de mistura:

Início de Pega: 44min. Fim de Pega: 1h e 4min.

Observações: Alta viscosidade acima do limite de detecção do Viscosímetro utilizado pelo Laboratório.

Ensaio de Densidade da pasta

Molde	Molde	Molde + Pasta (g)	Volume do molde	Densidade	Densidade Média

Ensaio de Viscosidade N.D.

Viscosidade (Pa.s):										
Rotor T -										X=
Fator:										

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 9	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixivi-a-ção	1	39,8	3,4	6,9	162,6	161,3	121,6	-	119,7
	2	35,7	3,4	7,0	162,1	160,3	124,7	-	122,0
	3	36,5	3,3	7,1	163,4	160,9	124,5	-	122,2

Ensaio de Resistência à compressão após 90 dias data: 09 / 01 / 2002

Ensaio	PC - 9	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Massa (g)	Densid. (g/cm³)	Densidade	Leitura na	Resistência (MPa)
						Média (g/cm³)	Prensa (kgf)	
Com-pres-são	1	5,0	9,9	384,6	2,0	2,0	9626,0	49,1
	2	5,0	9,9	380,7	2,0		8694,0	44,3
	3	4,9	9,7	373,5	2,0		9481,0	48,3

Água livre / cimento (a/c): 40,8

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,56

Data: 22 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (° C):

Umidade (%):

Hora inicial :

Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura

Pasta

OBS.:

Massa total da pasta (g): 403,4

Hora inicial :

Hora final :

Tempo de mistura :

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 11	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	35,0	3,4	7,1	-	161,5	125,3	-	122,0
	2	39,5	3,4	7,0	-	164,3	123,9	-	121,5
	3	40,1	3,3	7,1	-	166,9	125,9	-	125,2

Água livre / cimento (a/c):

40,8

Rejeito/Pasta (R/P) (v/v):

0,58

Data: 22 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 23
Umidade (%): 74

Hora inicial : _____ Hora final : _____

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-1

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 24,85

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 406,8
Hora inicial : _____	Hora final : _____
Tempo de mistura : _____	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 12	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	34,5	3,4	7,1	162,5	-	126,4	-	123,1
	2	35,5	3,4	7,1	160,0	-	122,4	-	120,4
	3	34,4	3,3	6,9	157,7	-	119,7	-	117,0

Água livre / cimento (a/c):

40,8

Rejeito/Pasta em (v/v):

0,60

Data: 29 / 10 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 23
 Umidade (%): 75

Hora inicial : _____ Hora final : _____

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Densidade (g/cm³): 1,247

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
70,0	5	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 1288,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 700,0

Mistura

Pasta

OBS.: 3 minutos na velocidade 3

Massa total da pasta (g): 2027,0

Hora inicial : _____ Hora final : _____

Tempo de Pega : 1º ponto aos 6 min.

Tempo de mistura :

Início de Pega: _____ Fim de Pega: _____

Observações: Muito pastosa, porém homogênea não foi possível determinar a viscosidade.

Ensaio de Densidade da pasta

Molde N°	Molde (g)	Molde + Pasta (g)	Volume do molde (cm ³)	Densidade (g/cm ³)	Densidade Média (g/cm ³)

Ensaio de Viscosidade

Viscosidade (Pa.s):						X=
Rotor T -						
Fator:						

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 14	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	34,3	3,4	6,9	176,3	155,9	120,0	154,1	119,4
	2	38,0	3,3	7,0	173,1	159,9	120,8	158,8	117,2
	3	40,4	3,4	6,9	174,9	160,1	118,5	153,2	114,6

Ensaio de Resistência à compressão após 28 dias data: 26 / 11 / 2001

Ensaio	PC - 14	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Massa (g)	Densid. (g/cm ³)	Densidade Média (g/cm ³)	Leitura na Prensa (kgf)	Resistência (MPa)
Com- pres- são	4	5,0	9,9	383,3	2,0	2,0	10540,0	53,3
	5	5,0	9,9	384,9	2,0		8644,0	43,7
	6	5,0	10,0	389,0	2,0		7254,0	36,7

Água livre / cimento (a/c): 41,1

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,62

Teste de cimentação PC - 15

Normas: N4/8-1; N4/8-2; N4/8-3

Data: 01 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C):

Umidade (%):

Hora inicial :

Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Densidade (g/cm³): 1,247

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.: Pastosa	Massa total da pasta (g): 433,7
Hora inicial :	Hora final :
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias		
	PC - 15	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	
Lixiviação	1	35,4	3,3	7,1	160,0	159,4	124,1	-	123,1	
	2	35,7	3,4	7,0	158,7	158,0	122,4	-	117,9	
	3	36,4	3,4	7,1	159,5	153,0	122,5	-	121,5	

Água livre / cimento (a/c):

41,1

Rejeito/Pasta em (v/v):

0,55

6

Data: 01 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C):

Umidade (%):

Hora inicial:

Hora final:

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Neutralização da Solução

Densidade (g/cm³): 1,247

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

pH da solução após Neutralização:

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 428,0
Hora inicial:	Hora final:
Tempo de mistura:	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 16	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	33,8	3,4	7,0	155,3	151,0	117,4	-	114,7
	2	36,2	3,3	6,9	154,7	150,3	114,2	-	112,1
	3	33,8	3,4	7,1	157,1	153,0	122,4	-	116,6

Água livre / cimento (a/c): 41,1

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,55

Data: 05 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 24
Umidade (%): 75

Hora inicial : _____ Hora final : _____

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Densidade (g/cm³): 1,247

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH final
15,0	2	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 426,7
Hora inicial : _____ Hora final : _____	
Tempo de mistura :	

Observações: Homogênea, pastosa e aparência boa

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 17	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	34,4	3,3	7,0	153,9	153,1	118,6	-	118,0
	2	40,0	3,4	7,1	165,0	163,8	123,9	-	123,4
	3	35,0	3,4	7,2	161,1	159,6	124,7	-	124,2

Água livre / cimento (a/c): 41,1

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,56

Data: 05 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (° C):
Umidade (%):

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Densidade (g/cm³): 1,247

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
70,0	4	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Nassau em (g): 1288,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 700,0

Mistura

Pasta

OBS.: Velocidade 3 durante 3 minutos

Massa total da pasta (g): 1963,1

Hora inicial : Hora final :

Tempo de Pega : 1º ponto aos 10min.

Tempo de mistura :

Início de Pega: Fim de Pega:

Observações: Pasta de boa aparência

Ensaio de Densidade da pasta

Molde N°	Molde (g)	Molde + Pasta (g)	Volume do molde (cm ³)	Densidade (g/cm ³)	Densidade Média (g/cm ³)
2	66,35	403,0	171,0	1,97	1,99
4	66,97	407,3	169,2	2,01	

Ensaio de Viscosidade

Viscosidade (Pa.s): N. D.

Rotor T -

Fator :

X=

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 18	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	34,4	3,4	7,1	160,6	159,6	125,2	-	124,7
	2	39,5	3,4	7,0	163,7	162,1	122,7	-	122,3
	3	41,0	3,4	7,1	166,7	165,5	124,7	-	124,2

Ensaio de Resistência à compressão após 28 dias

data: 03 / 12 / 2001

Ensaio	PC - 18	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Massa (g)	Densid. (g/cm ³)	Densidade Média (g/cm ³)	Leitura na Prensa (kgf)	Resistência (MPa)
Com- pres- são	4	5,0	9,8	373,5	2,0	2,0	8387,0	42,7
	5	5,0	9,8	376,7	2,0		9061,0	46,2
	6	5,0	9,9	383,5	2,0		9061,0	45,8

Água livre / cimento (a/c): 41,1

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,58

Data: 12 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 25
Umidade (%): 75

Hora inicial : _____ Hora final : _____

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Neutralização da Solução

Densidade (g/cm³): 1,247

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Ciminas em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 433,5
Hora inicial : _____	Hora final : _____
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 19	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	38,1	3,4	7,0	158,1	155,8	117,8	-	-
	2	33,9	3,4	7,0	154,0	151,9	118,2	-	-
	3	40,3	3,4	7,0	156,7	154,4	114,2	-	-

Água livre / cimento (a/c): 41,1

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,53

Data: 12 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C):
Umidade (%):

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C-2

Densidade (g/cm³): 1,247

% de sólidos: 24,44

pH inicial da solução: 1,32

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH final
70,0	4	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Ciminas em (g): 1288,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 700,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 2033,0
Hora inicial : Hora final :	Tempo de Pega : 1º ponto aos 24min.
Tempo de mistura :	Início de Pega: 49min. Fim de Pega: 1h e 27min.

Observações: Homogênea, porém pastosa

Ensaio de Densidade da pasta

Molde N°	Molde (g)	Molde + Pasta (g)	Volume do molde (cm³)	Densidade (g/cm³)	Densidade Média (g/cm³)
					N.D.

Ensaio de Viscosidade

Viscosidade (Pa.s): N.D.										
Rotor T -										X=
Fator :										

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 20	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixivi- ação	1	34,9	3,4	7,1	157,2	153,6	118,6	-	-
	2	36,2	3,4	6,9	155,2	151,6	115,4	-	-
	3	35,3	3,4	7,2	159,5	156,0	120,7	-	-

Ensaio de Resistência à compressão após 28 dias

data: 10 / 12 / 2001

Ensaio	PC - 20	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Massa (g)	Densid. (g/cm³)	Densidade	Leitura na	Resistência (MPa)
						Média (g/cm³)	Prensa (kgf)	
Com- pres- são	4	5,0	9,9	377,3	2,0	2,0	9656,0	49,2
	5	5,0	9,9	376,2	2,0		6937,0	35,4
	6	5,0	9,9	379,0	2,0		8724,0	44,5

Água livre / cimento (a/c): 41,1

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,53

Teste de cimentação PC - 21

Normas: N4/4-1; N4/4-2; N4/4-3

Data: 19 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (° C):
Umidade (%):

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C3

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 21,4

pH inicial da solução: 1,62

pH da solução após Neutralização:

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Ciminas em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.: Pastosa	Massa total da pasta (g): 430,7
Hora inicial : Hora final :	
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 21	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	35,8	3,3	7,0	160,7	159,6	123,0	-	-
	2	30,4	3,4	7,0	156,5	155,3	121,1	-	-
	3	40,0	3,3	7,0	166,2	165,1	125,2	-	-

Água livre / cimento (a/c): 42,7

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,57

Data: 28 / 11 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (°C): 25
Umidade (%): 75

Hora inicial: 10:30 Hora final: 10:38

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C3

Densidade (g/cm³): 1,252

% de sólidos: 21,4

pH inicial da solução: 1,62

Neutralização da Solução

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
45,0	3	11,0

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Ciminas em (g): 828,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C) em (g): 450,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 1307,3
Hora inicial :	Hora final :
Tempo de mistura :	

Observações:

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	PC - 22	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Líquido (g)	Bruto (g)	Líquido (g)
Lixiviação	1	36,3	3,4	7,2	162,7	161,1	124,8	-	123,5
	2	39,8	3,4	7,0	163,5	162,2	122,4	-	121,8
	3	39,8	3,4	7,3	166,9	165,8	126,0	-	124,1

Água livre / cimento (a/c): 42,7

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,54

Data: 05 / 12 / 2001

Condições Ambientais: Temperatura (° C):
Umidade (%):

Hora inicial : Hora final :

Dados da solução de rejeito simulado

Tipo: Solução Sintética C3

Neutralização da Solução

Densidade (g/cm³): 1,252

Ca(OH) ₂ (g)	Agitação (min)	pH _{final}
15,0	2	11,0

% de sólidos: 21,4

pH inicial da solução: 1,62

pH da solução após Neutralização:

Materiais

Cimento CP-II-E-32 da marca Ciminas em (g): 276,0

Solução de rejeito simulado (Solução Sintética C3) em (g): 150,0

Mistura	Pasta
OBS.:	Massa total da pasta (g): 428,0
Hora inicial : Hora final :	
Tempo de mistura :	

Observações:

Ensaio de Densidade da pasta

Molde	Molde	Molde + Pasta (g)	Volume do molde	Densidade	Densidade Média

Ensaio de Viscosidade

Viscosidade (Pa.s):						X=
Rotor T -						
Fator :						

Dados das amostras

Ensaio	De Confeção					Após 7 dias		Após 28 dias	
	MSCT-	Molde (g)	Diâm. (cm)	Altura (cm)	Bruto (g)	Bruto (g)	Liquido (g)	Bruto (g)	Liquido (g)
Lixivi ação	1	33,8	3,3	7,0	158,2	-	-	-	122,4
	2	41,2	3,3	7,0	167,7	-	-	-	125,1
	3	34,6	3,3	7,0	161,2	-	-	-	124,9

Água livre / cimento (a/c): 42,7

Rejeito/Pasta em (v/v): 0,58

ANEXO B

Planilhas dos Ensaios de Lixiviação

ABNT

N1/1

PC - 7 Data confec. 08/10/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3			
Massa do conjunto de extração	664,2			724,6			752,7			
Massa da amostra (m)	125,3			124,5			120,5			
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	501,2			498,0			482,0			
Procedimento ABNT			Data: 05/11/2001				Hora: 09:30			
Volume de lixiviante (m x 16)	2004,8			1992,0			1928,0			
	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	
09:45	8,60	3,0	4,80	8,39	2,8	4,77	9,26	4,6	4,79	
10:00	5,18	-	5,18	5,05	-	5,05	5,14	-	5,14	
10:30	6,41	2,8	4,81	6,14	3,4	4,68	6,99	4,8	4,78	
11:00	5,25	1,0	5,00	5,00	-	5,00	5,25	1,4	5,00	
12:00	5,87	2,4	4,99	5,82	2,4	4,96	6,20	4,6	4,99	
13:00	5,50	4,0	4,81	5,40	4,2	4,75	5,56	7,2	4,81	
14:00	5,15	-	5,15	5,07	-	5,07	5,23	-	5,23	
(06/11/01) Após 24 horas										
09:30	10,90	16,0	5,06	10,80	15,0	5,02	11,13	23,2	5,01	
10:30	5,21	3,0	5,03	5,16	-	5,16	5,13	-	5,13	
11:30	5,22	2,6	5,06	5,33	3,4	5,07	5,43	5,4	5,08	
12:30	5,24	4,0	5,04	5,25	5,0	4,99	5,27	7,0	5,02	
13:30	5,14	-	5,14	5,10	-	5,10	5,20	-	5,20	
Vol. Total adicionado ácido (Vac)	38,8			36,2			58,2			
Volume de água a adicionar (Vmax-Vac)	462,4			461,8			423,8			
Volume total lixiviado	2441,9			2441,9			2366,9			
Código para análise	N1/1-1			N1/1-2			N1/1-3			

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

ABNT

N1/5

PC - 8 Data confec. 10/10/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3				
Massa do conjunto de extração	718,2			664,3			724,4				
Massa da amostra (m)	118,3			118,1			119,9				
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	473,2			472,4			479,6				
Procedimento ABNT			Data: 07/11/2001			Hora: 08:50					
Volume de lixiviante (m x 16)			1892,8			1889,6			1918,4		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf		
09:05	10,08	2,6	4,62	10,00	1,8	4,67	10,23	2,2	4,78		
09:20	5,29	0,8	4,83	5,22	0,8	4,78	5,32	0,8	4,83		
09:35	5,36	1,6	4,77	5,22	1,0	4,78	5,37	1,6	4,72		
09:50	5,14	0,4	5,02	5,01	-	5,01	4,96	-	4,96		
10:20	6,52	2,4	4,98	6,95	2,0	4,96	6,02	2,4	4,94		
10:50	5,22	1,6	4,92	5,17	1,0	4,92	5,08	0,6	4,95		
12:00	5,55	2,2	5,02	5,52	2,0	4,94	5,46	2,2	4,99		
13:00	5,45	2,0	5,04	5,37	1,8	4,98	5,29	1,6	5,00		
(08/11/01) Após 24 horas											
08:50	10,99	18,2	4,91	11,01	14,0	4,93	11,03	15,0	4,95		
09:50	5,18	3,6	5,01	5,18	2,8	4,98	5,18	3,0	5,01		
10:50	5,22	5,0	4,98	5,21	4,6	4,95	5,26	5,2	4,95		
11:50	5,15	3,4	5,01	5,13	2,6	5,00	5,10	2,8	5,03		
12:50	5,19	-	5,19	5,17	-	5,17	5,15	-	5,15		
Vol. Total adicionado ácido (Vac)											
43,8											
Volume de água a adicionar (Vmax-Vac)											
429,4											
Volume total lixiviado											
2313,9											
Código para análise											
N1/5-1			N1/5-2			N1/5-3					

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

ABNT

N1/9

PC - 1 Data confec. 01/10/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3		
Massa do conjunto de extração	724,6			717,2			664,5		
Massa da amostra (m)	124,2			117,8			121,1		
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	496,8			471,2			484,4		
Procedimento ABNT	Data: 29/10/2001						Hora: 09:33		
Volume de lixiviante (m x 16)	1987,2			1884,8			1937,6		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
09:39	5,90	2,2	4,41	5,92	1,4	4,62	5,77	1,0	4,94
09:54	4,86	-	4,86	5,29	0,6	4,98	5,71	1,2	4,91
10:10	-	-	-	5,57	1,0	4,96	5,32	0,8	4,93
10:24	6,08	1,8	4,95	5,38	1,0	4,94	5,32	1,0	4,93
10:40	-	-	-	5,22	0,8	4,98	5,23	1,2	4,92
11:04	5,79	1,4	5,10	5,33	0,8	5,05	5,35	0,8	5,07
11:40	5,70	1,8	5,00	-	-	-	-	-	-
12:10	5,48	1,6	5,06	6,15	3,8	4,80	6,16	3,2	4,96
13:10	5,65	2,4	5,09	5,28	1,4	5,04	5,50	1,8	5,07
14:10	5,47	1,6	5,12	-	-	-	5,47	1,0	5,10
(30/10/01) Após 24 horas									
09:42	10,81	14,8	5,08	10,61	13,4	5,05	10,46	13,6	5,06
10:42	5,40	3,4	5,09	5,39	2,8	5,07	5,32	2,8	5,09
11:42	5,34	3,2	5,10	5,29	2,4	5,08	5,28	2,6	5,11
12:42	5,28	2,8	5,09	5,25	2,8	5,04	5,30	4,4	5,04
13:42	5,29	-	-	5,25	-	-	5,23	-	-
Vol. Total adicionado ácido (Vac)	37,0			32,2			35,4		
Volume de água a adicionar (Vmáx-Vac)	459,8			439,0			449,0		
Volume total lixiviado	2430,2			2317,3			2360,4		
Código para análise	N1/9-1			N1/9-2			N1/9-3		

Obs: Após adição da água deionizada ao corpo-de-prova mediu-se o pH imediatamente.

Em geral, espera-se 15 minutos para fazer a leitura do pH i, antes da primeira adição de ácido.

ABNT

N1/13

PC -16 Data confec. 01/11/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3		
Massa do conjunto de extração	810,6			1182,7			975,6		
Massa da amostra (m)	114,7			112,6			116,2		
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	458,8			450,4			464,8		
Procedimento ABNT			Data: 29/11/2001			Hora: 09:10			
Volume de lixiviante (m x 16)	1835,2			1801,6			1859,2		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
09:15	10,41	1,2	4,80	10,36	1,2	5,03	10,48	1,8	5,05
09:30	9,21	1,0	5,08	9,94	1,0	4,96	6,95	1,8	4,60
09:45	5,66	0,8	4,82	5,60	1,0	4,86	5,21	0,4	5,00
10:00	5,72	1,6	4,84	5,47	2,4	4,49	6,00	1,2	4,98
10:15	4,66	-	4,67	4,75	-	4,75	5,52	1,2	4,96
10:30	-	-	-	-	-	-	5,41	2,8	4,68
10:45	5,60	1,4	4,92	5,43	0,8	5,04	4,93	-	4,93
11:15	5,46	1,0	5,03	5,84	1,8	4,99	5,88	2,6	4,97
11:45	5,34	0,8	5,00	5,28	1,0	5,01	5,21	1,0	4,99
12:45	5,85	2,4	4,90	5,82	2,8	4,92	6,00	5,4	4,80
13:45	5,38	2,2	4,93	5,32	1,6	5,03	5,18	1,0	5,05
(30/11/01) Após 24 horas									
09:15	11,49	13,0	5,02	11,48	13,8	5,02	11,56	19,4	4,84
10:15	5,31	4,6	4,91	5,28	4,4	4,93	5,06	-	5,06
11:15	5,18	-	5,18	5,15	-	5,15	5,30	3,9	5,03
12:15	5,42	4,2	5,00	5,34	3,6	5,05	5,22	3,0	5,02
13:15	5,22	2,6	5,01	5,22	2,2	5,00	5,18	-	5,18
Vol. Total adicionado ácido (Vac)									
	36,8			37,6			45,5		
Volume de água a adicionar (Vmáx-Vac)									
	422,0			412,8			419,3		
Volume total lixiviado									
	2241,4			2206,7			2271,7		
Código para análise									
	N1/13-1			N1/13-2			N1/13-3		

Obs: Todas as amostras ficaram praticamente inteiras após teste de compactação.

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

ABNT

N1/17

PC - 17 Data confec. 05/11/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3		
Massa do conjunto de extração	718,1			752,7			665,2		
Massa da amostra (m)	117,7			122,8			124,0		
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	470,8			491,2			496,0		
Procedimento ABNT			Data: 03/12/2001			Hora: 08:50			
Volume de lixiviante (m x 16)	1883,2			1964,8			1984,0		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
09:05	10,89	4,2	4,40	11,13	5,0	4,64	10,84	3,0	4,71
09:20	5,17	-	5,17	5,67	1,4	4,90	5,82	1,2	4,88
09:35	6,35	2,6	4,75	6,99	2,8	4,90	5,93	2,6	4,66
09:50	5,29	1,4	4,90	5,56	2,4	4,92	5,17	-	5,17
10:05	5,29	1,2	4,99	5,38	2,8	4,98	5,75	1,0	4,98
10:20	-	-	-	-	-	-	5,23	2,0	4,81
10:35	5,61	1,6	5,09	5,71	2,2	5,13	-	-	-
10:50	-	-	-	-	-	-	5,22	1,4	4,95
11:05	5,76	2,8	5,03	6,33	4,6	5,04	-	-	-
11:35	5,36	2,0	5,01	5,37	3,0	5,00	5,58	2,4	5,02
12:05	-	-	-	-	-	-	5,29	1,8	4,99
12:35	5,50	2,8	5,01	5,73	4,6	5,03	-	-	-
13:05	-	-	-	-	-	-	5,45	3,0	4,98
13:35	5,44	2,0	5,10	5,58	3,6	5,11	-	-	-
14:05	-	-	-	-	-	-	5,35	2,0	5,05
14:35	5,44	2,0	5,13	5,58	4,0	5,13	-	-	-
(04/12/01) Após 24 horas									
08:50	11,61	15,0	5,07	11,81	23,2	5,04	11,55	14,8	5,06
09:50	5,31	3,8	5,00	5,33	5,8	5,02	5,27	3,0	5,02
10:50	5,27	3,4	5,02	5,37	6,0	5,02	5,23	3,0	5,02
11:50	5,21	2,6	5,05	5,24	3,4	5,08	5,18	-	5,18
12:50	5,16	-	5,16	5,25	2,0	5,16	5,31	1,8	5,15
Vol. Total adicionado ácido (Vac)									
47,4									
76,8									
43,0									
Volume de água a adicionar (Vmax-Vac)									
423,4									
414,4									
453,0									
Volume total lixiviado									
2308,5									
2405,4									
2426,3									
Código para análise									
N1/17-1									
N1/17-2									
N1/17-3									

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

MEP

N2/2

PC - 7 Data confec. 08/10/2001	Amostra 1		Amostra 2		Amostra 3				
Massa do conjunto de extração	1336,7		981,5		728,7				
Massa da amostra (m)	125,9		124,9		115,8				
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	503,6		499,6		463,2				
Procedimento EPT			Data: 05/11/2001			Hora: 09:30			
Volume de lixiviante (m x 16)	1724,8			1710,4			1659,2		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
09:45	7,01	2,0	4,84	9,46	5,8	4,78	8,68	3,0	4,75
10:00	5,27	2,0	4,60	5,23	2,2	4,79	5,09	-	5,09
10:15	4,80	-	4,80	5,16	-	5,16	-	-	-
10:30	-	-	-	-	-	-	6,09	2,8	4,75
10:45	5,24	2,0	4,76	6,43	6,0	4,80	-	-	-
11:00	-	-	-	-	-	-	5,27	0,8	5,03
11:15	-	-	-	5,23	2,0	4,99	-	-	-
11:30	-	-	-	-	-	-	5,35	2,0	4,93
11:45	5,27	2,0	4,85	-	-	-	-	-	-
12:15	-	-	-	5,51	4,0	5,02	-	-	-
12:30	-	-	-	-	-	-	5,43	2,4	4,95
12:45	5,26	2,6	4,82	-	-	-	-	-	-
13:15	-	-	-	5,40	8,0	4,83	-	-	-
13:30	-	-	-	-	-	-	5,32	4,2	4,80
13:45	5,06	-	5,06	-	-	-	-	-	-
14:15	-	-	-	5,17	-	5,17	-	-	-
14:30	-	-	-	-	-	-	5,12	-	5,12
14:45	5,35	5,0	4,79	-	-	-	-	-	-
15:15	-	-	-	5,42	11,4	4,81	-	-	-
15:30	-	-	-	-	-	-	5,38	7,0	4,75
15:45	4,99	-	4,99	-	-	-	-	-	-
Após 24 h									
09:30	10,27	14,8	4,95	10,78	26,0	5,00	9,76	14,0	5,01
10:30	5,06	-	5,06	5,05	-	5,05	5,13	-	5,13
11:30	5,18	-	5,18	5,08	-	5,08	5,27	3,8	5,05
12:30	5,28	4,0	5,04	5,22	6,4	5,05	5,23	5,0	5,00
13:30	5,19	-	-	5,18	-	-	5,09	-	-
		34,4			71,8			45,0	
Vol. Total adicionado ácido (Vac)	34,4		71,8		45,0				
Volume água a adicionar (V _{máx} -Vac)	469,2		427,8		418,2				
Volume total lixiviado (1)	2478,0		2454,5		2263,1				
Código para análise (1)	N2/2-11		N2/2-12		N2/2-13				
Segunda parte: Extração simulando chuva ácida			Data: 06/11/2001			hora: 15:00			
Massa da amostra	130,7		128,3		121,9				
Volume de lixiviante (m x 20)	2614,0		2566,0		2438,0				
pH inicial	3,11		3,19		3,14				
24 h									
Data: 07/11/2001			Hora: 15:00						
pH após 24 h	10,74		10,96		10,63				
Volume lixiviado (2)	2596,0		2542,0		2420,2				
Massa da amostra	130,2		130,8		122,9				
Volume de lixiviante (m x 20)	2604,0		2616,0		2458,0				
pH inicial	3,15		3,18		3,11				
Código para análise (2)	N2/2-21		N2/2-22		N2/2-23				
24 h									
Data: 08/11/2001			Hora: 15:00						
pH após 24 h	10,67		10,98		10,67				
Volume lixiviado (3)	2565,1		2601,4		2440,4				

Massa da amostra	130,9	131,1	122,9
Volume de lixiviante (m x 20)	2288,0	2266,0	2162,0
pH inicial	3,16	3,13	3,14
Código para análise (3)	N2/2-31	N2/2-32	N2/2-33
24 h			
Data: 09/11/2001		Hora: 15:00	
pH após 24 h	10,35	10,70	10,24
Volume lixiviado (4)	2563,3	2559,9	2407,3
Massa da amostra	130,8	131,2	122,9
Volume de lixiviante (m x 20)	2616,0	2624,0	2458,0
pH inicial	3,02	3,60	3,03
Código para análise (4)	N2/2-41	N2/2-42	N2/2-43
24 h			
Data: 10/11/2001		Hora: 14:50	
pH após 24 h	10,42	10,83	10,48
Volume lixiviado (5)	2640,0	2640,0	2440,0
Massa da amostra	133,5	133,5	124,6
Volume de lixiviante (m x 20)	2670,0	2670,0	2492,0
pH inicial	3,04	3,35	3,11
Código para análise (5)	N2/2-51	N2/2-52	N2/2-53
24 h			
Data: 11/11/2001		Hora: 15:25	
pH após 24 h	10,39	10,79	10,58
Volume lixiviado (6)	2660,0	2660,0	2480,0
Massa da amostra	132,9	130,5	124,8
Volume de lixiviante (m x 20)	2658,0	2610,0	2496,0
pH inicial	3,01	3,15	3,04
Código para análise (6)	N2/2-61	N2/2-62	N2/2-63
24 h			
Data: 12/11/2001		Hora: 14:50	
pH após 24 h	10,14	10,49	9,92
Volume lixiviado (7)	2639,3	2610,0	2476,3
Massa da amostra	131,5	131,9	122,1
Volume de lixiviante (m x 20)	2630,0	2638,0	2442,0
pH inicial	3,06	3,14	3,14
Código para análise (7)	N2/2-71	N2/2-72	N2/2-73
24 h			
Data: 13/11/2001		Hora: 15:00	
pH após 24 h	10,14	10,57	9,86
Volume lixiviado (8)	2601,7	2620,8	2420,2
Massa da amostra	130,9	130,4	124,5
Volume de lixiviante (m x 20)	2618,0	2608,0	2490,0
pH inicial	3,07	3,18	3,12
Código para análise (8)	N2/2-81	N2/2-82	N2/2-83
24 h			
Data: 14/11/2001		Hora: 15:10	
pH após 24 h	9,31	10,44	9,63
Volume lixiviado (9)	2476,6	2594,5	2606,1
Massa da amostra	130,8	131,4	122,7
Volume de lixiviante (m x 20)	2616,0	2628,0	2454,0
pH inicial	3,20	3,01	3,07
Código para análise (9)	N2/2-91	N2/2-92	N2/2-93
24 h			
Data: 15/11/2001		Hora: 15:50	
pH após 24 h	9,98	10,29	9,24
Volume lixiviado (10)	2599,8	2611,1	2435,9
Código para análise (10)	N2/2-101	N2/2-102	N2/2-103

N.D. = Não Determinado: Massa em (g) e Volume em (ml).

Obs: 10/11/01 14:40h o agitador magnético da amostra 01 estava parado.

MEP

N2/6

PC-14 Data confec.29/10/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3		
Massa do conjunto de extração	1062,5			830,9			975,3		
Massa da amostra (m)	119,1			117,1			114,4		
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	476,4			468,4			457,6		
Procedimento EPT			Data: 26/11/2001			Hora: 09:25			
Volume de lixiviante (m x 16)	1905,6			1873,6			1830,4		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
09:40	10,81	2,8	4,91	10,08	2,0	4,37	10,16	1,6	4,75
09:55	9,90	2,0	4,92	4,92	-	4,92	5,81	1,2	4,56
10:10	6,42	1,6	5,03	5,49	0,8	4,79	5,29	1,4	4,63
10:25	6,05	2,0	5,02	5,23	1,4	4,66	5,29	1,0	4,84
10:40	5,65	1,8	5,06	4,90	-	4,96	5,35	1,2	4,95
10:55	6,05	3,4	5,01	-	-	-	5,64	1,4	5,03
11:10	5,14	-	5,14	5,47	0,6	5,03	5,13	-	5,13
11:40	5,84	3,4	5,04	5,53	1,0	5,00	5,77	2,0	5,00
12:10	5,57	3,0	5,05	5,38	1,0	5,00	5,48	1,6	5,04
12:40	5,47	3,0	5,02	-	-	-	-	-	-
13:10	-	-	-	5,66	2,2	4,85	5,80	3,8	4,92
13:40	5,64	4,2	5,07	-	-	-	-	-	-
14:10	-	-	-	5,39	1,8	4,89	5,53	2,6	5,05
14:40	5,53	4,2	5,05	-	-	-	-	-	-
15:10	-	-	-	5,29	1,4	4,88	5,44	3,0	5,03
15:40	5,42	5,0	5,01	-	-	-	-	-	-
Após 24 h (20/11/01)									
09:25	11,19	18,0	5,03	10,79	8,0	4,96	10,41	8,2	5,01
10:25	5,31	5,4	5,01	5,25	1,8	5,03	5,31	4,2	4,94
11:25	5,18	-	5,18	5,24	1,6	5,03	5,13	-	5,13
12:25	5,38	5,0	5,07	5,27	1,6	5,06	5,35	4,4	4,96
13:25	5,24	3,2	5,09	5,29	2,0	5,05	5,14	-	5,14
Vol. Total adicionado ácido (Vac)									
	68,0			27,2			37,6		
Volume água a adicionar (V _{máx} -Vac)									
	413,4			442,8			424,4		
Volume total lixiviado (1)									
	2332,4			2277,7			2226,2		
Código para análise									
	N2/6-11			N2/6-12			N2/6-13		
Segunda parte: Extração simulando chuva ácida				Data: 27/11/2001			hora: 13:30		
Massa da amostra	123,5			125,3			121,5		
Volume de lixiviante (m x 20)	2470,0			2506,0			2430,0		
pH inicial	2,90			2,82			2,89		
24 h									
Data: 28/11/2001				Hora: 13:30					
pH após 24 h	10,22			10,62			10,54		
Volume lixiviado (2)	2452,2			2460,0			2444,0		
Massa da amostra	117,8			125,0			121,4		
Volume de lixiviante (m x 20)	2356,0			2500,0			2428,0		
pH inicial	2,96			2,90			2,98		
Código para análise A83(2)	N2/6-21			N2/6-22			N2/6-23		
24 h									
Data: 29/11/2001				Hora: 13:30					
pH após 24 h	11,13			10,57			10,41		
Volume lixiviado (3)	2344,0			2482,8			2409,0		
Massa da amostra	116,6			124,0			121,5		
Volume de lixiviante (m x 20)	2332,0			2480,0			2430,0		

pH inicial	3,37	3,15	3,30
Código para análise (3)	N2/6-31	N2/6-32	N2/6-33
24 h			
Data: 30/11/2001		Hora: 13:30	
pH após 24 h	11,24	10,66	10,62
Volume lixiviado (4)	2312,8	2463,3	2408,1
Massa da amostra	117,7	123,1	122,2
Volume de lixiviante (m x 20)	2354,0	2462,0	2444,0
pH inicial	3,11	3,07	ND
Código para análise (4)	N2/6-41	N2/6-42	N2/6-43
24 h			
Data: 01/12/2001		Hora: 14:00	
pH após 24 h	11,21	10,67	10,52
Volume lixiviado (5)	2331,5	2447,3	ND
Massa da amostra	118,3	124,6	125,8
Volume de lixiviante (m x 20)	2366,0	2492,0	2516,0
pH inicial	3,10	2,99	2,98
Código para análise (5)	N2/6-51	N2/6-52	N2/6-53
24 h			
Data: 02/12/2001		Hora: 14:00	
pH após 24 h	11,18	10,55	10,37
Volume lixiviado (6)	2350,8	2429,3	2503,2
Massa da amostra	118,5	125,7	122,4
Volume de lixiviante (m x 20)	2370,0	2514,0	2448,0
pH inicial	3,27	3,24	3,22
Código para análise (6)	N2/6-61	N2/6-62	N2/6-63
24 h			
Data: 03/12/2001		Hora: 13:30	
pH após 24 h	11,16	10,49	10,27
Volume lixiviado (7)	2351,7	2493,9	2429,9
Massa da amostra	117,6	124,5	122,5
Volume de lixiviante (m x 20)	2352,0	2490,0	2450,0
pH inicial	3,02	2,98	2,98
Código para análise (7)	N2/6-71	N2/6-72	N2/6-73
24 h			
Data: 04/12/2001		Hora: 14:00	
pH após 24 h	11,04	10,21	10,25
Volume lixiviado (8)	2333,5	2472,9	2431,2
Massa da amostra	117,1	123,3	122,4
Volume de lixiviante (m x 20)	2342,0	2466,0	2448,0
pH inicial	2,86	2,81	2,83
Código para análise (8)	N2/6-81	N2/6-82	N2/6-83
24 h			
Data: 05/12/2001		Hora: 14:00	
pH após 24 h	11,02	10,33	10,11
Volume lixiviado (9)	2324,0	2441,0	2425,3
Massa da amostra	117,1	123,6	121,8
Volume de lixiviante (m x 20)	2342,0	2472,0	2436,0
pH inicial	2,84	2,81	2,81
Código para análise (9)	N2/6-91	N2/6-92	N2/6-93
24 h			
Data: 06/12/2001		Hora: 13:40	
pH após 24 h	10,80	10,16	9,99
Volume lixiviado (10)	2325,6	2450,8	2414,5
Código para análise (10)	N2/6-101	N2/6-102	N2/6-103

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

MEP

N2/10

PC - 11 Data confec. 22/10/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3			
Massa do conjunto de extração	725,3			664,7			718,0			
Massa da amostra (m)	121,4			121,1			125,6			
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	485,6			484,4			502,4			
Procedimento EPT			Data: 19/11/2001			Hora: 09:50				
Volume de lixiviante (m x 16)	1942,4			1937,6			2009,6			
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	
10:15	10,87	5,2	5,03	10,70	4,0	5,00	10,62	3,4	4,99	
10:30	5,56	1,8	5,03	5,27	0,8	4,96	5,23	3,4	4,51	
10:45	5,25	1,4	5,00	-	-	-	-	-	-	
11:00	-	-	-	5,34	1,8	4,87	4,73	-	4,73	
11:15	5,70	2,8	5,02	-	-	-	-	-	-	
11:30	5,15	-	5,15	-	-	-	-	-	-	
12:00	5,67	5,0	4,90	5,40	3,2	4,91	5,37	2,4	4,88	
12:30	5,28	2,2	5,06	5,11	-	5,11	5,04	-	5,04	
13:30	5,61	3,8	5,02	5,79	4,8	5,02	5,58	2,2	5,05	
14:30	5,59	4,4	5,08	5,42	2,8	5,06	5,35	2,0	5,02	
15:30	5,57	5,0	5,10	5,47	3,0	5,07	5,28	2,4	4,97	
Após 24 h (20/11/01)										
09:50	11,16	20,6	5,09	10,55	11,8	5,09	10,87	13,0	5,11	
10:50	6,49	9,0	5,05	5,43	5,4	5,05	5,29	3,8	5,05	
11:50	5,29	9,4	5,05	5,37	5,0	5,07	5,28	4,0	5,02	
12:50	5,24	5,4	5,09	5,26	5,2	5,04	5,18	-	5,18	
13:50	5,26	4,4	5,11	5,17	-	5,17	5,26	3,0	5,09	
		80,4			47,8			39,6		
Vol. Total adicionado ácido (Vac)	80,4			47,8			39,6			
Volume água a adicionar (Vmax-Vac)	405,2			436,6			462,8			
Volume total lixiviado (1)	2385,9			2384,4			2475,3			
Código para análise (1)	N2/10-11			N2/10-12			N2/10-13			
Segunda parte: Extração simulando chuva ácida			Data: 20/11/2001			hora: 14:00				
Massa da amostra	128,3			126,9			128,6			
Volume de lixiviante (m x 20)	2566,0			2538,0			2572,0			
pH inicial	3,17			3,11			3,13			
24 h										
Data: 21/11/2001			Hora: 14:00							
pH após 24 h	10,97			10,83			10,66			
Volume lixiviado (2)	2547,0			2520,3			2552,0			
Massa da amostra	127,2			127,6			129,7			
Volume de lixiviante (m x 20)	2544,0			2552,0			2594,0			
pH inicial	3,44			3,38			3,25			
Código para análise (2)	N2/10-21			N2/10-22			N2/10-23			
24 h										
Data: 22/11/2001			Hora: 14:00							
pH após 24 h	10,95			10,56			10,60			
Volume lixiviado (3)	2527,3			2529,1			2576,1			
Massa da amostra	128,0			129,1			131,4			
Volume de lixiviante (m x 20)	2560,0			2582,0			2625,0			
pH inicial	3,03			3,06			3,02			
Código para análise (3)	N2/10-31			N2/10-32			N2/10-33			
24 h										
Data: 23/11/2001			Hora: 14:00							
pH após 24 h	10,85			10,54			10,37			

Volume lixiviado (4)	2542,8	2550,6	2610,3
Massa da amostra	128,1	127,6	130,2
Volume de lixiviante (m x 20)	2562,0	2552,0	2604,0
pH inicial	3,09	3,24	2,96
Código para análise (4)	N2/10-41	N2/10-42	N2/10-43
24 h			
Data: 24/11/2001		Hora: 14:00	
pH após 24 h	11,20	11,00	10,70
Volume lixiviado (5)	2546,9	2760,7	2581,4
Massa da amostra	129,1	129,2	131,4
Volume de lixiviante (m x 20)	2582,5	2584,4	2628,9
pH inicial	3,44	3,26	3,01
Código para análise (5)	N2/10-51	N2/10-52	N2/10-53
24 h			
Data: 25/11/2001		Hora: 14:10	
pH após 24 h	11,20	10,90	10,60
Volume lixiviado (6)	2570,4	2572,4	2613,6
Massa da amostra	128,0	127,3	129,7
Volume de lixiviante (m x 20)	2560,7	2546,1	2594,4
pH inicial	3,58	3,42	3,07
Código para análise (6)	N2/10-61	N2/10-62	N2/10-63
24 h			
Data: 26/11/2001		Hora: 14:00	
pH após 24 h	11,29	11,02	ND
Volume lixiviado (7)	2540,2	2524,1	2573,8
Massa da amostra	128,9	126,7	131,6
Volume de lixiviante (m x 20)	2578,0	2534,0	2632,0
pH inicial	3,17	3,12	3,17
Código para análise (7)	N2/10-71	N2/10-72	N2/10-73
24 h			
Data: 27/11/2001		Hora: 13:00	
pH após 24 h	11,15	10,86	10,54
Volume lixiviado (8)	2564,9	2520,7	2624,1
Massa da amostra	128,5	126,7	129,0
Volume de lixiviante (m x 20)	2570,0	2534,0	2580,0
pH inicial	2,93	2,91	2,85
Código para análise (8)	N2/10-81	N2/10-82	N2/10-83
24 h			
Data: 28/11/2001		Hora: 13:00	
pH após 24 h	10,75	10,51	10,20
Volume lixiviado (9)	2558,8	2522,4	2565,8
Massa da amostra	128,4	127,3	130,2
Volume de lixiviante (m x 20)	2568,0	2546,0	2604,0
pH inicial	3,00	2,97	2,95
Código para análise (9)	N2/10-91	N2/10-92	N2/10-93
24 h			
Data: 29/11/2001		Hora: 13:00	
pH após 24 h	10,77	10,57	10,35
Volume lixiviado (10)	2552,8	2530,8	2585,9
Código para análise (10)	N2/10-101	N2/10-102	N2/10-103

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

MEP

N2/14

PC - 20 Data confec. 12/11/2001	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3		
Massa do conjunto de extração	1063,1			826,0			975,2		
Massa da amostra (m)	117,7			114,7			120,0		
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	470,8			458,8			480,0		
Procedimento EPT			Data: 10/12/2001			Hora: 08:55			
Volume de lixiviante (m x 16)	1883,2			1835,2			1920,0		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
09:10	11,10	3,2	4,91	11,13	4,4	4,86	10,93	3,2	4,89
09:25	10,02	2,2	4,94	9,53	2,4	4,89	8,61	2,0	4,84
09:40	2,20	2,2	4,90	5,79	2,4	4,91	5,50	1,4	4,92
09:55	5,40	1,6	4,98	5,47	2,0	4,97	5,42	1,2	5,00
10:10	5,40	1,6	4,99	5,40	2,0	5,00	5,41	1,6	4,98
10:40	5,60	3,0	4,96	5,59	3,4	5,01	5,52	3,0	4,88
11:10	5,46	2,8	5,02	5,57	3,4	5,02	5,26	2,0	4,97
11:40	5,40	2,8	4,98	5,41	3,0	5,02	5,24	1,8	5,00
12:40	5,40	3,0	5,04	5,56	5,0	5,00	5,42	3,0	5,00
13:40	5,42	3,0	5,07	5,46	4,0	5,07	5,37	3,0	5,00
14:40	5,51	4,4	5,05	5,59	5,2	5,08	5,38	3,4	4,99
Após 24 h									
08:55	11,81	22,0	5,01	11,93	28,0	5,03	11,74	20,0	5,01
09:55	5,24	4,0	5,07	5,32	6,0	5,08	5,24	4,0	5,04
10:55	5,24	5,0	5,03	5,30	8,0	5,03	5,20	4,0	5,02
11:55	5,17	-	5,17	5,20	-	5,20	5,18	-	5,18
12:55	5,27	5,0	5,08	5,36	6,0	5,13	5,27	4,0	5,09
		65,8			85,2			57,6	
Vol. Total adicionado ácido (Vac)	65,8			85,2			57,6		
Volume água a adicionar (Vmax-Vac)	405,0			373,6			422,4		
Volume total lixiviado (1)	2300,1			2233,8			2336,7		
Código para análise	N2/14-11			N2/14-12			N2/14-13		
Segunda parte: Extração simulando chuva ácida			Data: 11/12/2001			hora: 13:30			
Massa da amostra	122,6			120,3			126,2		
Volume de lixiviante (m x 20)	2452,0			2406,0			2524,0		
pH inicial	2,98			3,00			2,94		
24 h									
Data: 12/12/2001						Hora: 13:30			
pH após 24 h	11,67			11,82			11,68		
Volume lixiviado (2)	2433,7			2380,9			2508,2		
Massa da amostra	123,9			120,7			124,8		
Volume de lixiviante (m x 20)	2478,0			2414,0			2496,0		
pH inicial	2,85			2,91			2,83		
Código para análise (2)	N2/14-21			N2/14-22			N2/14-23		
24 h									
Data: 13/12/2001						Hora: 13:30			
pH após 24 h	11,72			11,90			11,64		
Volume lixiviado (3)	2463,2			2399,6			2476,9		
Massa da amostra	124,2			121,0			125,8		
Volume de lixiviante (m x 20)	2484,0			2420,0			2516,0		
pH inicial	2,99			3,03			2,97		
Código para análise (3)	N2/14-31			N2/14-32			N2/14-33		
24 h									
Data: 14/12/2001						Hora: 13:30			
pH após 24 h	11,46			11,70			11,43		
Volume lixiviado (4)	2467,8			2402,0			2494,6		
Massa da amostra	123,5			122,0			126,3		
Volume de lixiviante (m x 20)	2470,0			2440,0			2526,0		

Volume de lixiviante (m x 20)	2470,0	2440,0	2526,0
pH inicial	2,95	2,97	2,94
Código para análise (4)	N2/14-41	N2/14-42	N2/14-43
24 h			
Data: 15/12/2001		Hora: 13:45	
pH após 24 h	11,24	11,56	11,26
Volume lixiviado (5)	2458,9	2424,6	2510,8
Massa da amostra	125,4	123,4	128,0
Volume de lixiviante (m x 20)	2508,0	2468,0	2560,0
pH inicial	3,16	3,23	3,13
Código para análise (5)	N2/14-51	N2/14-52	N2/14-53
24 h			
Data: 16/12/2001		Hora: 13:45	
pH após 24 h	11,25	11,53	11,22
Volume lixiviado (6)	2494,5	2457,3	2545,7
Massa da amostra	125,0	122,7	127,5
Volume de lixiviante (m x 20)	2500,0	2454,0	2550,0
pH inicial	3,36	3,33	3,37
Código para análise (6)	N2/14-61	N2/14-62	N2/14-63
24 h			
Data: 17/12/2001		Hora: 13:30	
pH após 24 h	11,18	11,07	11,42
Volume lixiviado (7)	2487,3	2436,7	2534,5
Massa da amostra	124,7	123,0	126,5
Volume de lixiviante (m x 20)	2494,0	2460,0	2530,0
pH inicial	3,39	3,41	3,39
Código para análise (7)	N2/14-71	N2/14-72	N2/14-73
24 h			
Data: 18/12/2001		Hora: 13:30	
pH após 24 h	11,15	11,37	10,81
Volume lixiviado (8)	2486,2	2449,1	2516,3
Massa da amostra	124,6	121,9	128,0
Volume de lixiviante (m x 20)	2492,0	2438,0	2560,0
pH inicial	3,34	3,31	3,25
Código para análise (8)	N2/14-81	N2/14-82	N2/14-83
24 h			
Data: 19/12/2001		Hora: 13:30	
pH após 24 h	10,87	11,20	10,73
Volume lixiviado (9)	2482,1	2428,6	2548,9
Massa da amostra	123,9	122,7	129,1
Volume de lixiviante (m x 20)	2478,0	2454,0	2582,0
pH inicial	3,07	3,12	3,08
Código para análise (9)	N2/14-91	N2/14-92	N2/14-93
24 h			
Data: 20/12/2001		Hora: 13:30	
pH após 24 h	10,64	11,15	10,54
Volume lixiviado (10)	2469,6	2442,6	2570,2
Código para análise (10)	N2/14-101	N2/14-102	N2/14-103

N.D. = Não Determinado: Massa em (g) e Volume em (ml)

MEP

N2/18

PC - 12 Data confec. 22/10/01	Amostra 1			Amostra 2			Amostra 3		
Massa do conjunto de extração	754,1			1336,7			1038,5		
Massa da amostra (m)	123,5			119,9			116,5		
Vol. Máx. de ac. Acético (Vmax=4xm)	494,0			479,6			466,0		
Procedimento EPT			Data: 19/11/2001			Hora: 09:50			
Volume de lixiviante (m x 16)	1976,0			1918,4			164,0		
Hora	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf	pHi	V(ml)	pHf
10:15	9,44	1,4	4,89	10,81	4,8	4,86	10,66	3,6	5,00
10:30	5,49	0,8	4,85	5,32	1,0	5,05	5,41	1,4	4,96
10:45	5,04	-	5,04	5,27	1,6	4,97	5,19	0,8	4,91
11:15	5,60	1,4	4,84	5,54	2,2	5,00	5,47	1,8	5,01
11:45	5,10	-	5,10	5,37	3,0	4,92	5,44	3,0	4,90
12:15	5,31	1,6	4,80	5,26	3,0	4,91	5,21	2,4	4,90
12:45	4,99	-	4,99	5,16	-	5,16	5,13	-	5,13
13:45	5,37	1,4	4,98	5,89	4,8	5,05	5,69	4,8	4,99
14:45	5,29	1,8	4,91	5,51	4,4	5,05	5,42	5,0	5,02
15:45	5,14	-	5,14	5,41	4,4	5,06	5,38	3,4	5,07
Após 24 h (20/11/01)									
09:50	10,57	8,4	5,03	11,06	20,0	5,08	11,04	17,0	5,10
10:50	5,26	2,2	5,02	5,35	6,8	5,06	5,41	7,0	5,04
11:50	5,23	2,2	5,02	5,29	7,4	5,02	5,21	4,4	5,08
12:50	5,19	-	5,19	5,20	-	5,20	5,28	3,6	5,12
13:50	5,37	4,2	5,02	5,38	7,6	5,10	5,33	4,4	5,13
		25,4			71,0			62,6	
Vol. Total adicionado ácido (Vac)	25,4			71,0			62,6		
Volume água a adicionar (Vmáx-Vac)	468,6			408,6			403,4		
Volume total lixiviado (1)	2366,7			2354,5			2270,9		
Código para análise	N2/18-11			N2/18-12			N2/18-13		
Segunda parte: Extração simulando chuva ácida			Data: 20/11/2001			hora: 15:00			
Massa da amostra	125,8			126,8			122,5		
Volume de lixiviante (m x 20)	2516,0			2536,0			2450,0		
pH inicial	3,12			3,16			3,15		
24 h									
Data: 21/11/2001			Data: 21/11/2001			Hora: 15:00			
pH após 24 h	10,36			11,06			10,84		
Volume lixiviado (2)	2498,7			2522,3			2422,2		
Massa da amostra	128,2			128,8			123,3		
Volume de lixiviante (m x 20)	2564,0			2576,0			2466,0		
pH inicial	3,03			2,83			2,82		
Código para análise (2)	N2/18-21			N2/18-22			N2/18-23		
24 h									
Data: 22/11/2001			Data: 22/11/2001			Hora: 15:00			
pH após 24 h	10,31			10,98			10,76		
Volume lixiviado (3)	2547,8			2559,8			2436,1		
Massa da amostra	127,4			128,8			123,1		
Volume de lixiviante (m x 20)	2548,0			2576,0			2462,0		
pH inicial	2,92			2,99			2,94		
Código para análise (3)	N2/18-31			N2/18-32			N2/18-33		
24 h									
Data: 23/11/2001			Data: 23/11/2001			Hora: 15:00			
pH após 24 h	10,18			10,94			11,13		
Volume lixiviado (4)	2525,8			2545,8			2417,0		
Massa da amostra	127,3			126,9			122,7		
Volume de lixiviante (m x 20)	2546,0			2538,0			2454,0		

Volume de lixiviante (m x 20)	2546,0	2538,0	2454,0
pH inicial	3,22	3,15	3,34
Código para análise (4)	N2/18-41	N2/18-42	N2/18-43
24 h			
Data: 24/11/2001		Hora: 15:20	
pH após 24 h	10,50	11,00	11,11
Volume lixiviado (5)	2516,1	2532,5	2431,7
Massa da amostra	128,7	128,5	124,2
Volume de lixiviante (m x 20)	2574,0	2570,0	2484,0
pH inicial	3,10	3,30	3,20
Código para análise (5)	N2/18-51	N2/18-52	N2/18-53
24 h			
Data: 25/11/2001		Hora: 15:26	
pH após 24 h	10,30	10,95	10,91
Volume lixiviado(6)	2538,8	2543,8	2445,5
Massa da amostra	127,7	127,6	124,3
Volume de lixiviante (m x 20)	2554,0	2552,0	2486,2
pH inicial	3,08	3,28	3,17
Código para análise (6)	N2/18-61	N2/18-62	N2/18-63
24 h			
Data: 26/11/2001		Hora: 15:00	
pH após 24 h	10,20	10,85	10,79
Volume lixiviado (7)	2527,5	2533,2	2465,0
Massa da amostra	127,2	127,3	122,4
Volume de lixiviante (m x 20)	2544,0	2546,0	2448,0
pH inicial	2,91	2,93	2,99
Código para análise (7)	N2/18-71	N2/18-72	N2/18-73
24 h			
Data: 27/11/2001		Hora: 15:00	
pH após 24 h	10,34	10,88	10,93
Volume lixiviado (8)	2528,1	2529,2	2385,1
Massa da amostra	127,7	127,7	123,0
Volume de lixiviante (m x 20)	2554,0	2554,0	2460,0
pH inicial	2,79	2,78	2,88
Código para análise (8)	N2/18-81	N2/18-82	N2/18-83
24 h			
Data: 28/11/2001		Hora: 15:00	
pH após 24 h	10,10	10,75	10,71
Volume lixiviado (9)	2535,4	2543,8	2439,2
Massa da amostra	127,0	125,1	122,4
Volume de lixiviante (m x 20)	2540,0	2502,0	2448,0
pH inicial	3,01	3,05	3,08
Código para análise (9)	N2/18-91	N2/18-92	N2/18-93
24 h			
Data: 29/11/2001		Hora: 15:00	
pH após 24 h	9,99	10,77	10,61
Volume lixiviado (10)	2489	2516	2431
Código para análise(10)	N2/18-101	N2/18-102	N2/18-103

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

- Obs: corpo 1 praticamente não quebrou
 corpo 2 quebrou muito
 corpo 3 quebrou muito, mas menos que o corpo 2

TCLP

N3/3

PC - 5 Data confec. 03/10/01	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Massa do conjunto de extração	162,1	166,4	161,7
Massa da amostra (m)	117,2	119,5	121,2

Procedimento TCLP: Data: 31/10/2001 hora: 15:40

Tipo de lixiviante : II

Volume do lixiviante (m x 20)	2334,0	2389,6	2424,0
pH final	12,15	12,04	11,55
Volume do extrato após filtrado	2373,0	2125,0	2443,7
Código para análise (1)	N3/3-1	N3/3-2	N3/3-3
Tempo de agitação da amostra (h)	18	18	18

Data Final: 01/11/2001 hora: 09:40

Observações:

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

TCLP

N3/7

PC - 9	Data confec. 10/10/01	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Massa do conjunto de extração		160,0	160,4	165,0
Massa da amostra (m)		116,1	119,6	119,3

Procedimento TCLP: Data: 07/11/2001 hora: 15:00

Tipo de lixiviante : II

Volume do lixiviante (m x 20)	2322,0	2392,0	2386,0
pH final	12,15	12,04	11,55
Volume do extrato após filtrado	2373,6	2282,4	2355,5
Código para análise (1)	N3/7-1	N3/7-2	N3/7-3
Tempo de agitação da amostra (h)	18	18	18

Data Final: 07/11/2001 hora: 09:00

Observações:

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

TCLP

N3/11

PC - 23 Data confec. 05/12/01	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Massa do conjunto de extração	161,2	168,4	162,2
Massa da amostra (m)	120,7	123,1	122,7
Procedimento TCLP: Data Inicial: 02/01/2002 hora: 14:00			
Tipo de lixiviante: II			
Volume do lixiviante (m x 20)	2414,0	2462,0	2454,0
pH final	12,15	12,04	11,55
Volume do extrato após filtrado	2003,3	2048,6	1976,5
Código para análise (1)	N3/11-1	N3/11-2	N3/11-3
Tempo de agitação da amostra (h)	18	18	18
Data Final: 03/01/2002 hora: 08:00			

Observações:

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

TCLP

N3/15

PC - 4	Data confec. 02/10/01	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Massa do conjunto de extração		160,7	165,4	160,4
Massa da amostra (m)		122,9	120,2	N.D.

Procedimento TCLP: Data Inicial: 30/10/2001 hora: 17:44

Tipo de lixiviante: II

Volume do lixiviante (m x 20)	2457,6	2403,8	2380,0
pH final	12,15	12,04	11,55
Volume do extrato após filtrado	2415,6	2409,0	2440,0
Código para análise (1)	N3/15-1	N3/15-2	N3/15-3
Tempo de agitação da amostra (h)	17	17	17

Data Final: 31/10/2001 hora: 11:44

Observações:

Faltou Energia Elétrica durante 1 hora, por isso a agitação foi só de 17 horas.

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

TCLP

N3/19

PC - 2	Data confec. 01/10/01	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Massa do conjunto de extração		160,4	162,4	160,5
Massa da amostra (m)		118,6	121,5	119,8

Procedimento TCLP: Data: 29/10/2001 hora: 15:43

Tipo de lixiviante : II

Volume do lixiviante (m x 20)	2372,0	2430,0	2396,0
pH final	12,15	12,04	11,55
Volume do extrato após filtrado	2353,8	2399,4	2369,7
Código para análise (1)	N3/19-1	N3/19-2	N3/19-3
Tempo de agitação da amostra (h)	18	18	18

Data Final: 30/10/2001 hora: 09:43

Observações:

N.D. = Não Determinado; Massa em (g) e Volume em (ml)

Ficha do Ensaio de Lixiviação de Resíduos – XP

Ensaio N°: N4 / 4		Executor:	
Objetivo do Ensaio:			
DADOS DO RESÍDUO BRUTO (IN NATURA):			
Procedência: Laboratório de Cimentação.			
Referência: PC-21de 19/11/2001.			
Descrição completa do resíduo bruto (in natura): Solução Sintética contendo os seguintes constituintes: Cu, Cd, Pb, Cr e Zn.			
(% m _s) Teor de matéria seca ($b \times 100 / a$) = 24,85			
Sub-amostra (a) em g: 24,95			
Resíduo seco (b) à (100-105)°C em g: 6,20			
1ª EXTRAÇÃO		Data: 17/12/01	
Hora inicial (h _i): 16:00		Hora final (h _f): 08:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s) – Réplica:	N4/4-11	N4/4-12	N4/4-13
Amostra(s) úmida(s) (c) em g:	98,21	98,04	101,28
Matéria seca (d) da(s) Amostra(s) (%/g) = $(cx100/mi)$ a (100 - 105)°C:	83,37	83,37	83,29
Massa inicial (m _i) da(s) Amostra(s) (g):	117,80	117,60	121,60
Massa do Conjunto de Lixiviação (g):	164,80	162,20	159,80
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,18	1,18	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,61	12,68	12,65
Temperatura inicial da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,15	1,14	1,19
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,10	13,02	13,25
Código da amostra para análise:	N4/4-11	N4/4-12	N4/4-13
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₁):	2,27	7,77	6,68
Fração Solúvel global (f ₁) = $e_1 \times 100 / d$ (%/g):	2,72	9,32	8,02

2ª EXTRAÇÃO			
Data:18/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00		Hora final (h _f): 08:00
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas):16± 1 hora			
Código da Amostra – Réplica:	N4/4-11	N4/4-12	N4/4-13
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,18	1,18	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura	12,46	12,45	12,40
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,17	1,16	1,19
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,31	13,32	13,42
Código da amostra para análise (2):	N4/4-21	N4/4-22	N4/4-23
Resíduo seco do Lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₂):	3,25	2,77	0,39
Fração Solúvel global (f ₂) = e ₂ x 100 / d (% em g):	3,90	3,32	0,47
3ª EXTRAÇÃO			
Data:19/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00		Hora final (h _f): 08:00
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas):16± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,18	1,18	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura	12,44	12,35	12,55
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,17	1,16	1,20
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,19	13,20	13,17
Código da amostra para análise (3):	N4/4-31	N4/4-32	N4/4-33
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₃):	3,43	4,62	2,33
Fração Solúvel global (f ₃) = e ₃ x 100 / d (% em g):	4,11	5,54	2,80
4ª EXTRAÇÃO			
Data:21/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00		Hora final (h _f): 08:00
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas):16± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,18	1,18	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura	12,24	12,26	12,27
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,16	1,16	1,21
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,87	12,92	12,89
Código da amostra para análise (4):	N4/4-41	N4/4-42	N4/4-43
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₄):	2,32	2,76	2,73
Fração Solúvel global (f ₄) = e ₄ x 100 / d (% em g):	2,78	3,31	3,28

Ficha do Ensaio de Lixiviação de Resíduos – XP

Ensaio N°: N4 / 8		Executor:	
Objetivo do Ensaio: Comparação de Normas			
DADOS DO RESÍDUO BRUTO (IN NATURA): Procedência: Laboratório de Cimentação. Referência: PC – 15 de 01/11/2001. Descrição completa do resíduo bruto (in natura): Solução Sintética contendo os seguintes constituintes: Cu, Cd, Pb, Cr e Zn. (% m _s) Teor de matéria seca ($b \times 100 / a$) = 24,85 Sub-amostra (a) em g: 24,95 Resíduo seco (b) à (100-105)°C em g: 6,20			
1ª EXTRAÇÃO		Data: 29/11/2001	
Hora inicial (h _i): 17:30		Hora final (h _f) : 09:40	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s) – Réplica:	<i>N4/8-1</i>	<i>N4/8-2</i>	<i>N4/8-3</i>
Amostra(s) úmida(s) (c) em g:	86,54	84,29	90,10
Matéria seca (d) da(s) Amostra(s) (%/g) = $(c \times 100 / m_i)$ a (100 - 105)°C:	83,37	83,29	84,92
Massa inicial (m _i) da(s) Amostra(s) (g):	103,80	101,20	106,10
Massa do Conjunto de Lixiviação (g):	165,00	160,30	160,00
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L :	1,04	1,01	1,07
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,22	11,86	12,19
Temperatura inicial da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,00	0,97	1,02
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,70	12,57	12,61
Código da amostra para análise (1):	<i>N4/8-11</i>	<i>N4/8-12</i>	<i>N4/8-13</i>
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₁):	7,55	6,56	7,38
Fração Solúvel global (f ₁) = $e_1 \times 100 / d$ (%/g):	9,06	7,88	8,69

2ª EXTRAÇÃO			
Data: 30/11/2001	Hora inicial (h _i): 17:00	Hora final (h _f): 09:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s) – Réplica:	N4/8-1	N4/8-2	N4/8-3
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L :	1,04	1,01	1,07
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,22	12,31	12,25
Temperatura da mistura (°C):	26,3	26,4	26,4
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,00	0,99	1,03
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,40	12,50	12,78
Código da amostra para análise (2):	N4/8-21	N4/8-22	N4/8-23
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₂):	5,66	5,60	3,58
Fração Solúvel global (f ₂) = e ₂ x 100 / d (% em g):	6,79	6,72	4,22
3ª EXTRAÇÃO			
Data: 02/11/2001	Hora inicial (h _i): 17:00	Hora final (h _f): 09:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L :	1,04	1,01	1,07
pH inicial (pH _i) da mistura:	ND	ND	ND
Temperatura da mistura (°C):	ND	ND	ND
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,03	0,97	1,04
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	ND	ND	ND
Código da amostra para análise (3):	N4/8-31	N4/8-32	N4/8-33
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₃):	3,72	1,77	5,31
Fração Solúvel global (f ₃) = e ₃ x 100 / d (% em g):	4,46	2,13	6,25
4ª EXTRAÇÃO			
Data: 03/02/2001	Hora inicial (h _i): 17:00	Hora final (h _f): 09:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L :	1,04	1,01	1,07
pH inicial (pH _i) da mistura:	ND	ND	ND
Temperatura da mistura (°C):	ND	ND	ND
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,02	0,98	1,04
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,86	12,90	12,95
Código da amostra para análise (4):	N4/8-41	N4/8-42	N4/8-43
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₄):	3,12	3,54	1,56
Fração Solúvel global (f ₄) = e ₄ x 100 / d (% em g):	3,74	4,25	1,84

Ficha do Ensaio de Lixiviação de Resíduos – XP

Ensaio N°: N4 / 12		Executor:	
Objetivo do Ensaio: Comparação de Normas.			
DADOS DO RESÍDUO BRUTO (IN NATURA):			
Procedência: Laboratório de Cimentação.			
Referência: PC – 18 de 05/11/2001.			
Descrição completa do resíduo bruto (in natura): Solução Sintética contendo os seguintes constituintes: Cu, Cd, Pb, Cr e Zn.			
(% m _s) Teor de matéria seca ($b \times 100 / a$) = 24,85			
Sub-amostra (a) em g: 24,95			
Resíduo seco (b) à (100-105)°C em g: 6,20			
1ª EXTRAÇÃO		Data: 03/12/2001	
Hora inicial (h _i): 16:00		Hora final (h _f): 8:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s): – Réplica:	N4/12-1	N4/12-2	N4/12-3
Amostra(s) úmida(s) (c) em g:	99,03	99,54	101,45
Matéria seca (d) da(s) Amostra(s) (%/g) = (cx100/mi) a (100 - 105)°C:	83,29	83,37	83,29
Massa inicial (m _i) da(s) Amostra(s) (g):	118,90	119,40	121,80
Massa do Conjunto de Lixiviação (g):	161,90	164,40	163,30
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x10) em L:	1,19	1,19	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,46	12,44	12,40
Temperatura inicial da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,16	1,16	1,19
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,90	12,86	12,87
Código da amostra para análise (1):	N4/12-11	N4/12-12	N4/12-13
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₁):	7,24	5,60	5,10
Fração Solúvel global (f ₁) = e ₁ x 100 / d (%/g) (%/g):	8,69	6,72	6,12

2ª EXTRAÇÃO			
Data: 04/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 8:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s): – Réplica:	N4/12-1	N4/12-2	N4/12-3
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i ×10) em L:	1,19	1,19	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,36	12,25	12,22
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,14	1,15	1,15
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,95	13,00	13,02
Código da amostra para análise (2):	N4/12-21	N4/12-22	N4/12-23
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₂):	0,00	0,00	0,00
Fração Solúvel global (f ₂) = e ₂ × 100 / d (%/g):	0,00	0,00	0,00
3ª EXTRAÇÃO			
Data: 05/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 08:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i ×10) em L:	1,19	1,19	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,47	12,45	12,24
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,18	1,19	1,21
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,70	12,67	12,64
Código da amostra para análise (3):	N4/12-31	N4/12-32	N4/12-33
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₃):	0,00	0,00	0,00
Fração Solúvel global (f ₃) = e ₃ × 100 / d (%/g):	0,00	0,00	0,00
4ª EXTRAÇÃO			
Data: 06/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 08:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i ×10) em L:	1,19	1,19	1,22
pH inicial (pH _i) da mistura:	12,20	12,17	12,22
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,17	1,16	1,20
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	12,81	12,89	12,88
Código da amostra para análise (4):	N4/12-41	N4/12-42	N4/12-43
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₄):	0,00	0,00	0,00
Fração Solúvel global (f ₄) = e ₄ × 100 / d (%/g):	0,00	0,00	0,00

Ficha do Ensaio de Lixiviação de Resíduos – XP

Ensaio N°: N4 / 16		Executor:	
Objetivo do Ensaio: Comparação de Normas			
DADOS DO RESÍDUO BRUTO (IN NATURA):			
Procedência: Laboratório de Cimentação.			
Referência: PC-19 de 12/11/2001.			
Descrição completa do resíduo bruto (in natura): Solução Sintética contendo os seguintes constituintes: Cu, Cd, Pb, Cr e Zn.			
(% m _s) Teor de matéria seca (b x 100 / a) = 24,85			
Sub-amostra (a) em g: 24,95			
Resíduo seco (b) à (100-105)°C em g: 6,20			
1ª EXTRAÇÃO		Data: 10/12/2001	
Hora inicial (h _i): 16:00		Hora final (h _f): 8:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s) – Réplica:	N4/16-1	N4/16-2	N4/16-3
Amostra(s) úmida(s) (c) em g:	95,38	93,84	91,37
Matéria seca (d) da(s) Amostra(s) (%/g) = (c x 100/ m_i) a (100 - 105)°C:	83,37	84,92	83,29
Massa inicial (m_i) da(s) Amostra(s) (g):	114,40	110,50	109,70
Massa do Conjunto de Lixiviação (g):	160,60	161,00	166,90
Volume do Lixivante (V₁) onde (V₁ = m_i x 10) em L:	1,14	1,11	1,10
pH inicial (pH _i) da mistura	12,62	12,57	12,52
Temperatura inicial da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,11	1,06	1,05
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,24	13,17	13,23 ©
Código da amostra para análise (1):	N4/16-11	N4/16-12	N4/16-13
Resíduo seco do lixiviado a (100-105)°C (g/L) (e₁):	3,78	5,34	4,54
Fração Solúvel global (f₁) = (e₁ x 100 / d) em (%/g):	4,53	6,29	5,45

2ª EXTRAÇÃO			
Data: 11/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 08:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s): – Réplica:	N4/16-1	N4/16-2	N4/16-3
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,14	1,11	1,10
pH inicial (pH _i) da mistura	12,66	12,44	12,65
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,14	1,09	1,08
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,16	13,12	13,10
Código da amostra para análise (2):	N4/16-21	N4/16-22	N4/16-23
Resíduo seco do Lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₂):	4,17	5,37	4,66
Fração Solúvel global (f ₂) = e ₂ x 100 / d (%/g):	5,00	6,32	5,59
3ª EXTRAÇÃO			
Data: 12/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 08:00	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,14	1,11	1,10
pH inicial (pH _i) da mistura	12,37	12,39	12,47
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,12	1,08	1,08
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,31	13,17	13,35
Código da amostra para análise (3):	N4/16-31	N4/16-32	N4/16-33
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₃):	2,67	1,19	4,56
Fração Solúvel global (f ₃) = e ₃ x 100 / d (%/g):	3,20	1,40	5,47
4ª EXTRAÇÃO			
Data: 13/11/2001	Hora inicial (h _i): 16:49	Hora final (h _f): 08:50	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,14	1,11	1,10
pH inicial (pH _i) da mistura	12,18	12,36	12,30
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,11	1,08	1,08
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,18	ND	ND
Código da amostra para análise (4):	N4/16-41	N4/16-42	N4/16-43
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₄):	1,14	2,24	0,37
Fração Solúvel global (f ₄) = e ₄ x 100 / d (%/g):	1,37	2,64	0,44

Ficha do Ensaio de Lixiviação de Resíduos – XP

Ensaio N°: N4 / 20	Executor:		
Objetivo do Ensaio: Comparação de Normas.			
DADOS DO RESÍDUO BRUTO (IN NATURA):			
Procedência: Laboratório de Cimentação.			
Referência: PC-22 de 28/11/2001.			
Descrição completa do resíduo bruto (in natura): Solução Sintética contendo os seguintes constituintes: Cu, Cd, Pb, Cr e Zn.			
(% m _s) Teor de matéria seca ($b \times 100 / a$) = 24,85			
Sub-amostra (a) em g: 24,95			
Resíduo seco (b) à (100-105)°C em g: 6,20			
1ª EXTRAÇÃO	Data: 26/12/2001		
Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 08:30		
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Código da(s) Amostra(s) – Réplica:	N4/20-1	N4/20-2	N4/20-3
Amostra(s) úmida(s) (c) em g:	102,07	97,45	100,460
Matéria seca (d) da(s) Amostra(s) (% g) = $(cx100/m_i)$ a (100 - 105)°C:	84,92	83,29	83,37
Massa inicial (m _i) da(s) Amostra(s) (g):	120,20	117,00	120,50
Massa do Conjunto de Lixiviação (g):	161,90	166,60	163,10
Volume do Lixivante (V1) onde (V1 = m _i x 10) em L:	1,20	1,17	1,21
pH inicial (pH _i) da mistura	12,51	12,52	12,50
Temperatura inicial da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,17	1,14	1,16
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,14	12,98	13,00
Código da amostra para análise (1):	N4/20-11	N4/20-12	N4/20-13
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₁):	3,87	4,63	3,76
Fração Solúvel global (f ₁) = $e_1 \times 100 / d$ (%/g):	4,56	5,56	4,51

2ª EXTRAÇÃO			
Data: 27/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:30	Hora final (h _f): 08:30	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Código da Amostra – Réplica:	N4/20-1	N4/20-2	N4/20-3
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,20	1,17	1,21
pH inicial (pH _i) da mistura	12,50	12,63	12,26
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,19	1,16	1,18
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,19	13,18	13,24
Código da amostra para análise (2):	N4/20-21	N4/20-22	N4/20-23
Resíduo seco do Lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₂):	1,14	4,57	3,77
Fração Solúvel global (f ₂) = e ₂ x 100 / d (% em g):	1,34	5,49	4,52
3ª EXTRAÇÃO			
Data: 29/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:30	Hora final (h _f): 09:20	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,20	1,17	1,21
pH inicial (pH _i) da mistura	12,57	12,60	12,76
Temperatura da mistura (°C):	25	25	25
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,18	1,16	1,20
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,20	13,18	13,20
Código da amostra para análise (3):	N4/20-31	N4/20-32	N4/20-33
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₃):	2,30	1,56	4,39
Fração Solúvel global (f ₃) = e ₃ x 100 / d (% em g):	2,71	1,87	5,27
4ª EXTRAÇÃO			
Data: 31/12/2001	Hora inicial (h _i): 16:00	Hora final (h _f): 08:50	
PERÍODO DE AGITAÇÃO (horas): 16 ± 1 hora			
Volume do Lixivante (V ₁) onde (V ₁ = m _i x 10) em L:	1,20	1,17	1,21
pH inicial (pH _i) da mistura	12,24	12,40	12,50
Temperatura da mistura (°C):	24,3	24,3	24,3
Volume do Lixiviado (filtrado) em L:	1,02	1,15	1,18
pH final (pH _f) do Lixiviado (filtrado):	13,19	13,12	13,11
Código da amostra para análise (4):	N4/20-41	N4/20-42	N4/20-43
Resíduo seco do lixiviado (100-105)°C (g/L) (e ₄):	1,06	0,78	0,79
Fração Solúvel global (f ₄) = e ₄ x 100 / d (% em g):	1,25	0,94	0,95

ANEXO C

Resultados das Análises Químicas dos Lixiviados

CÁDMIO (Cd)

Concentrações (mg/L)	Normas	Corpos-de-prova	Pastas
0,24	NBR 10.005	1	5
0,17		2	
0,16		3	
0,10		4	1
0,097		5	
0,20		6	
0,085		7	9
0,007		8	
0,081		9	
0,13		10	13
0,11		11	
0,12		12	
0,11		13	17
0,20		14	
0,10		15	
0,128	MEP	16	2
0,265		17	
0,235		18	
0,445		19	10
0,315		20	
0,175		21	
0,285		22	14
0,345		23	
0,245		24	
0,275		25	6
0,165		26	
0,235		27	
0,165	28	18	
0,355	29		
0,345	30		
0,014	TCLP	31	3
0,007		32	
0,005		33	
0,24		34	15
< 0,005		35	
0,28		36	
0,030		37	7
0,020		38	
0,010		39	
0,008		40	19
0,005		41	
0,007		42	
< 0,005		43	11
< 0,005		44	
< 0,005		45	
0,020	X 31-210	46	8
0,024		47	
0,025		48	
0,020		49	4
0,020		50	
0,020		51	
0,020		52	12
0,020		53	
0,020		54	
0,026		55	20
0,021		56	
0,027		57	
0,020		58	16
0,020		59	
0,020		60	

ZINCO (Zn)

Concentrações (mg/L)	Normas	Corpos-de-prova	Pastas
0,27	NBR 10.005	1	5
0,21		2	
0,20		3	
0,17		4	1
0,16		5	
0,27		6	
0,11		7	9
0,12		8	
0,11		9	
0,19		10	13
0,19		11	
0,18		12	
0,24		13	17
0,30		14	
0,21		15	
0,278	MEP	16	2
0,353		17	
0,359		18	
0,651		19	10
0,448		20	
0,332		21	
0,385		22	14
0,448		23	
0,380		24	
0,391		25	6
0,335		26	
0,412		27	
0,364		28	18
0,532		29	
0,474		30	
0,11	TCLP	31	3
0,078		32	
0,10		33	
0,080		34	15
0,050		35	
0,030		36	
0,14		37	17
0,071		38	
0,074		39	
0,16		40	19
0,16		41	
0,15		42	
0,033		43	11
0,034		44	
0,030		45	
0,092	X 31-210	46	8
0,122		47	
0,122		48	
0,256		49	4
0,282		50	
0,242		51	
0,243		52	12
0,152		53	
0,232		54	
0,132		55	20
0,116		56	
0,123		57	
0,187		58	16
0,223		59	
0,194		60	

CHUMBO (Pb)

Concentrações (mg/L)	Normas	Corpos-de-prova	Pastas
2,8	NBR 10.005	1	5
1,2		2	
1,5		3	
0,55		4	1
1,1		5	
1,5		6	
0,34		7	9
0,23		8	
0,30		9	
1,1		10	13
0,80		11	
0,66		12	
0,83		13	17
1,8		14	
1,0		15	
1,05	MEP	16	2
2,05		17	
1,55		18	
3,36		19	10
2,06		20	
1,56		21	
5,85		22	14
4,85		23	
4,88		24	
2,05		25	6
0,89		26	
1,55		27	
1,39		28	18
3,37		29	
2,69		30	
0,42	TCLP	31	3
0,71		32	
0,30		33	
1,9		34	15
2,4		35	
3,1		36	
1,1		37	7
1,1		38	
1,3		39	
0,05		40	19
0,05		41	
0,05		42	
0,79		43	11
0,66		44	
0,86		45	
33,3	X 31-210	46	8
35,8		47	
34,2		48	
62,9		49	4
63,2		50	
68,8		51	
35,3		52	12
37,4		53	
33,4		54	
58,5		55	20
56,7		56	
58,9		57	
48,2		58	16
38,6		59	
38,7		60	

COBRE (Cu)

Concentrações (mg/L)	Normas	Corpos-de-prova	Pastas
0,20	NBR 10.005	1	5
0,11		2	
0,11		3	
0,10		4	1
0,091		5	
0,15		6	
0,046		7	9
0,036		8	
0,042		9	
0,084		10	13
0,070		11	
0,086		12	
0,069		13	17
0,13		14	
0,065		15	
0,132	MEP	16	2
0,205		17	
0,185		18	
0,381		19	10
0,308		20	
0,206		21	
0,432		22	14
0,310		23	
0,351		24	
0,159		25	6
0,179		26	
0,160		27	
0,188		28	18
0,310		29	
0,307		30	
0,025	TCLP	31	3
0,019		32	
0,019		33	
0,027		34	15
0,032		35	
0,042		36	
0,053		37	7
0,050		38	
0,044		39	
0,016		40	19
0,017		41	
0,014		42	
0,018		43	11
0,017		44	
0,017		45	
0,040	X 31-210	46	8
0,060		47	
0,079		48	
0,032		49	4
0,020		50	
0,067		51	
0,072		52	12
0,069		53	
0,058		54	
0,064		55	20
0,060		56	
0,082		57	
0,077		58	16
0,040		59	
0,054		60	

CROMO (Cr)

Concentrações (mg/L)	Normas	Corpos-de-prova	Pastas
0,022	NBR 10.005	1	5
0,013		2	
0,020		3	
0,013		4	1
0,014		5	
0,023		6	
0,010		7	9
0,007		8	
0,010		9	
0,009		10	13
0,013		11	
0,012		12	
0,009		13	17
0,015		14	
0,009		15	
0,070	MEP	16	2
0,072		17	
0,063		18	
0,173		19	10
0,215		20	
0,134		21	
0,411		22	14
0,292		23	
0,350		24	
0,153		25	6
0,115		26	
0,118		27	
0,084		28	18
0,199		29	
0,147		30	
0,042	TCLP	31	3
0,016		32	
0,017		33	
0,005		34	15
0,010		35	
0,025		36	
0,075		37	7
0,060		38	
0,057		39	
0,012		40	19
0,021		41	
0,019		42	
0,006		43	11
0,009		44	
0,013		45	
0,020	X 31-210	46	8
0,058		47	
0,085		48	
0,022		49	4
0,020		50	
0,027		51	
0,020		52	12
0,020		53	
0,020		54	
0,022		55	20
0,023		56	
0,053		57	
0,020		58	16
0,020		59	
0,038		60	

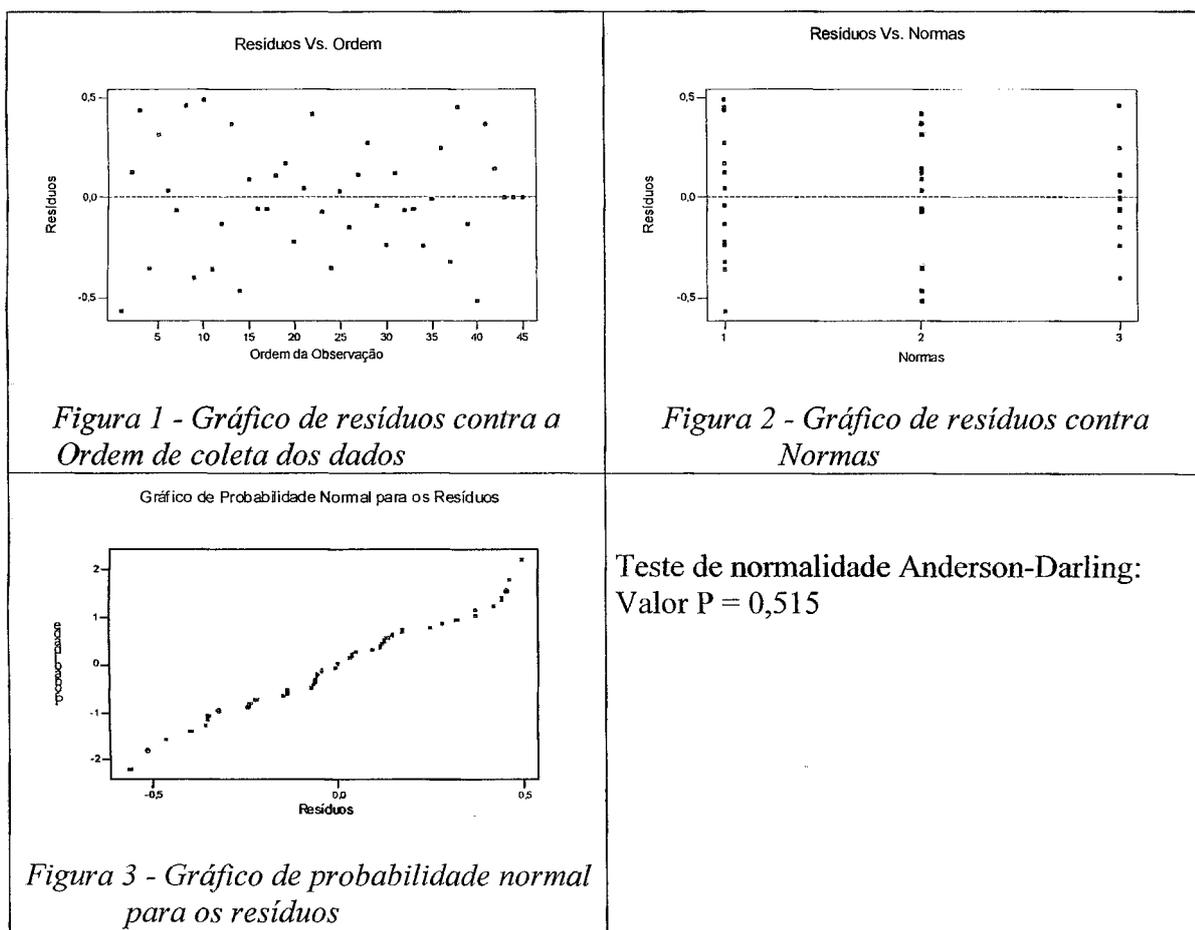
ANEXO D

**Verificação das Suposições do Modelo Estatístico Seleccionado
para a Análise Estatística dos Dados de Lixiviação Efetuada
para o Chumbo (Pb)**

Verificação da adequação do modelo para o Experimento Hierárquico aplicada ao metal pesado chumbo (Pb)

Suposições: Os componentes de erro aleatório $\varepsilon_{(ij)k}$ são variáveis aleatórias independentes e identicamente distribuídas com distribuição normal de média zero e variância constante σ^2 ($\varepsilon_{(ij)k}$ i.i.d. $N(0, \sigma^2)$).

Análise de resíduos para o logaritmo natural das medidas observadas:



Observando a **Figura 1**, não é possível notar quaisquer configurações especiais que revelem uma associação dos resíduos com a ordem de coleta das observações, o que indica que a suposição de independência não parece ter sido violada.

Analisando a **Figura 2**, pode-se observar que as faixas de dispersão dos resíduos para cada Norma são aproximadamente iguais, o que indica que a suposição de igualdade de variância pode ser considerada válida.

O gráfico de probabilidade normal para os resíduos é apresentado na **Figura 3**. Nesta figura, pode-se notar que os pontos centrais estão localizados, de forma aproximada, ao longo de uma reta, indicando que a suposição de normalidade está satisfeita. Observa-se também que o p-valor é maior do 0,01 (p-valor = 0,515).

ANEXO E

Método de Comparação de Duncan Efetuado para o Zinco

APLICAÇÃO DO MÉTODO DE DUNCAN (COMPARAÇÕES MÚLTIPLAS) PARA O METAL PESADO ZINCO (ZN)

Como sugerido por WERKEMA, 1996^(a) exemplifica-se a aplicação do Método de Duncan para o zinco.

1) Ordenando-se as médias amostrais, obtém-se a seguinte seqüência:

$$\text{TCLP}_t \rightarrow \text{XP}_t \rightarrow \text{NBR 10.005}_t \rightarrow \text{MEP}_t$$

onde t mostra que os dados utilizados são transformados (transformação logaritmo natural)

2) Cálculo do desvio padrão das médias:

$$S_{xi} = \sqrt{\frac{QMR}{n}} = \sqrt{\frac{0,001513}{15}} = 0,01$$

onde:

QMR = quadrado médio residual

n = número de observações em cada tratamento

3) Pela Tabela de Duncan (WERKEMA, 1996^(a): 269) são encontrados os valores para $v_\alpha(p,f)$, onde:

p = número de médias envolvidas na comparação

α = nível de significância

f = Número de graus de liberdade de SQR

$$V_{0,05}(2,40) = 2,86 \quad V_{0,05}(3,40) = 3,01 \quad V_{0,05}(4,40) = 3,10$$

4) Cálculo das amplitudes significantes mínimas (R_p) por meio da equação

$$R_p = v_\alpha(p,f) \cdot S_{xi}$$

$$R_2 = 0,0287$$

$$R_3 = 0,03022$$

$$R_4 = 0,03112$$

5) Fazendo-se as diferenças entre as médias e comparando-as com os valores encontrados resulta em:

$$MEP_t - TCLP_t = 0,3134 > R_4 = 0,03112 \Rightarrow \text{São diferentes}$$

$$MEP_t - XP_t = 0,1814 > R_3 = 0,03022 \Rightarrow \text{São diferentes}$$

$$MEP_t - NBR10005_t = 0,1654 > R_2 = 0,0287 \Rightarrow \text{São diferentes}$$

$$NBR10005_t - TCLP_t = 0,148 > R_3 = 0,03022 \Rightarrow \text{São diferentes}$$

$$NBR10005_t - XP_t = 0,016 < R_2 = 0,0287 \Rightarrow \text{São iguais}$$

$$XP_t - TCLP_t = 0,132 > R_2 = 0,0287 \Rightarrow \text{São diferentes}$$

Conclusão:

$$TCLP_t < NBR 10.005_t = XP < MEP_t$$