

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AMBIENTAL
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

MARIANA ÁVILA

**ESTUDO DE ALTERNATIVAS DE TRATAMENTO DE REJEITOS
LABORATORIAIS PROCEDENTES DA ANÁLISE DE
CONCENTRAÇÃO DE URÂNIO PARA FINS DE SALVAGUARDAS
NUCLEARES**

VOLTA REDONDA

2018

FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AMBIENTAL
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**ESTUDO DE ALTERNATIVAS DE TRATAMENTO DE REJEITOS
LABORATORIAIS PROCEDENTES DA ANÁLISE DE
CONCENTRAÇÃO DE URÂNIO PARA FINS DE SALVAGUARDAS
NUCLEARES**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Ambiental do UniFOA como requisito à obtenção do título de bacharel em Engenharia Ambiental.

Aluna:

Mariana Ávila

Orientador:

Prof. Dr. Valmir Pereira

Coorientador:

Prof. Me. Amarildo de Oliveira Ferraz

VOLTA REDONDA

2018



Fundação Oswaldo Aranha



**Anexo 10
FOLHA DE APROVAÇÃO**

Curso: **Engenharia Ambiental**

Trabalho de Conclusão de Curso intitulado:

**“ESTUDOS DE ALTERNATIVAS DE TRATAMENTO DE REJEITOS LABORATORIAIS
PROCEDENTES DA ANÁLISE DE CONCENTRAÇÃO DE URÂNIO PARA FINS DE SALVAGUARDAS
NUCLEARES ”**

Elaborado por:

Acadêmica (s)

Mariana Ávila

Matrícula (s)

201411093

Apresentado publicamente perante a Banca Avaliadora, como parte dos requisitos para conclusão do Curso de Engenharia Ambiental.

Aprovada em 14 de novembro de 2018

Banca Examinadora:

Professor Orientador: Valmir Pereira, Doutor / UniFOA

Professora Avaliadora: Ana Claudia de Almeida Cardinot, Mestre / UniFOA

Professora Avaliadora: Joice Andrade de Araujo, Mestre / UniFOA

Campus Universitário Oezio Galotti
Sede Administrativa
Erllei Alves Abrantes, n.º 1.325 - Três Poços
27240-560 - Volta Redonda - RJ.
Tel.: (24) 3340-8400

Campus Universitário João Pessoa Fagundes
Rua 28, n.º 619 - Tangerinal
27262-340 - Volta Redonda - RJ.
Tel.: (24) 3336-7451 / 3336-7483

Campus Universitário Portão José de Almeida
Av. Lucas Evangelista, n.º 852 - Atarrado
27215-630 - Volta Redonda - RJ.
Tel.: (24) 3344-1412 / 3344-1421

Campus Universitário Colina
Rua Nossa Sra. das Graças, n.º 273 - Colina
27253-410 - Volta Redonda - RJ.
Tel.: (24) 3340-8437

Campus Universitário José Vinciprova
Shopping 16
Rua 23 B, n.º 39 - Vila Santa Cecília
27260-130 - Volta Redonda - RJ.
Tel.: (24) 3348-5951 / 3340-8015

Campus Universitário Leonardo Mollica
Avenida Jaraguá, n.º 1.084 - Retiro
27277-130 - Volta Redonda - RJ.
Tel.: (24) 3344-1850

www.unifoa.edu.br

Aos meus pais, sempre presentes, por me incentivarem a seguir meus sonhos e me ensinarem o valor do conhecimento.

AGRADECIMENTOS

À minha família que, com todo o apoio, me permitiu chegar até aqui.

Ao meu orientador Valmir e coorientador Amarildo, que cruzaram meu caminho, compartilharam seus conhecimentos e me tornaram capaz de desenvolver este trabalho.

À professora Ana Cláudia, ao meu orientador de estágio Antônio Carlos, ao colega de estágio Bryan Sipião, ao técnico de laboratório do centro de pesquisas da CSN, Charles e ao técnico de laboratório do UniFOA, Genessi, por toda a ajuda e auxílio prestado.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1.	Problema	15
1.2.	Justificativa	17
1.3.	Metodologia de Pesquisa	17
1.4.	Objetivos	18
1.4.1.	Objetivo Geral	18
1.4.2.	Objetivos Específicos	18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1.	Urânio	20
2.2.	Energia de Fissão Nuclear	20
2.3.	Armas Nucleares	21
2.4.	Tratado de Não Proliferação de Armas Nucleares	23
2.5.	Contabilidade de Material Nuclear	23
2.6.	Salvaguardas Internacionais de Materiais Nucleares	24
2.7.	Agências Fiscalizadoras	24
2.7.1.	Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA)	25
2.7.2.	Agência Brasil Argentina de Contabilidade e Controle (ABACC)	25
2.8.	Titulação Potenciométrica de DAVIES & GRAY	26
2.9.	Metais Pesados	26
2.9.1.	Cromo	27
2.9.2.	Ferro	29
2.9.3.	Vanádio	30
2.10.	Potencial Hidrogeniônico	30
2.11.	Precipitação Química	31
2.12.	Evaporação	34
3	MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1.	Materiais	36
3.2.	Equipamentos	36
3.3.	Metodologia	37
3.4.	Caracterização do Rejeito	37
3.4.1.	Caracterização Qualitativa do Rejeito	38

3.4.2. Caracterização Quantitativa do Rejeito	39
3.5. Práticas Laboratoriais.....	41
3.5.1. Precipitação Química	41
3.5.1.1. Amostra 1	43
3.5.1.2. Amostra 2	44
3.5.1.3. Amostra 3	45
3.5.1.4. Amostra 4	46
3.5.1.5. Escolha do melhor pH	47
3.5.1.6. Filtração a Vácuo.....	48
3.5.2. Evaporação	48
3.6. Avaliação dos Parâmetros das Amostras Tratadas.....	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
4.1. Caracterização Qualitativa do Rejeito	51
4.2. Caracterização Quantitativa do Rejeito	51
4.3. Práticas Laboratoriais.....	53
4.3.1. Precipitação Química	53
4.3.2. Evaporação	58
4.4. Avaliação dos Parâmetros das Amostras Tratadas.....	60
4.4.1. Amostra Tratada por Precipitação Química.....	60
4.4.2. Amostra Tratada por Evaporação	62
4.5. Comparação das Metodologias Desenvolvidas.....	63
5 CONCLUSÕES	66
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	68
6.1. Evaporação	68
6.2. Outras Alternativas de Tratamento.....	68
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	69

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Medição do Nível de Urânio no Rejeito Hídrico.	16
Figura 2 - Medição do Nível de Urânio no Rejeito Sólido.	17
Figura 3 - Escala de pH e pOH.	31
Figura 4 - Concentração de metal solúvel residual em função do pH para precipitação de metais como hidróxidos.	33
Figura 5 - Concentração de metal solúvel residual em função do pH para precipitação de metais como sulfetos.	33
Figura 6 - Sistema de funcionamento de um rotaevaporador.	35
Figura 7 - Fluxograma das etapas da metodologia desenvolvida.	37
Figura 8 - Rejeito coletado no laboratório de análise.	39
Figura 9 - Rejeito proveniente das análises de concentração de urânio.	40
Figura 10 - Imagem representativa das amostras analisadas e seus respectivos volumes.	42
Figura 11 - Amostra em pH 2.	42
Figura 12 - Amostra 1 em pH 8.	44
Figura 13 - Amostra 2 em pH 9.	45
Figura 14 - Amostra 3 em pH 10.	46
Figura 15 - Amostra 4 em pH 11.	47
Figura 16 - Rotaevaporador com glicerina aquecida.	49
Figura 17 - Amostras após decantação.	54
Figura 18 - Amostra 1 após 24 horas de decantação.	55
Figura 19 - Precipitado formado junto a cristais de soda cáustica.	55
Figura 20 - Cristais de soda cáustica.	56
Figura 21 - Fase líquida da amostra 1 após separação.	57
Figura 22 - Amostra 1 após filtração à vácuo.	58
Figura 23 - Líquido condensado após tratamento por evaporação.	59
Figura 24 - Líquido concentrado após tratamento por evaporação.	59
Figura 25 - Comparação entre líquido concentrado após evaporação e amostra bruta.	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Valores de pH das amostras após adição de soda cáustica.	43
Tabela 2 - Concentrações dos parâmetros Cromo, Ferro, Vanádio e pH em amostra bruta.	52
Tabela 3 - Concentrações de outros parâmetros analisados através de leitura em ICP-AES da amostra bruta.	53
Tabela 4 - Concentrações dos parâmetros Cromo, Ferro, Vanádio e pH em amostra tratada por precipitação química.	61
Tabela 5 - Concentrações de Alumínio, Manganês e Zinco após tratamento por precipitação química.	62
Tabela 6 - Concentrações dos parâmetros Cromo, Ferro, Vanádio e pH em amostras concentrada e tratada por evaporação.....	62
Tabela 7 - Concentrações de Alumínio, Manganês e Zinco após tratamento por evaporação.....	63
Tabela 8 - Eficiências de tratamento das metodologias desenvolvidas.	64
Tabela 9 - Vantagens e desvantagens das metodologias desenvolvidas.	65

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Metais presentes na amostra.	51
--	----

LISTA DE SIGLAS E ACRÔNIMOS

ABACC – Agência Brasil Argentina de Contabilidade e Controle de Materiais Nucleares

AIEA – Agência Internacional de Energia Atômica

ASTM – American Society for Testing and Materials

CNEN – Comissão Nacional de Energia Nuclear

DBO – Demanda Bioquímica de Oxigênio

DQO – Demanda Química de Oxigênio

INB – Indústrias Nucleares do Brasil

ICP - AES – Espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente

ONU – Organização das Nações Unidas

pH – Potencial Hidrogeniônico

TNP – Tratado de Não Proliferação de Armas Nucleares

LISTA DE SÍMBOLOS

CaO – Óxido de Cálcio

Ca(OH)₂ – Hidróxido de Cálcio

CO₂ – Dióxido de Carbono

CO₃⁻² – Carbonato

FeO.Cr₂O₃ – Cromita

FeSO₄.7H₂O - Sulfato Ferroso Heptahidratado

HNO₃ - Ácido Nítrico

H₂SO₄ - Ácido Sulfúrico

H₃PO₄ - Ácido Fosfórico

K₂Cr₂O₇ – Dicromato de Potássio

NaOH – Hidróxido de Sódio ou Soda Cáustica

NH₂SO₃H - Ácido Sulfâmico

[(NH₄)₆Mo₇O₂₄].4H₂O - Molibdato de Amônio Tetrahidratado

OH⁻ – Hidróxido

S⁻² – Sulfeto

V₂(SO₄)₃ - Sulfato de Vanadila

RESUMO

No Brasil, anualmente, são realizadas inspeções em instalações nucleares, onde o urânio que é o protagonista nesse tipo de produção energética devido a suas propriedades nucleares, torna-se um receio para o mundo. Desta maneira, amostras contendo esse elemento, originárias de diferentes fases de seu ciclo de vida, são retiradas para fins de Controle e Salvaguardas internacionais. Dentre as diversas ações necessárias para comprovar que o Brasil faz o uso exclusivamente pacífico deste material, são feitas análises e avaliações de amostras com o objetivo de verificar a concentração de urânio declarada. Um dos possíveis métodos utilizados para esta determinação é a titulação potenciométrica. No entanto, este método analítico possui característica destrutiva, sendo responsável por gerar um rejeito hídrico que necessita de tratamento para descarte. Assim, o presente estudo objetivou avaliar e propor uma alternativa de tratamento eficiente para rejeitos provenientes das análises de concentração de urânio pelo método potenciométrico. O trabalho destinou-se a realizar o tratamento do rejeito, a partir da correção de pH e separação de metais pesados presentes, potencialmente prejudiciais ao meio ambiente, proporcionando a maior eficiência de remoção possível. Para isso, foram realizados testes em laboratório por duas vias de tratamento distintas e uma análise comparativa foi desenvolvida de modo a permitir a determinação do método mais viável para aplicação.

Palavras-chave: Urânio, Metais Pesados, pH, Salvaguardas Internacionais, Tratamento de Rejeitos.

1 INTRODUÇÃO

Com o aumento da demanda energética e a maior conscientização dos efeitos adversos causados pela utilização de combustíveis fósseis, as buscas por fontes de energias menos poluentes no aspecto de emissões de carbono vêm crescendo nos últimos anos. É neste cenário que a energia nuclear está inserida, trazendo consigo o benefício de transformar uma pequena quantidade de matéria em grande quantidade de energia.

Em contrapartida, surge o receio associado aos riscos à saúde e ao meio ambiente que esse tipo de produção energética assume durante diversas fases do ciclo de vida de seus combustíveis, além da possibilidade de proliferação e uso não pacífico desta fonte.

Em 1939 foi feita uma descoberta que mudou o mundo: A fissão nuclear. Esse processo consiste na combinação de uma partícula neutra (nêutron) com um núcleo de um elemento pesado, ocasionando sua quebra em três nêutrons, o decaimento em dois elementos mais leves e a liberação de grande quantidade de energia (HINRICHS & KLEINBACH, 2010).

A fissão é o tipo de reação nuclear mais conhecida, conforme dito por Masili e Esteves, pois essa é utilizada como forma de obtenção energética nos reatores nucleares das usinas.

Devido ao cenário da possibilidade de proliferação e o uso não pacífico desta fonte de energia, bem como mais diversas formas de aplicabilidade da energia oriunda do processo de fissão do núcleo atômico, aos materiais nucleares adquirem grande importância estratégica e econômica. Desta maneira, concomitantemente com o desenvolvimento da energia nuclear, surgiu a necessidade de se fazer a contabilidade e o controle desses materiais (MARZO, 2017).

Segundo Hinrichs e Kleinbach (2010), uma das preocupações com o uso comercial da energia nuclear é o possível desvio do urânio e/ou utilização de seus subprodutos para construção de armas nucleares, configurando-se, desta forma, o uso não pacífico da energia nuclear.

De acordo com Marzo (2017), dentre outros objetivos, as salvaguardas internacionais visam detectar o desvio de materiais nucleares para produção de armas nucleares ou outro tipo de artefatos explosivos ou para propósitos desconhecidos e a dissuasão de tal desvio.

Neste âmbito, o Brasil é signatário de diversos acordos internacionais o qual se compromete apenas com o uso da energia nuclear com fins pacíficos, tais como geração de energia e propulsão.

Dentre os acordos assinados pelo Brasil destacam-se: o Tratado de Não Proliferação Nuclear (TNP), de abrangência internacional, o qual a Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA) é o organismo responsável pela aplicação de salvaguardas e o acordo binacional entre Brasil e Argentina, de abrangência internacional, a qual a Agência Brasileiro-Argentina de Contabilidade e Controle (ABACC) é a responsável pela aplicação de tais atividades.

Durante essas atividades são retiradas diversas amostras de materiais nucleares para avaliação do cumprimento dos acordos internacionais de Salvaguardas Nucleares pelo Brasil (BINS, 2010).

Desta forma, o Brasil está submetido a fiscalizações com objetivo de verificar e concluir que é feito o uso exclusivamente pacífico da energia nuclear.

Conforme dito por Antunes (2005) as atividades nucleares estão submetidas ao processo de licenciamento, devido ao interesse social que as cercam. O controle, fiscalização e licenciamento das atividades nucleares no Brasil submetem-se ao controle administrativo da Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN), criada pela Lei nº 4.118, de 27 de agosto de 1962, alterada pela Lei nº 6.189/74 e Lei nº 7.781, de 27 de junho de 1989.

Desta maneira, a CNEN torna-se responsável por autorizar o uso e a posse de materiais nucleares por instalações industriais do ciclo do combustível e assim, para se estabelecer um sistema de controle e acompanhar as inspeções internacionais, opta pela retirada de amostras de materiais nucleares.

Estas amostras são encaminhadas para laboratórios onde são realizadas diversas análises, incluindo a análise destrutiva de concentração de urânio. Um dos métodos empregados para esta avaliação é a titulação potenciométrica, seguindo a metodologia desenvolvida por Davies e Gray (1964). Estas análises acabam gerando um rejeito hídrico que é armazenado no laboratório aguardando uma solução posterior.

A Lei nº 10.308 de 20 de novembro de 2001, que discorre sobre as normas relativas à disposição final de rejeitos radioativos, em seu artigo 4º, cita:

os depósitos iniciais, intermediários e finais serão construídos, licenciados, administrados e operados segundo critérios, procedimentos e normas estabelecidos pela CNEN, vedado o recebimento nos depósitos finais de rejeitos radioativos na forma líquida ou gasosa.

No entanto, segundo a norma da CNEN NN 8.01, tal rejeito pode ser classificado como classe 0, considerado assim como rejeito isento, uma vez que indica valores de atividade ou concentração de atividade inferiores ou iguais aos níveis de dispensa estabelecidos por esta.

Desta forma, para tal classificação a norma considera, em seu artigo 2º, §1º: “Não estão sujeitas ao cumprimento dos requisitos desta Norma as instituições responsáveis por instalações que gerem somente rejeitos da Classe 0”.

Sendo assim, o rejeito oriundo das análises de concentração de urânio deixa de ser tratado como rejeito radioativo, para ser considerado um rejeito isento, porém havendo necessidade de se verificar o atendimento pleno do rejeito gerado frente às normas relativas ao lançamento de efluentes líquidos.

1.1. Problema

Após anos de operação, o inventário de volume de rejeito hídrico gerado durante as análises destrutivas de urânio, pode se tornar um problema para ser gerenciado. Parte deste problema se dá devido as características químicas do rejeito.

Uma das formas de gerência ora apresentada é o seu armazenamento inicial em bombonas, conforme indica a Figura 1, até que uma forma definitiva de tratamento seja determinada.



Figura 1 - Medição do Nível de Urânio no Rejeito Hídrico (Fonte: Autor, 2018).

No Brasil, o órgão responsável pelas análises destrutivas de urânio é a CNEN e o rejeito gerado é gerenciado de tal forma até o momento.

Com objetivo de fazer o tratamento deste rejeito, foi realizada a neutralização do mesmo, seguida de precipitação através da utilização de óxido de cálcio comercial (CaO). No entanto, nota-se que o volume de precipitado gerado foi grande, conforme evidenciado na Figura 2.



Figura 2 - Medição do Nível de Urânio no Rejeito Sólido (Fonte: Autor, 2018).

Desta forma, questiona-se a existência de viabilidade de tratamento para o rejeito proveniente das análises de concentração de urânio e qual a melhor técnica a ser utilizada para tratar e gerenciar tal rejeito.

1.2. Justificativa

O presente estudo justifica-se pelo fato da necessidade de realizar a avaliação de uma forma de tratamento para o rejeito gerado nas análises de concentração de urânio, promovendo a separação de íons e compostos existentes, bem como a neutralização do pH, apresentando como finalidade a liberação de parcela hídrica para o meio ambiente, bem como a geração de dados relativos às metodologias aplicadas.

1.3. Metodologia de Pesquisa

A estratégia de pesquisa utilizada para a realização desse estudo pode ser classificada como Pesquisa Básica. Segundo Prodanov e Freitas (2013), pesquisa

básica é uma forma de pesquisa que visa a produção de novos conhecimentos úteis para o progresso científico sem utilização prática prevista, englobando verdades e interesses universais.

Trata-se de um estudo envolvendo uma abordagem quantitativa em relação à problemática, ou seja, realiza-se uma descrição factual dos eventos, considerando que tudo aquilo que se apresenta de maneira quantificável, traduzindo opiniões e números obtidos durante a pesquisa em informações que posteriormente serão classificadas e analisadas.

Considerando o ponto de vista dos objetivos, o estudo apresenta caráter explicativo, objetivando a identificação dos fatores que determinam fenômenos, permitindo o maior conhecimento da realidade, podendo desta forma, assumir formas de pesquisa experimental (PRODANOV E FREITAS, 2013).

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo Geral

Desenvolver um estudo para alternativas de tratamento de rejeitos hídricos que são formados nas análises laboratoriais destrutivas de compostos de urânio amostrados em diversas etapas do ciclo do combustível nuclear.

1.4.2. Objetivos Específicos

- Caracterizar o rejeito hídrico com base na avaliação teórica do método de análise empregado para determinação da concentração de urânio;
- Caracterizar o rejeito hídrico a partir de análises instrumentais que permitam a obtenção de dados quantitativos;

- Apresentar informações relativas aos limites de liberação para parâmetros referentes aos compostos presentes no rejeito, utilizando como referência a NT-202.R-10, que estabelece os critérios e padrões para lançamento de efluentes líquidos;
- Realizar um estudo comparativo através da aplicação de duas metodologias de tratamento (Precipitação Química e Evaporação) e levantamento de dados que possibilitem a determinação do método mais viável para o tratamento do rejeito.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Urânio

O elemento químico urânio (U) apresenta 92 prótons, 92 elétrons, entre 135 e 148 nêutrons, uma densidade de $11,3 \text{ g/cm}^3$ e pode ser encontrado na crosta terrestre na forma de diversos minerais (LOTTERING et al., 2008).

Segundo Hinrichs e Kleinbach (2010), poucos isótopos existentes na natureza possuem a propriedade de sofrer fissão ao serem atacados por uma partícula neutra de baixa energia. O mais conhecido é o radioisótopo do urânio, o U-235, que representa apenas uma parcela de 0,711% do urânio natural, desta forma, pode ser nomeada “matéria físsil”.

Outro isótopo de urânio é o U-238, que além de necessitar de nêutrons com energia suficientemente alta para que ocorra a fissão, a probabilidade de ocorrência deste processo é muito menor comparada ao radioisótopo U-235.

Antes que o urânio se transforme em combustível para abastecer o reator nuclear onde é produzida a energia elétrica, ele passa por diversas etapas do denominado “ciclo do combustível nuclear”, sendo necessário que ocorra o aumento da concentração da matéria físsil. Uma importante etapa deste ciclo é o processo de enriquecimento, realizado para separar e aumentar a concentração dos átomos de U-235. Desta forma, o urânio é enriquecido por ultracentrifugação atingindo valores próximos a 4% para a fabricação dos combustíveis destinados ao abastecimento das usinas Angra 1 e Angra 2 (INB, s. d.).

2.2. Energia de Fissão Nuclear

A divisão de um núcleo físsil de um átomo de U-235 a partir do bombardeio com um nêutron de baixa energia ($0,025 \text{ eV}$) é capaz de fornecer fragmentos de fissão, bem como em média, de dois a três novos nêutrons. Assim, se cada um destes novos

nêutrons, por sua vez, for capturado por outro núcleo físsil ele será responsável por outro processo de fissão, tornando possível a continuidade do processo. O processo de fissão continuado é o que se denomina de reação em cadeia.

Essa reação em cadeia é responsável por resultar em uma alta liberação energética, que é aproveitada e convertida em outros tipos de energia (HINRICHS & KLEINBACH, 2010).

O processo de fissão do núcleo atômico já foi visto tanto como esperança para uma sociedade dependente de energia, como um instrumento para nossa destruição. Desta maneira, o fator determinante da finalidade dessa energia em questão é a forma como este processo é realizado.

Segundo Russel (1994), para produção energética nos reatores nucleares, apenas um dos nêutrons emitidos pelo processo de fissão atinge outro núcleo físsil. Em consequência, a reação é mantida de maneira controlada. O processo de fissão prossegue, porém, a uma velocidade reduzida em relação a de uma bomba nuclear.

Por outro lado, nas bombas nucleares, um certo número de núclídeos físséis são acionados de modo repentino pelo mecanismo da bomba, resultando assim na explosão nuclear. Uma forma de disparar a bomba consiste na utilização de explosão química, que permite a ativação das massas subcríticas dispostas separadamente, com presença de material físsil em ambas, desta forma, a massa crítica poderá ser atingida (RUSSEL, 1994).

2.3. Armas Nucleares

As armas nucleares são artefatos produzidos por materiais altamente enriquecidos por radioisótopos físséis, capazes de liberar uma quantidade exorbitante e descontrolada de energia. Para a fabricação deste tipo de artefato, podem ser utilizados materiais como o Urânio 235 e o Plutônio 239, este originado pelo bombardeio do Urânio 238, o isótopo mais comum do urânio, após sofrer desintegração (HINRICHS & KLEINBACH, 2010).

Segundo Russel (1994), esses artefatos, comumente conhecidos como bombas atômicas, termo não muito descritivo para tais, possuem a chamada massa crítica, representa por certo número de núclídeos físeis, que são acionados de maneira repentina pelo mecanismo da bomba, resultando assim numa explosão nuclear.

Em 1945, a partir do momento em que foram utilizadas as primeiras bombas nucleares, a comunidade internacional tem desafiado a questão de como o Direito da Guerra é aplicado a este tipo de armamento.

De acordo com o Comitê Internacional da Cruz Vermelha (2010), o imenso poder destrutivo dessas armas as coloca em uma posição categórica. Um grande exemplo foi a utilização de armas nucleares de U-235 e Pu-239 no bombardeio a duas cidades japonesas, Hiroshima e Nagasaki, respectivamente, causando consequências catastróficas e a perda de vida de muitas pessoas.

O poder de destruição deste tipo de armamento decorre da sua alta liberação de energia, no entanto a radiação que se alastra com o lançamento desses artefatos é capaz de alcançar grandes distâncias, causando diversos impactos ambientais negativos, como a contaminação de culturas agrícolas, recursos naturais, infraestruturas e afetando a saúde do homem e de outros seres vivos. Hoje em dia, seu poder de destruição atinge proporções ainda maiores (COMITÊ INTERNACIONAL DA CRUZ VERMELHA, 2010).

Segundo informações da Organização das Nações Unidas (2005), existem hoje muitas preocupações de que ocorra um “renascimento nuclear”, uma vez que a produção de energia nuclear vem sendo tratada como alternativa menos poluente no aspecto de liberações atmosféricas de dióxido de carbono (CO₂), em um cenário onde os esforços para combater as causas das alterações climáticas são altamente relevantes. Em decorrência desta situação, surge o receio de que ocorra um aumento na produção e no uso de materiais nucleares que necessitam ser resguardados da proliferação e de ameaças terroristas.

2.4. Tratado de Não Proliferação de Armas Nucleares

No contexto da 2ª Guerra Mundial, segundo Silva (2011), os Estados Unidos da América desenvolveram o primeiro artefato nuclear explosivo. Nos anos seguintes, no período da Guerra Fria, já se tinha conhecimento de que alguns estados possuíam esse tipo de armamento.

Negociado no âmbito da Organização das Nações Unidas (ONU), surgiu o Tratado de Não Proliferação (TNP), que teve seu texto finalizado em 1968 e em seguida foi aberto para assinaturas, vigorando no ano de 1970 (SILVA, 2011).

Conforme dito por Salazar (2015), o TNP se baseia em três pilares: o desarmamento, a não-proliferação e os usos pacíficos da energia nuclear. Tal tratado pode ser considerado atualmente como importante instrumento para manter o equilíbrio entre a segurança internacional e progresso técnico na área nuclear.

2.5. Contabilidade de Material Nuclear

Segundo Marzo (2017), o conceito de contabilidade de materiais nucleares está associado com a utilização de medidas de contabilidade e métodos estatísticos capazes de proporcionar uma noção quantitativa de materiais nucleares presentes em cada área de uma instalação nuclear. Essa prática inclui designar inventários físicos e balanços de materiais com o intuito de averiguar sua presença ou constatar de sua perda. Além disso, a prática da contabilidade nuclear deve possuir a capacidade de quantificar, em sua totalidade, os materiais nucleares presentes no ciclo de vida do combustível, desde a fase de recebimento até a disposição final, devendo também considerar todas as transações de material.

Uma das finalidades da contabilidade e controle do material nuclear, considerando um cenário internacional, é a identificação de desvios para a produção de armamentos nucleares. Desta forma, é essencial que a autoridade reguladora e o organismo responsável pelas salvaguardas conheçam, de maneira precisa, as quantidades de materiais nucleares e os locais onde se situam.

Além das salvaguardas nucleares, a contabilidade e o controle desses materiais pode ser de grande interesse em outras áreas, possuindo aplicabilidade no cenário operacional, bem como em questões relativas à segurança física e segurança nuclear (MARZO, 2017).

2.6. Salvaguardas Internacionais de Materiais Nucleares

O termo “salvaguardas” teve origem nas cláusulas condicionantes relacionadas a transferência ou exportação de materiais, equipamentos e informações nucleares entre países, garantindo a não utilização para fins militares. Desta maneira, no âmbito internacional, torna-se pertinente o uso dessa expressão, pois indica de modo preciso a finalidade, ou seja, a aplicação de medidas para garantir que o material, equipamento ou informação nucleares não sejam utilizadas para a fabricação de armamento nuclear (MARZO, 2017).

Conforme citado no Relatório de Gestão do Exercício (2009), elaborado pela CNEN (Comissão Nacional de Energia Nuclear), as atividades de Salvaguardas de Materiais Nucleares compreendem a aplicação de critérios e procedimentos para a contabilidade e controle dos mesmos, através de inspeções anuais realizadas às instalações nucleares brasileiras, abrangendo tanto as instalações industriais do ciclo do combustível nuclear, como as instalações laboratoriais, de pesquisa e desenvolvimento. Essas atividades permitem a avaliação da veracidade das informações prestadas pelos operadores das instalações.

2.7. Agências Fiscalizadoras

O Brasil é fiscalizado pela Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA) e pela Agência Brasil Argentina de Contabilidade e Controle (ABACC) conforme citado no projeto de lei Nº 2.348, de 1991. O objetivo de ambas as agências fiscalizadoras é promover o uso seguro e pacífico das tecnologias nucleares.

2.7.1. Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA)

De acordo com informações da Organização das Nações Unidas (2005), devido à necessidade de se abordar as questões nucleares em um cenário pós Segunda Guerra Mundial, a Assembleia Geral concebeu a Comissão de Energia Atômica das Nações Unidas com o intuito de tratar de problemas decorrentes da descoberta da energia atômica. No ano de 1953, surgiram os intitulados “Átomos para a paz”, decorrentes de um discurso realizado pelo presidente dos Estados Unidos, Dwight D. Eisenhower, culminando no surgimento da Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA) em 1957.

Sob o Tratado de Não-Proliferação de Armas Nucleares, a Agência Internacional de Energia Atômica torna-se responsável pela condução das inspeções das Salvaguardas de materiais nucleares, a fim de assegurar que esses materiais sejam empregados apenas para fins pacíficos, além de garantir que a utilização da tecnologia nuclear seja capaz de promover um desenvolvimento sustentável (ONU, 2005).

2.7.2. Agência Brasil Argentina de Contabilidade e Controle (ABACC)

Em 1991, foi assinado o Acordo de Guadalajara que previa o uso exclusivamente pacífico da tecnologia nuclear entre os países Brasil e Argentina, de acordo com informações do Ministério das Relações Exteriores (2016), esse acordo culminou na criação da Agência Brasil Argentina de Contabilidade e Controle de Materiais Nucleares (ABACC) para averiguar esse compromisso assumido pelos dois países, além de ser o responsável pela administração do recém-criado Sistema Comum de Contabilidade e Controle de Materiais Nucleares.

Segundo o artigo 2 do Decreto nº 1.065 do ano de 1994, é de comprometimento da ABACC, a aplicação das atividades de salvaguardas aos materiais nucleares inseridos em qualquer atividade nuclear realizadas nos Estados-Partes, ou seja, seus membros. Estes deverão cooperar com a Agência, de modo a comprovar que a

utilização desses materiais não é destinada à fabricação de armas nucleares nem quaisquer outros tipos de dispositivos nucleares explosivos.

2.8. Titulação Potenciométrica de DAVIES & GRAY

De acordo com a sugestão de KUHN et al. (1979), esse método pode ser utilizado para controlar as concentrações de urânio presentes em materiais nucleares sob salvaguardas, devido às suas características de seletividade, precisão e exatidão, além de apresentar facilidades para aplicação.

Desenvolvido por Davies e Gray (1964), esse método consiste em analisar a concentração de urânio, implicando na redução do urânio VI a urânio IV, em uma solução com presença de ferro II e ácido fosfórico. Aplicando molibdênio VI como catalizador, o excesso de ferro II é oxidado através da adição de ácido nítrico.

Desta forma, é possível determinar por titulação potenciométrica, a concentração do urânio IV presente, utilizando-se de uma solução padrão de dicromato de potássio e vanádio IV como indicador eletroquímico do ponto final.

Conforme especificado na norma C696 da American Society for Testing and Materials (1981), as alíquotas para o desenvolvimento desse método devem conter uma massa de 100 mg de urânio.

2.9. Metais Pesados

Os metais são tipos de elementos de ocorrência natural, encontrando-se em baixos níveis no ambiente, sendo alguns deles imprescindíveis para o organismo humano. Todavia, determinados metais ou sua presença em altas concentrações podem acarretar em efeitos adversos sobre a saúde dos seres vivos e meio ambiente em geral. Por sua vez, esses elementos não podem se decompor ou serem destruídos, como consequência, tornam-se acumulativos no organismo (CETESB, 2015).

De acordo com Mota (1995), o processo de bioacumulação consiste na ocorrência do acúmulo de determinado elemento ou composto químico em altas concentrações nos seres vivos. Este acúmulo pode ocorrer de maneira direta através do meio ambiente, ou de modo indireto, através da alimentação. A exposição de um organismo a regiões aquáticas contaminadas por metal pesado pode acarretar a absorção pelo indivíduo, e este, ao servir de alimento para os seres de um nível trófico superior, também os contamina. Desta forma, o contaminante sobe na cadeia alimentar e conforme se eleva o nível trófico, além dos compostos já absorvidos via ambiente, ocorrerá a concentração de todos aqueles contaminantes provenientes através da alimentação.

Quando propagados pelo meio ambiente, os metais pesados podem sofrer alterações possibilitando a formação de espécies químicas muitas vezes mais tóxicas que os próprios íons isolados. Tal fenômeno pode ocorrer com o cromo, arsênio e mercúrio, cujas toxicidades são induzidas tanto por sua forma química quanto pelo estado de oxidação (LEITE, 2002).

Dentre os contribuintes na geração desse tipo de resíduo, estão os laboratórios de pesquisa, ensino e prestação de serviços, que apesar de produzirem baixos volumes, podem se tornar poluidores. Logo, tornam-se necessários maiores critérios em relação ao tratamento e descarte, acarretando em contaminações por metais devido ao descarte inadequado a longo prazo (ABREU & IAMAMOTO, 2003).

2.9.1. Cromo

Sendo bastante conhecido entre os metais pesados, o elemento Cromo, representado pelo símbolo Cr, possui número atômico 24, localizando-se no 4º período e no 6º grupo da tabela periódica e possuindo peso molecular de 51,9961 g/mol (KOTZ & TREICHEL, 1998),

Segundo Kamaludeen et al. (2003), o Cromo é um elemento predominante na natureza, sendo classificado como o décimo sétimo elemento mais abundante no planeta.

Encontrado na natureza em rochas, animais, plantas, solo e decorrente de processos vulcânicos, o cromo se apresenta em diversos minerais sob formas de óxidos e silicatos, no entanto seu composto de maior aproveitamento econômico é a cromita ($\text{FeO.Cr}_2\text{O}_3$). A forma metálica não possui presença conhecida na natureza, uma vez que esta é altamente reativa com o oxigênio atmosférico (SAMPAIO, ANDRADE & PAIVA, 2005).

De acordo com Gomes, Rogero e Tirapegui (2005), o cromo é um elemento essencial presente em pequenas quantidades em alguns tipos de alimentos. Em geral, apresenta-se com baixa biodisponibilidade e sua absorção pode ser influenciada por vários fatores, alguns inibidores, como por exemplo as altas concentrações de alguns tipos de minerais, destacando-se o zinco, ferro, vanádio ou em decorrência da presença de estimuladores como os aminoácidos e o amido. Após absorvido, as pequenas concentrações de cromo passam a ser armazenadas em diversos tipos de tecidos do organismo.

A ingestão aguda desse elemento em suas diversas formas pode ser altamente tóxica, causando danos severos e imediatos em seres humanos e outros seres, afetando múltiplos órgãos, dentre estes o fígado, podendo provocar óbito. Já a exposição crônica em baixas doses está associada a lesões cutâneas e locais, podendo causar efeitos carcinogênicos (LIVERTOX, 2017).

Conforme dito por Kamaludeen et al. (2003), o elemento cromo se apresenta em dois estados de oxidação estáveis, sendo estes a forma trivalente ou Cr (III) e a forma hexavalente ou Cr (VI) ocorrentes tanto em ambientes edáficos como em ambientes hídricos.

Desta forma, sob certas condições ambientais, o Cr (III) pode ser oxidado para o Cr (VI), este mais solúvel em água, biodisponível, reativo e tóxico, além de apresentar características carcinogênicas. Essa oxidação ocorre partir da atuação de determinados tipos de micro-organismos ou até mesmo por reações com o óxido de manganês ou outras espécies iônicas presentes no próprio ambiente (KAMALUDEEN et al., 2003).

No estado do Rio de Janeiro, são considerados os limites de concentração de lançamento especificados pela norma estadual NT-202.R-10, desta forma, os

efluentes descartados devem possuir concentrações de Cromo Total iguais ou inferiores a 0,5 mg/L.

2.9.2. Ferro

O Ferro é um elemento químico, cuja simbologia é representada por Fe, possuindo número atômico 26 e peso molecular igual a 55,847 g/mol. Situa-se no 4º período e no 8º grupo da tabela periódica (KOTZ & TREICHEL, 1998).

Em forma sólida, o ferro pode se apresentar como um metal ou formar compostos químicos, contudo, pode também ser encontrado em forma de pó, possuindo em geral, coloração escura variando de cinza a negra. Já em sistemas biológicos, é possível encontrá-lo em dois estados de oxidação: o ferroso (Fe^{+2}) e o férrico (Fe^{+3}) (BRAGA & BARBOSA, 2006).

O íon ferro se faz presente em todas as formas de vida e é essencial para sua manutenção, uma vez que desempenha funções metabólicas celulares e também auxilia no transporte de oxigênio no organismo (CANÇADO & CHIATTONE, 2010).

A toxicidade do ferro em um organismo pode ser provocada por uma dose única e aguda, bem como por acúmulo crônico, podendo ser decorrente de dieta, uso inadequado de sais ou transfusão sanguínea. Essa sobrecarga pode acarretar o desenvolvimento de diversas complicações, dentre elas, danos ao coração e ao fígado (MINISTÉRIO DA SAÚDE, 2013).

Considerando os limites estabelecidos pela norma estadual NT-202.R-10, os efluentes descartados devem apresentar concentrações de Ferro Solúvel iguais ou inferiores a 15 mg/L.

2.9.3. Vanádio

Vanádio é um elemento químico representado pela simbologia V, localizado no 4º período e no grupo 5 da tabela periódica, com número atômico 23 e peso molecular equivalente a 50.9415 g/mol (KOTZ & TREICHEL, 1998).

O ocorre de maneira natural, se apresentando como um metal duro e de coloração acinzentada, que em condições ambientes, encontra-se em estado sólido. Seus íons variam em diferentes estados de oxidação, sendo mais frequente a ocorrência de V^{+5} e V^{+4} (VOGEL, 1981).

Segundo LiverTOX (2017), o vanádio é capaz de se associar a proteínas em forma de complexos. Todavia, não se demonstra como um elemento essencial, além de ser mal absorvido pelo organismo.

Quando ocorre a exposição em altas doses, o vanádio pode ser tóxico para animais e causando toxicidade aos sistemas neurológico, renal, hematológico e hepático, bem como pode causar transtornos gastrointestinais quando ingerido. Já em baixas doses, a exposição prolongada ao vanádio pode acarretar em intoxicação crônica, ocorrendo normalmente por via respiratória (LIVERTO, 2017).

De acordo com os limites especificados pela norma estadual NT-202.R-10, os efluentes descartados devem apresentar concentrações de Vanádio Total iguais ou inferiores a 4,0 mg/L.

2.10. Potencial Hidrogeniônico

O conceito de Potencial Hidrogeniônico surgiu a partir de um estudo realizado pelo químico dinamarquês Sørensen. Também comumente conhecido pelo termo pH, consiste resumidamente em se expressar a acidez de um meio aquoso a partir dos valores de íons $[H^+]$ representados por potências negativas. Desta forma, reproduziu-se através da fórmula $-\log [H^+]$ uma escala de pH, abrangendo valores entre 0 e 14, onde o ponto neutro é representado pelo valor 7, ponto médio da mesma. A mesma

ideia pode ser aplicada para o conceito de Potencial Hidroxiliônico (pOH) que se desenvolve pela fórmula $-\log [\text{OH}^-]$ e apresenta-se em uma escala inversa (PERUZZO & CANTO, 2006).

A Figura 3 indica a forma em que se dispõe a escala de pH em relação a escala de pOH.

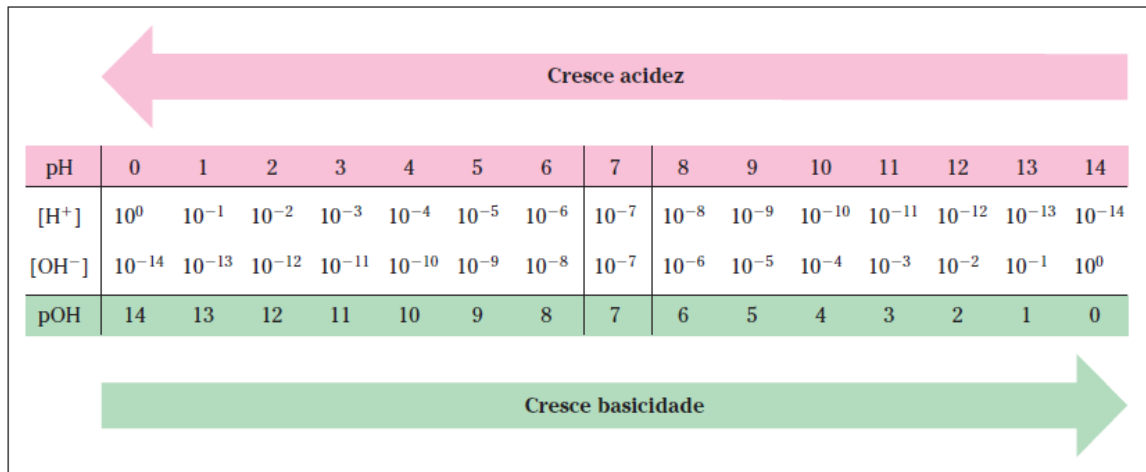


Figura 3 - Escala de pH e pOH (Fonte: Peruzzo e Canto, 2006).

O pH é considerado um parâmetro influente sobre os ecossistemas. Em ambientes aquáticos, pode interagir de modo direto, provocando efeitos sobre a fisiologia de espécies. Pode também provocar efeitos de maneira indireta, pois determinadas condições de pH são capazes de influenciar na precipitação de elementos químicos tóxicos como metais pesados, podendo também exercer efeitos sobre as solubilidades de nutrientes (CRQ, 2013).

Segundo a NT-202 R.10, os valores de pH dos efluentes descartados devem se situar na faixa entre 5 e 9 UpH.

2.11. Precipitação Química

A precipitação química é uma técnica na qual são adicionados produtos químicos com o intuito de promover alterações no estado físico dos sólidos dissolvidos e suspensos presentes em um meio líquido, auxiliando, desta forma, a remoção dos mesmos por sedimentação.

Esse processo possui aplicações com o objetivo de proporcionar um melhor desempenho em instalações de decantação primária, prestar auxílio em tratamentos físico-químico de águas residuais e também remover metais pesados (METCAL E EDDY, 2003).

Atualmente, se apresenta como a mais utilizada metodologia de tratamento de efluentes com presença de metais pesados, podendo ser realizada através da adição de um precipitante, capaz de proporcionar o surgimento de produtos insolúveis normalmente sob a forma de hidróxidos ou óxidos. Então, torna-se possível a realização de processos subsecutivos de sedimentação e filtração e conseqüentemente, a remoção de tais metais (JIMENEZ, BOSCO & CARVALHO, 2004).

De acordo com Metcalf e Eddy (2003), dentre os precipitantes mais comuns utilizados no tratamento de efluentes por precipitação química estão os hidróxidos (OH^-) e os sulfetos (S^{2-}) e em algumas situações especiais também pode ser feito o uso de Carbonato (CO_3^{2-}). O processo de remoção do metal pode ocorrer de maneira isolada ou como coprecipitado, juntamente ao fósforo.

Usualmente, os metais são precipitados como hidróxidos de metais através da adição de hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) ou hidróxido de sódio (NaOH) encontrando-se em um pH de solubilidade mínima. Contudo, os sulfetos também podem ser utilizados para tal finalidade.

Os valores de pH em relação a solubilidade mínima variam de acordo com metal, como é possível observar através da Figura 4 e Figura 5 representadas pelos diagramas de precipitação de hidróxidos e sulfetos, respectivamente. As linhas sólidas representam a concentração do metal total em solução, estabelecendo desta maneira, uma relação de equilíbrio com o precipitado. Já as curvas se mostram úteis na determinação das faixas de pH para realização de testes.

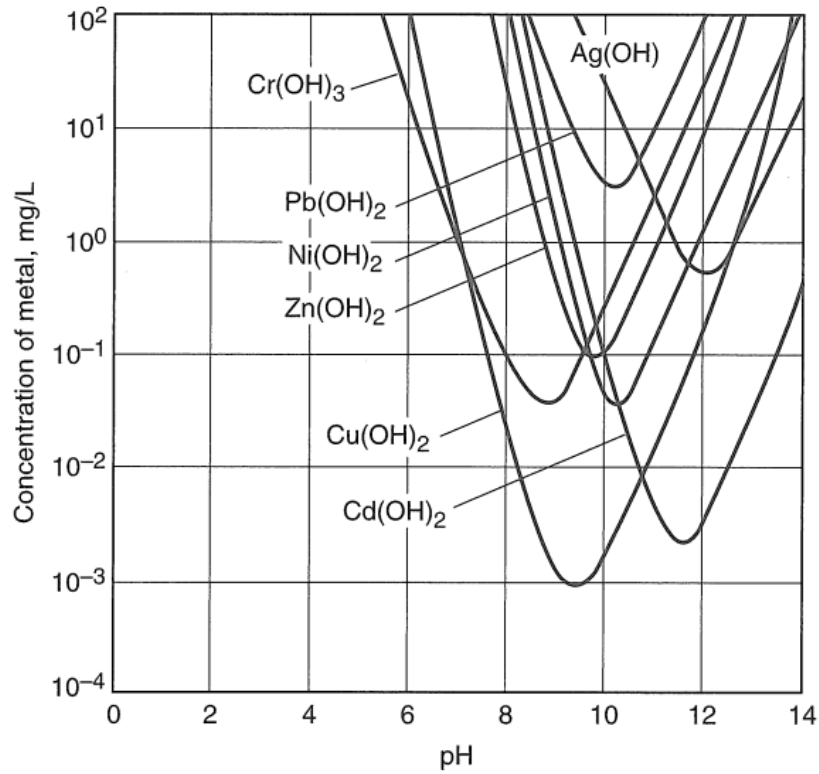


Figura 4 - Concentração de metal solúvel residual em função do pH para precipitação de metais como hidróxidos (Fonte: Metcalf & Eddy, 2003).

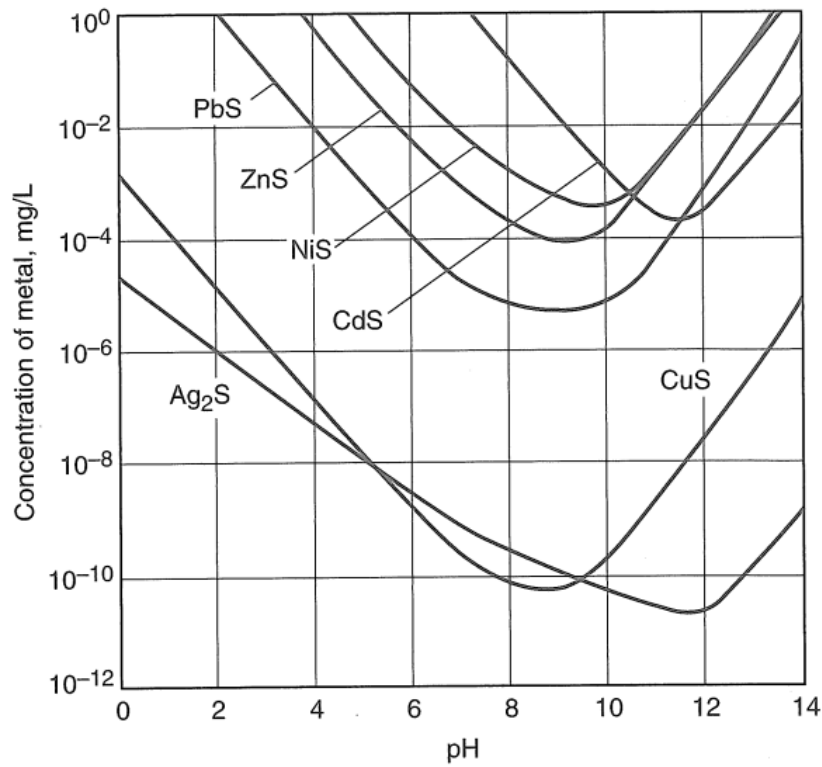


Figura 5 - Concentração de metal solúvel residual em função do pH para precipitação de metais como sulfetos (Fonte: Metcalf & Eddy, 2003).

Logo, partir dos diagramas apresentados, é possível identificar que a faixa ideal para precipitação da maioria dos metais encontra-se entre os valores 8 e 11.

2.12. Evaporação

O significado do termo evaporação consiste basicamente em um processo pelo qual o líquido transforma-se em vapor a uma determinada temperatura (FERREIRA, 2004).

Segundo Mustafa (1998), a evaporação é comumente utilizada como técnica para efluentes líquidos com alta concentração de sólidos dissolvidos, promovendo a separação dos mesmos da corrente líquida. Para que isto ocorra, o solvente é vaporizado, e em consequência, os sólidos são concentrados. Desta forma, o volume inicial é reduzido de forma considerável. Essa vaporização se dá através da transferência de calor de um meio aquecido, normalmente por vapor d'água, para a corrente que alimenta o evaporador.

Esse processo pode ser considerado vantajoso por não haver necessidade de um sistema de pré-tratamento se comparado às demais técnicas destinadas a remoção de sólidos dissolvidos (MUSTAFA, 1998).

Uma das formas de promover a evaporação de solventes de determinada solução é a partir da utilização de um rotaevaporador sob vácuo. Esse modelo de sistema, indicado pela Figura 6, desenvolve-se a partir de um banho de aquecimento com a utilização de um frasco rotativo, onde o líquido é distribuído pelas superfícies da parede quente do vidro como uma espécie de fina película, facilitando o processo de evaporação. O equipamento também permite o controle e regulagem da temperatura do banho de aquecimento, bem como a pressão de destilação e a velocidade da rotação, fatores que influenciam diretamente a taxa de evaporação (IMLAB, 1998).

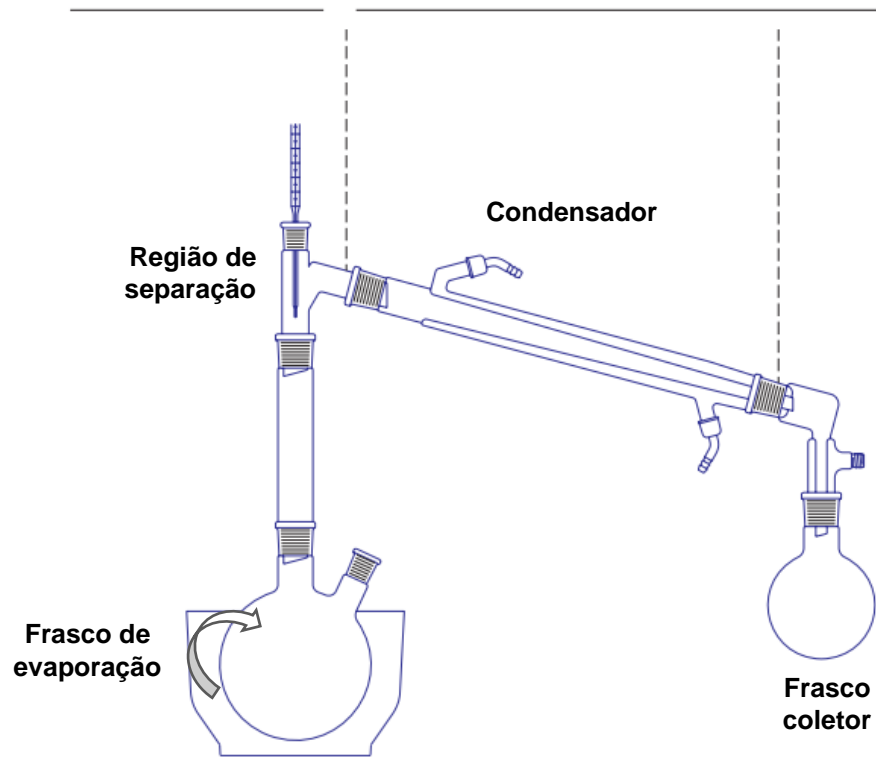


Figura 6 - Sistema de funcionamento de um rotaevaporador (Fonte: IMLAB, 1998).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Material

- Hidróxido de Sódio em micropérolas;
- Hidróxido de Cálcio 5%;
- Metabissulfito de Sódio 10%;
- Béqueres de 2 L;
- Balão Volumétrico de 1 L;
- Cubas de Vidro;
- Papel filtro faixa preta Quanta JP41;
- Funil de Buchner;
- Kitassato de 500 ml;
- Termômetro graduado a 360°C;
- Glicerina.

3.2. Equipamentos

- Jar-test da marca MogiGlass, modelo 218/LDB-06;
- Rotaevaporador da marca Quimis, modelo Q-344B2;
- Medidor de pH da marca Quimis, código Q-400;
- Balança analítica da marca Gehaka, modelo AG 200;
- Capela de exaustão da marca Quimis modelo Q-216-22;
- Agitador magnético da marca Stirrer modelo OP-912/3;
- Bomba de vácuo da marca Primatec, modelo 131;
- Chapa aquecedora da marca Chamafil;
- Espectrometria de Plasma Acoplada Indutivamente (ICP-AES) do fabricante Spectro, modelo Genesis.

3.3. Metodologia

As etapas da metodologia realizada no presente estudo são indicadas através do fluxograma da Figura 7.

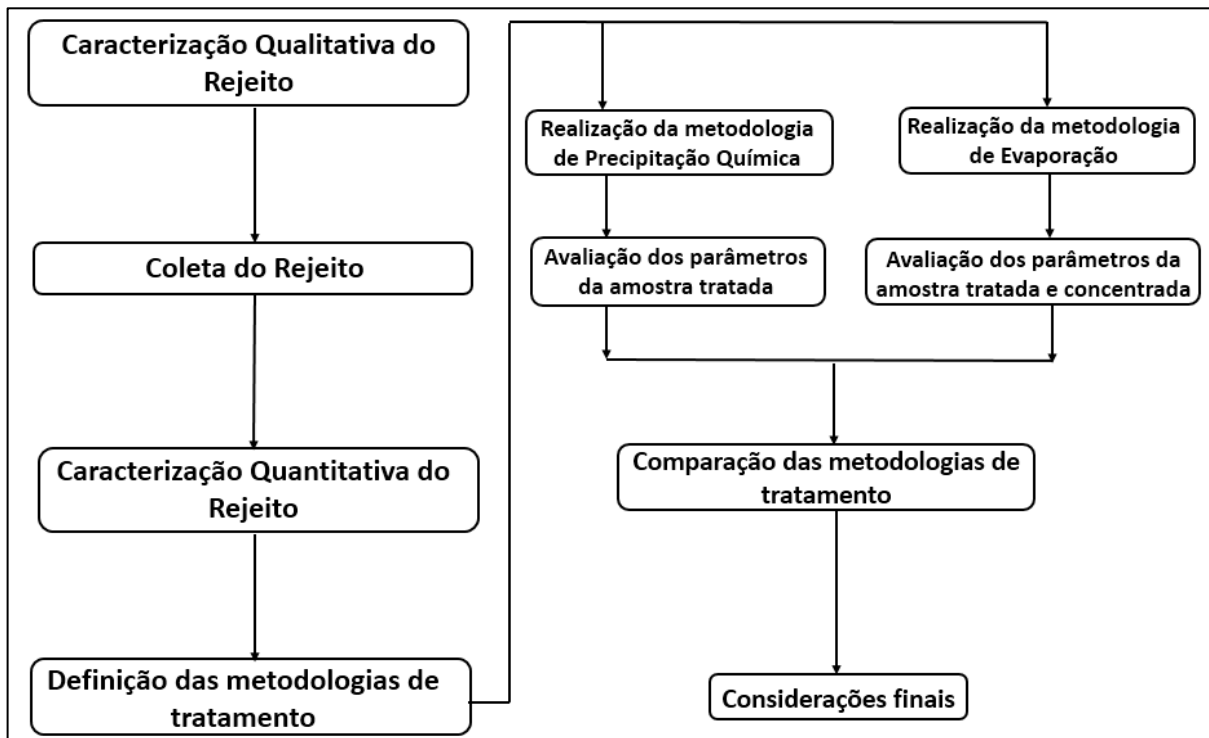


Figura 7 - Fluxograma das etapas da metodologia desenvolvida (Fonte: Autor, 2018).

3.4. Caracterização do Rejeito

Para a caracterização do rejeito foram utilizadas duas técnicas. Inicialmente uma caracterização qualitativa, tomando como base uma avaliação teórica da metodologia utilizada para a análise destrutiva de concentração de urânio em laboratórios. Posteriormente, o rejeito foi analisado utilizando-se técnicas de análise instrumental, permitindo assim sua caracterização quantitativa.

3.4.1. Caracterização Qualitativa do Rejeito

A caracterização qualitativa do rejeito foi realizada de maneira estimada, utilizando como referência o método de Titulação Potenciométrica de DAVIES & GRAY (1964). Para isso, foram considerados os reagentes utilizados e as reações químicas ocorrentes nos processos de preparação de soluções e titulação.

Segundo o levantamento das espécies químicas empregadas no método citado, foi possível verificar a utilização dos seguintes reagentes:

- Ácido Fosfórico (H_3PO_4);
- Ácido Sulfúrico (H_2SO_4);
- Sulfato de Vanadila ($\text{V}_2(\text{SO}_4)_3$);
- Agentes redutores: Sulfato Ferroso Heptahidratado ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) e Ácido Sulfâmico ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$);
- Agentes oxidantes: Molibdato de Amônio Tetra hidratado $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Ácido Sulfâmico ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) e Ácido Nítrico (HNO_3);
- Agente Titulante: Dicromato de Potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Inicialmente, para o emprego desse método, deve-se realizar a redução da amostra ser analisada. Conforme o levantamento anterior, o agente redutor empregado é a base de Sulfato Ferroso e Ácido Sulfâmico. No entanto, esta redução é realizada em meio aquoso e ácido, proporcionado pela utilização de ácido fosfórico.

Em seguida, o processo de reoxidação é realizado através da adição de um agente oxidante a base de Molibdato de Amônio, Ácido Sulfâmico e Ácido Nítrico. Posteriormente a esta etapa, adiciona-se uma solução de sulfato de vanadila.

Após a preparação das soluções e tratamento das amostras, incluindo a amostra padrão, é dada sequência com a realização da titulação potenciométrica utilizando dicromato de potássio como agente titulante.

Ao fim da realização da análise de determinação da concentração de urânio nas amostras e padrão, as soluções resultantes formam um rejeito hídrico, objeto do presente estudo.

3.4.2. Caracterização Quantitativa do Rejeito

A partir da etapa de caracterização qualitativa do rejeito, tornou-se evidente a necessidade de se desenvolver análises destinadas a obtenção de valores quantitativos para determinados parâmetros presentes.

Para isso, inicialmente, foram coletados 10 litros de amostra do rejeito oriundo das análises de concentração de urânio em laboratório.

A amostra, indicada pela Figura 8 e Figura 9, foi coletada no dia 04/07/2018 e foi identificada como lote 1.

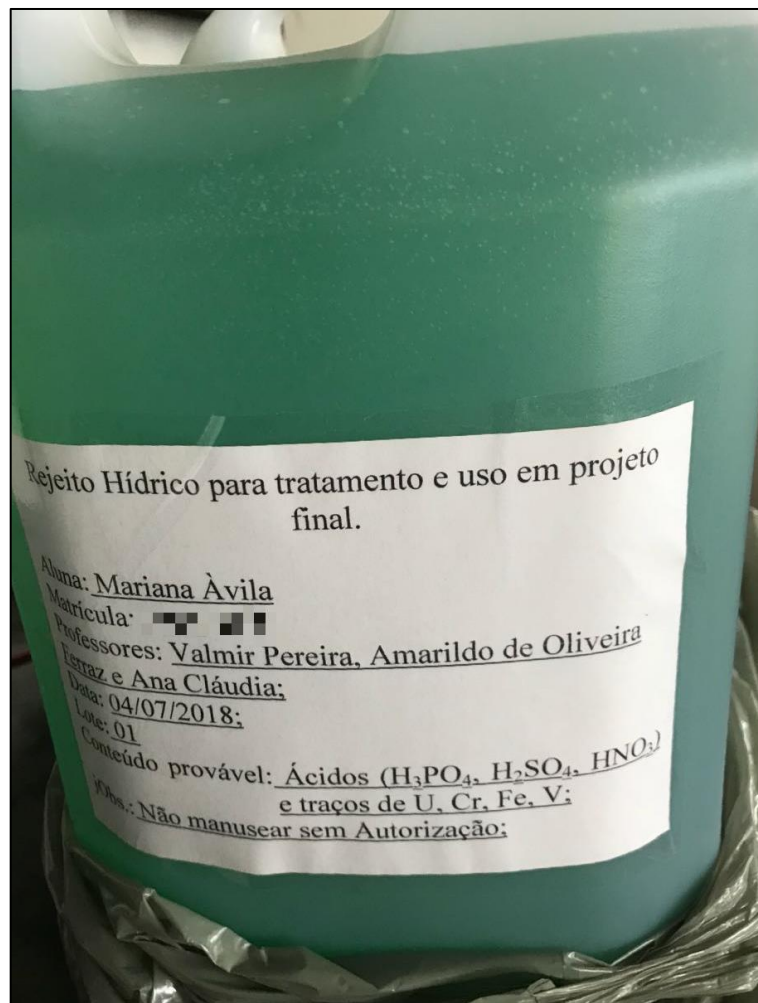


Figura 8 - Rejeito coletado no laboratório de análise (Fonte: Autor, 2018).

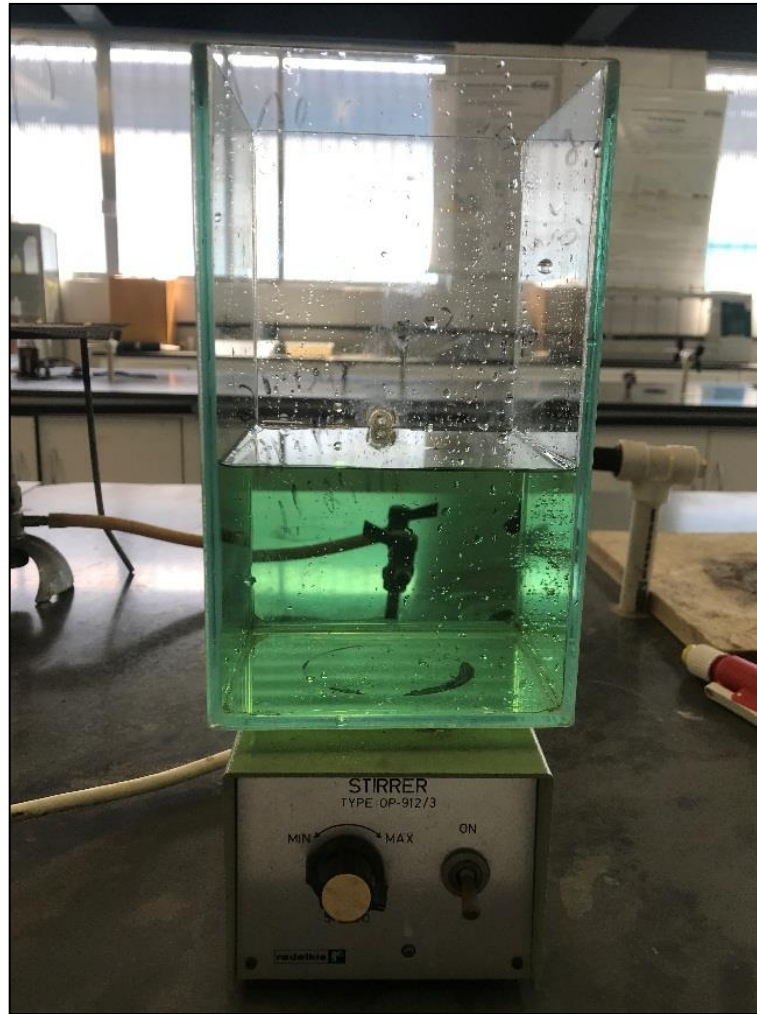


Figura 9 - Rejeito proveniente das análises de concentração de urânio (Fonte: Autor, 2018).

Diante do pressuposto, foram realizadas análises com o objetivo de detectar valores de concentrações relativos a um possível desacordo com os limites definidos pela norma estadual NT-202.R-10.

As análises quantitativas realizadas envolveram a leitura de concentrações de metais utilizando equipamento de Espectrometria de Plasma Acoplada Indutivamente (ICP-AES) e medição de pH do rejeito utilizando um pHmetro.

3.5. Práticas Laboratoriais

Após a caracterização do rejeito, foram desenvolvidos testes em laboratório, considerando duas vias de tratamento, posteriormente descritas. A primeira via se desenvolveu a partir de uma metodologia de tratamento por precipitação química, podendo ser resumida com base nas seguintes etapas:

- Neutralização do rejeito com Hidróxido de Sódio;
- Adição de Metabissulfito de Sódio e Hidróxido de Cálcio;
- Formação de precipitado e decantação;
- Separação da fase sólida por filtração a vácuo;
- Envio da fase líquida para análise quantitativa de metais.

A segunda via consistiu no tratamento do rejeito por evaporação, considerando a sequência de etapas:

- Evaporação;
- Condensação do líquido evaporado;
- Envio das fases tratada e concentrada para análise quantitativa de metais e pH.

3.5.1. Precipitação Química

Para o desenvolvimento da metodologia de tratamento por precipitação química utilizou-se parte da amostra do rejeito coletado no laboratório, oriundo da análise de concentração de urânio representativa do lote 1.

Inicialmente, foram preparadas as seguintes soluções:

- 1 litro de solução de Hidróxido de Cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) a 5%;
- 1 litro de solução de Metabissulfito de Sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) a 10%.

A amostra foi dividida em 4 partes iguais de 1 litro de volume, distribuídas em 4 béqueres de 2 litros de capacidade cada, sendo estas identificadas conforme a Figura 10.

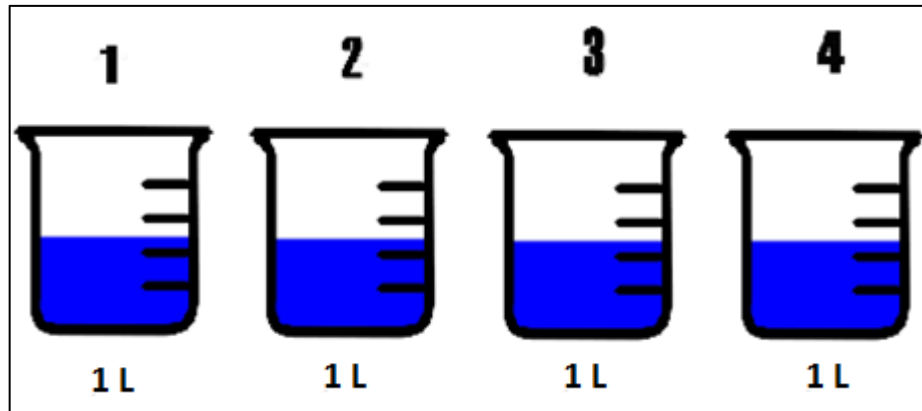


Figura 10 - Imagem representativa das amostras analisadas e seus respectivos volumes (Fonte: Autor, 2018).

As amostras foram transferidas para cubas de vidro, onde a cada volume, foram adicionados vagarosamente, NaOH (Hidróxido de Sódio) em micro pérolas. A fim de auxiliar a homogeneização, utilizou-se um agitador magnético, até que o pH fosse elevado a valores próximos a 2, onde tornou-se perceptível a formação de precipitado conforme a Figura 11.



Figura 11 - Amostra em pH 2 (Fonte: Autor, 2018).

De acordo com Vogel (1981), o Cromo precipita apenas em estado trivalente, desta forma, após as amostras serem direcionadas ao aparelho Jar-Test, fez-se necessária a adição de cerca de 40 ml de Metabissulfito de Sódio 10%. Além disso, para auxiliar na coagulação e precipitação de metais, foram adicionados 50 ml de Hidróxido de Cálcio 5% em cada cuba, uma vez que, o cálcio apresenta duas cargas positivas (Ca^{+2}) demonstrando-se dessa forma, mais eficiente que o sódio (Na^{+1}). Em seguida, foi mantida uma agitação em 100 rpm durante 10 minutos.

Após o fim do período de agitação em modo de mistura rápida, o aparelho foi regulado para 70 rpm e retomou-se a adição de NaOH previamente medidos em balança analítica, com o objetivo de elevar o pH das amostras a valores pré-estabelecidos, conforme indicado pela Tabela 1.

Tabela 1 - Valores de pH das amostras após adição de soda cáustica (Fonte: Autor, 2018).

Identificação	pH
Amostra 1	8
Amostra 2	9
Amostra 3	10
Amostra 4	11

Durante todo o processo de adição de NaOH às amostras, foi mantida uma sonda de pHmetro mergulhada ao rejeito, permitindo a confirmação do alcance dos valores de pH determinados.

3.5.1.1. Amostra 1

A fim de elevar o pH da amostra 1 até 8 UpH foi necessária a adição de cerca de 100g de soda cáustica. Desta forma, após a realização deste processo, a amostra apresentou coloração bege, conforme a Figura 12.

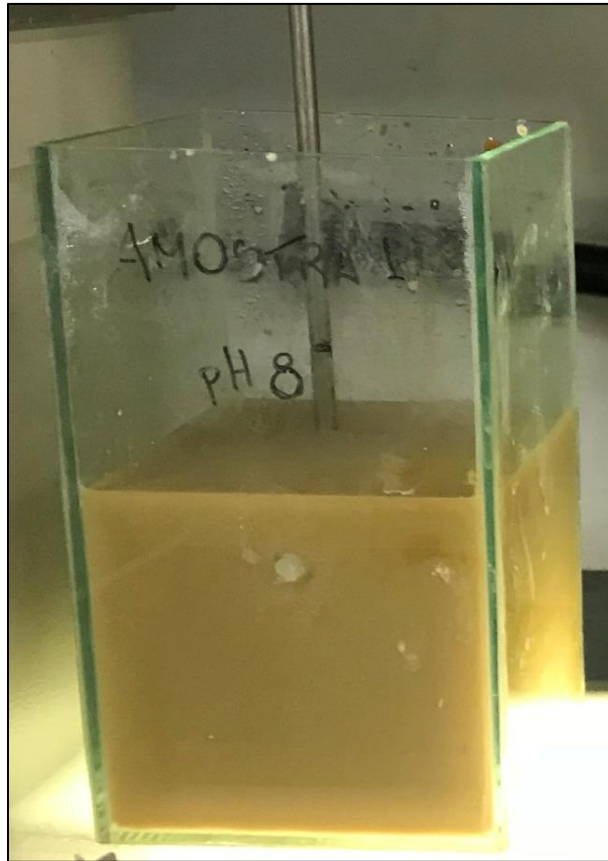


Figura 12 - Amostra 1 em pH 8 (Fonte: Autor, 2018).

3.5.1.2. Amostra 2

Foram adicionadas aproximadamente 120g de soda cáustica à amostra 2 com o objetivo de elevar o pH até 9 UpH. Logo, a amostra passou a apresentar coloração intensificada em relação a Amostra 1, como é possível observar através da Figura 13.

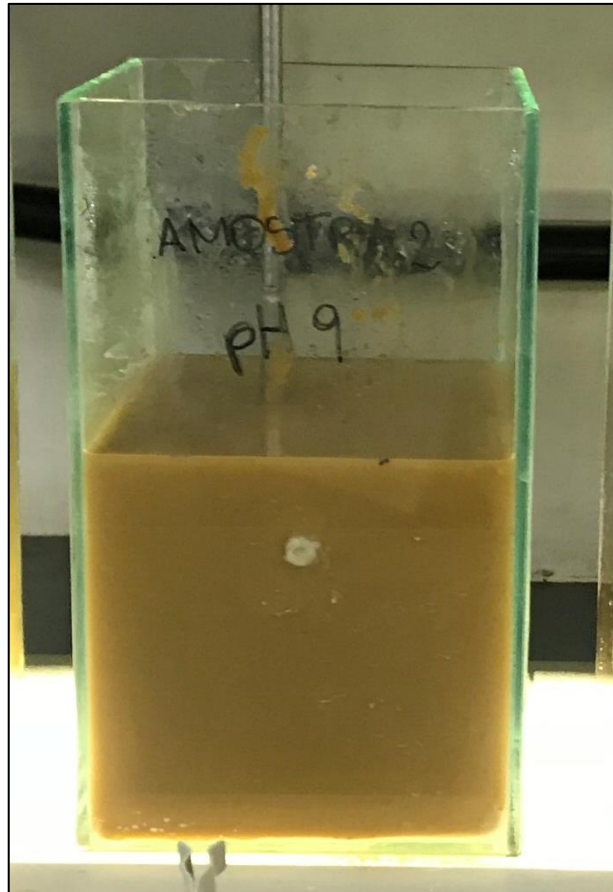


Figura 13 - Amostra 2 em pH 9 (Fonte: Autor, 2018).

3.5.1.3. Amostra 3

A partir da adição de cerca de 140g de soda cáustica, elevou-se o pH da amostra 3 até 10 UpH. Deste modo, a amostra passou a apresentar coloração castanho, conforme evidenciado pela Figura 14.

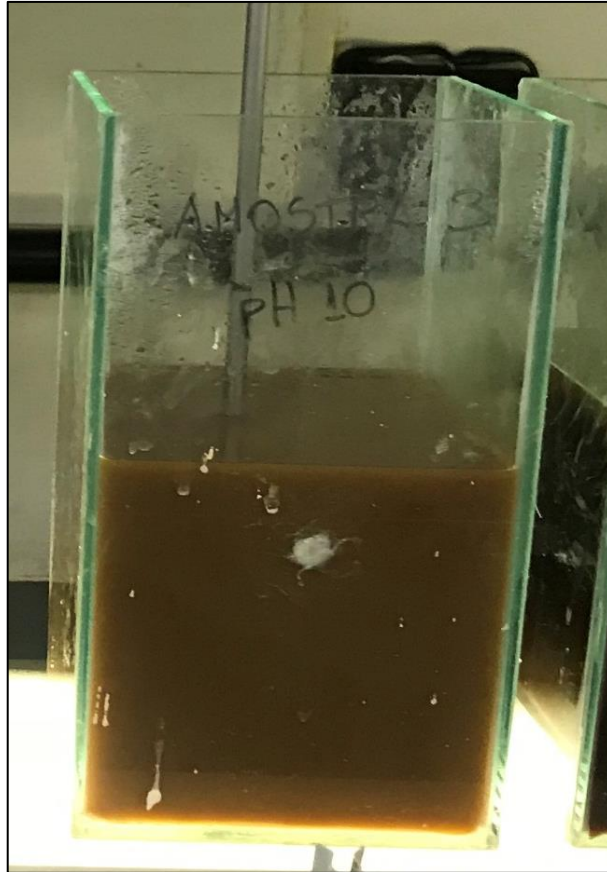


Figura 14 - Amostra 3 em pH 10 (Fonte: Autor, 2018).

3.5.1.4. Amostra 4

Com propósito de elevar o pH da amostra 4 até 11 UpH, foram adicionadas cerca de 160g de soda cáustica. Por conseguinte, a cor da amostra se tornou ainda mais escura, como indicado pela Figura 15.

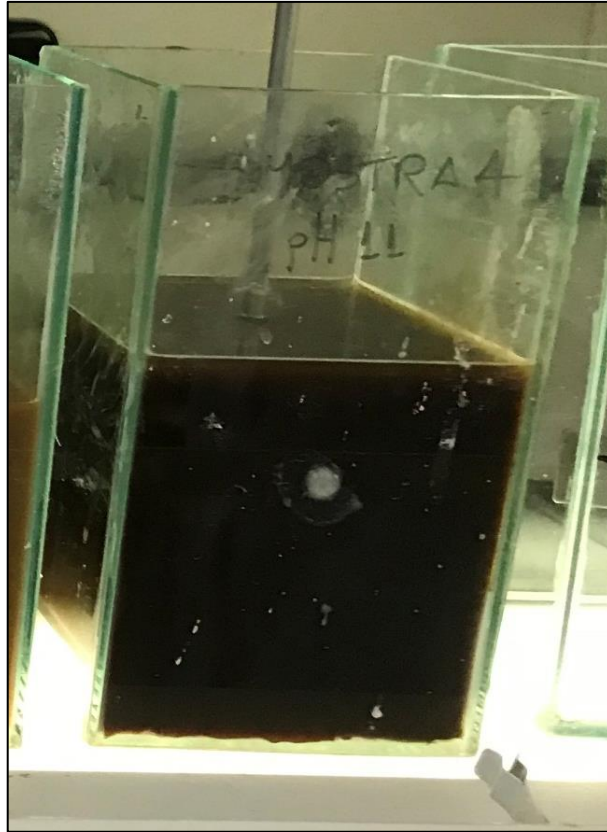


Figura 15 - Amostra 4 em pH 11 (Fonte: Autor, 2018).

3.5.1.5. Escolha do melhor pH

Após o alcance dos valores de pH determinados, as quatro amostras foram submetidas a um período de decantação de 24 horas.

Devido ao fato de cada amostra ter sido submetida a um valor de pH diferente, foi possível realizar uma análise visual comparativa das amostras decantadas e conseqüentemente, determinar em qual valor de pH esse processo se demonstrou mais eficiente.

3.5.1.6. Filtração a Vácuo

Após a escolha da amostra com melhor pH para a ocorrência da precipitação química, realizou-se a transferência de sua parte líquida para um béquer. Em sequência, esta fase foi submetida a um processo de filtração a vácuo com o intuito de remover as partículas em suspensão ainda presentes. Para isso, foram utilizados os seguintes materiais:

- Bomba de vácuo;
- Papel filtro faixa preta com maioria dos poros: 28 μm ;
- Funil de Buchner;
- Kitassato de 500 ml.

Logo, foram obtidas duas fases a partir da filtração a vácuo da amostra: O material sólido retido pelo filtro e a fase hídrica tratada.

3.5.2. Evaporação

Para o desenvolvimento da prática laboratorial de evaporação foi utilizada parte da amostra, identificada como lote 1, do rejeito proveniente da análise de concentração de urânio coletada em laboratório.

Utilizando uma chapa aquecedora juntamente a um termômetro graduado até 360°C, iniciou-se o aquecimento da amostra, a fim de identificar o valor de sua temperatura de ebulição. Desta forma, ao atingir o ponto de ebulição, o termômetro indicou valores próximos a 105°C.

Transferiu-se 500 ml de amostra para o equipamento rotaevaporador, conforme a Figura 16.



Figura 16 - Rotaevaporador com glicerina aquecida (Fonte: Autor, 2018).

Foram adicionados 2,5 L de glicerina à bacia e colocados em banho de aquecimento. Segundo a Coordenação de Tratamento de Efluentes da Fundação Oswaldo Cruz (2003), a glicerina apresenta seu ponto de ebulição igual a 290°C, proporcionando desta forma, o alcance da temperatura em valores próximos a 120°C, com a finalidade de promover a evaporação da água presente na amostra em tratamento.

Após o período de cerca de 3 horas e 30 minutos contados a partir do início da fervura da amostra em tratamento, observou-se que parte da água presente na amostra foi evaporada, condensada e desviada para o frasco coletor.

3.6. Avaliação dos Parâmetros das Amostras Tratadas

A fim de confirmar a eficiência das duas metodologias desenvolvidas para o tratamento do rejeito (Precipitação Química e Evaporação), foi realizada a avaliação dos parâmetros definidos a partir da etapa de caracterização do rejeito líquido bruto nas seguintes amostras:

- Amostra tratada por Precipitação Química (amostra filtrada);
- Amostra tratada por Evaporação (amostra condensada);
- Amostra residual da Evaporação (amostra concentrada).

Para isso, através da utilização de medidor de pH, foram verificados os valores de pH de tais amostras. Posteriormente, com objetivo de analisar as concentrações de metais das mesmas, utilizou-se o equipamento de Espectrometria de Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-AES).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização Qualitativa do Rejeito

Com base na avaliação do método de Titulação Potenciométrica de Davies e Gray (1964), pôde-se evidenciar a existência de determinados metais e a eventual necessidade de quantificá-los após o tratamento do rejeito, a fim de garantir a conformidade com os limites de lançamento estabelecidos pela norma estadual NT-202.R-10. O Quadro 1 indica os reagentes utilizados e os metais a eles referidos.

Quadro 1 - Metais presentes na amostra (Fonte: Autor, 2018).

Reagente utilizado (Método Davies e Gray)	Parâmetro a ser quantificado
Dicromato de Potássio	Cromo Total
Sulfato Ferroso	Ferro Dissolvido
Sulfato de Vanadila	Vanádio Total

Ademais, devido a adição dos ácidos fosfórico, sulfúrico, sulfâmico e nítrico durante a realização do método anteriormente citado, considera-se a característica ácida do rejeito, ocasionando necessidade de enquadramento do parâmetro pH, uma vez que este se apresenta, com base na mesma norma, como critério para liberação de rejeitos hídricos ao meio ambiente.

4.2. Caracterização Quantitativa do Rejeito

De acordo com a etapa de caracterização qualitativa do rejeito, na qual foi possível identificar sua característica ácida, bem como constatar a presença dos metais Cromo, Ferro e Vanádio, realizou-se a medição do pH da amostra bruta através de medidor de pH, seguida de uma análise quantitativa de concentrações de metais através da utilização do equipamento ICP-AES, o que permitiu a obtenção de dados quantitativos.

Logo, tornou-se factível a comparação dos valores obtidos em amostra bruta para os parâmetros considerados (Cromo Total, Ferro Dissolvido, Vanádio Total e pH) com os limites a estes referidos na NT-202.R-10, conforme indicado na Tabela 2.

Tabela 2 - Concentrações dos parâmetros Cromo, Ferro, Vanádio e pH em amostra bruta (Fonte: Autor, 2018).

Parâmetro Analisado	Unidade	Amostra bruta	NT-202.R-10
Cromo Total	mg/L	88,9	0,5
Ferro Dissolvido		> 3057	15,0
Vanádio Total		> 89,5	4,0
pH	UpH	0,1	5 a 9

Desta maneira, é possível notar que os valores de concentração dos três metais detectados se apresentaram em desacordo com os limites de lançamento, bem como o parâmetro pH, que indicou valores em torno de 0,1, de modo a confirmar a característica ácida do rejeito bruto.

No entanto, a partir da leitura da concentração de metais realizada, também foi possível identificar a presença de concentrações de outros metais, não identificados pela etapa de caracterização qualitativa do rejeito com base no método de Titulação Potenciométrica de Davies e Gray (1964).

A Tabela 3 indica os valores de concentração relativos a outros parâmetros analisados, apresentando concentrações de Alumínio, Manganês e Zinco acima dos limites estabelecidos pela norma estadual utilizada como referência no estudo.

Tabela 3 - Concentrações de outros parâmetros analisados através de leitura em ICP-AES da amostra bruta (Fonte: Autor, 2018).

Elemento	Al	Mn	Zn	Ni	Cu	Pb	Cd	Ca
Unidade de medida	mg/L							
NT-202. R-10	3,0	1,0	1,0	1,0	0,5	0,5	0,1	-
Amostra Bruta	3,95	4,97	7,6	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	6,69

Apesar da detecção da presença de cálcio na amostra bruta, este não é um parâmetro legislado pela norma estadual considerada no estudo, portanto, não foi considerado um fator limitante para o descarte do rejeito.

4.3. Práticas Laboratoriais

4.3.1. Precipitação Química

Após o desenvolvimento da técnica de tratamento por precipitação química levando em consideração 4 valores de pH, foi possível comprovar que o pH 8 apresenta-se como melhor valor para a ocorrência da coagulação e precipitação de metais a partir de comparação visual de acordo com a Figura 17.

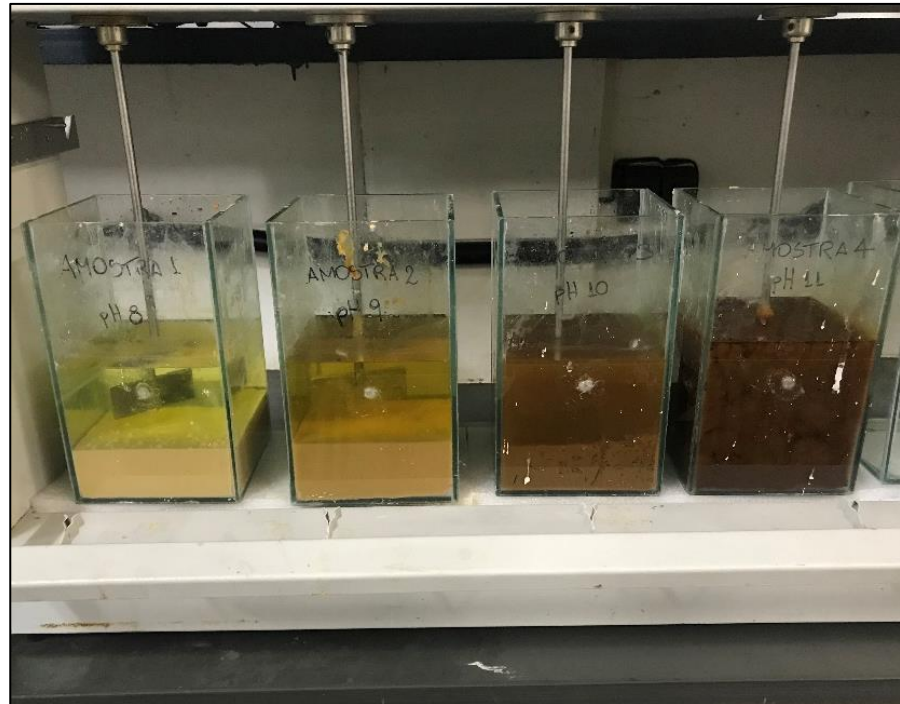


Figura 17 - Amostras após decantação (Fonte: Autor, 2018).

Desta forma, por apresentar aspectos de decantação de precipitado mais evidente, a Amostra 1 foi tomada como modelo para análise dos parâmetros legislados.

De acordo com a Figura 18 é possível notar que cerca da metade da amostra pós decantação é representada pela fase sólida, ou seja, pelo lodo decantado.



Figura 18 - Amostra 1 após 24 horas de decantação (Fonte: Autor, 2018).

Junto ao lodo, também foi possível perceber a formação de cristais devido à grande quantidade de Hidróxido de Sódio (NaOH) adicionada durante o processo de neutralização, conforme apresentado pela Figura 19 e Figura 20.



Figura 19 - Precipitado formado junto a cristais de soda cáustica (Fonte: Autor, 2018).



Figura 20 - Cristais de soda cáustica (Fonte: Autor, 2018).

Desta forma, foi realizada a separação da fase líquida do restante da amostra como pode-se evidenciar pela Figura 21.



Figura 21 - Fase líquida da amostra 1 após separação (Fonte: Autor, 2018).

Após a remoção dos sólidos presentes por filtração à vácuo, foi obtida a amostra tratada, utilizada para posterior avaliação de eficiência de tratamento e indicada pela Figura 22.

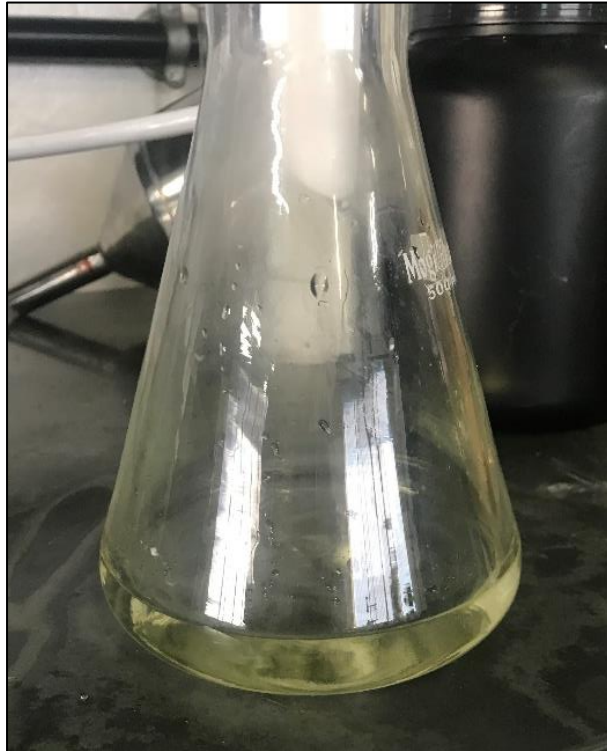


Figura 22 - Amostra 1 após filtração à vácuo
(Fonte: Autor, 2018).

4.3.2. Evaporação

Levando-se em consideração a utilização de uma amostra com volume de 500 ml para o desenvolvimento da metodologia de tratamento por evaporação, foi observado a obtenção de duas fases: aproximadamente 250 ml de líquido condensado apresentando aspecto límpido conforme indicado pela Figura 23 e 246 ml de líquido concentrado, evidenciado pela Figura 24.



Figura 23 - Líquido condensado após tratamento por evaporação (Fonte: Autor, 2018).



Figura 24 - Líquido concentrado após tratamento por evaporação (Fonte: Autor, 2018).

A Figura 25 permite observar a diferença entre as colorações do líquido concentrado (à esquerda) e da amostra bruta utilizada no início do tratamento (à direita).



Figura 25 - Comparação entre líquido concentrado após evaporação e amostra bruta (Fonte: Autor, 2018).

Desta forma, nota-se que o tratamento realizado apresentou 50% de redução de volume e que houve retenção de aproximadamente 0,8% no condensador durante a realização do processo. No entanto, devido à potência do rotaevaporador, não foi possível evaporar a amostra até a sua cristalização.

4.4. Avaliação dos Parâmetros das Amostras Tratadas

4.4.1. Amostra Tratada por Precipitação Química

Após o desenvolvimento da metodologia de tratamento por precipitação química seguida de filtração da amostra, foi realizada a leitura em ICP-AES para a quantificação dos metais presentes. Por conseguinte, foram obtidos os resultados indicados pela Tabela 4 para os parâmetros Cromo Total, Ferro Solúvel, Vanádio Total e pH.

Tabela 4 - Concentrações dos parâmetros Cromo, Ferro, Vanádio e pH em amostra tratada por precipitação química (Fonte: Autor, 2018).

Parâmetro Analisado	Unidade	Amostra Tratada	NT-202.R-10
Cromo Total	mg/L	0,01	0,5
Ferro Solúvel		2,14	15,0
Vanádio Total		21,40	4,0
pH	UpH	7,45	5 a 9

Desta forma, é possível observar que os parâmetros Cromo Total e Ferro Solúvel foram enquadrados aos limites especificados pela norma estadual NT-202.R-10. No entanto, apesar do tratamento aplicado promover a redução no valor da concentração de Vanádio Total, esse não se demonstrou eficiente para o enquadramento de tal parâmetro.

Nota-se também que o valor de pH da amostra apresentou uma branda alteração após os processos de decantação e filtração, uma vez que este anteriormente se apresentava em valor igual a 8. Todavia, o valor ainda permaneceu entre a faixa de pH estabelecida para descarte.

A Tabela 5 apresenta os valores de concentração de metais da amostra tratada relativos aos parâmetros Alumínio, Manganês e Zinco, encontrados no rejeito em concentrações superiores aos limites estabelecidos pela norma considerada no estudo.

Tabela 5 - Concentrações de Alumínio, Manganês e Zinco após tratamento por precipitação química (Fonte: Autor, 2018).

Elemento	Al	Mn	Zn
Unidade	mg/L		
NT-202.R-10	3,0	1,0	1,0
Amostra Tratada	2,84	0,01	0,06

Apesar de não ter sido identificada a presença de Alumínio, Manganês e Zinco durante o levantamento de reagentes utilizados na metodologia de Davies e Gray, o tratamento por precipitação química se demonstrou eficiente tanto na redução da concentração de tais metais, como no enquadramento dos mesmos.

4.4.2. Amostra Tratada por Evaporação

Foram realizadas as leituras de concentração de metais através do equipamento ICP-AES das duas fases pós tratamento por evaporação: a fase concentrada e a tratada (condensada).

Desta maneira, foram obtidos os valores indicados pela Tabela 6.

Tabela 6 - Concentrações dos parâmetros Cromo, Ferro, Vanádio e pH em amostras concentrada e tratada por evaporação (Fonte: Autor, 2018).

Parâmetro Analisado	Unidade	Amostra concentrada	Amostra tratada	NT-202.R-10
Cromo Total	mg/L	> 167	0,01	0,5
Ferro Solúvel		> 5616	0,10	15,0
Vanádio Total		> 171	0,01	4,0
pH	UpH	< 0,1	3,5	5 a 9

Como é possível notar, houve o enquadramento de todos os metais (Cromo, Ferro e Vanádio) aos limites estabelecidos na NT-202.R-10 na amostra tratada. No

entanto, esse tratamento não se mostrou eficiente quanto ao ajuste do pH, uma vez que indicou pH ácido, inferior ao limite mínimo especificado.

A Tabela 7 indica os valores de concentração de metais da amostra tratada relativos aos parâmetros Alumínio, Manganês e Zinco, encontrados no rejeito bruto.

Tabela 7 - Concentrações de Alumínio, Manganês e Zinco após tratamento por evaporação (Fonte: Autor, 2018).

Elemento	Al	Mn	Zn
Unidade	mg/L		
NT-202.R-10	3,0	1,0	1,0
Amostra Tratada	0,589	0,01	0,06

Logo, a metodologia de tratamento desenvolvida também se demonstra eficiente para redução da concentração dos três metais considerados, promovendo o enquadramento dos mesmos aos limites definidos na norma utilizada como referência no estudo.

4.5. Comparação das Metodologias Desenvolvidas

A Tabela 8 compara as amostras pós-tratamento obtidas pela metodologia de precipitação química e de evaporação com as concentrações relativas ao rejeito bruto, utilizando como referência os limites da norma estadual.

Por conseguinte, foi possível indicar as eficiências relativas à remoção de cada metal legislado, bem como a eficiência de ajuste de pH.

Tabela 8 - Eficiências de tratamento das metodologias desenvolvidas (Fonte: Autor, 2018).

Parâmetro Analisado	Unidade	NT-202. R-10	Amostra Bruta	Precipitação Química		Evaporação	
				Amostra Tratada	Eficiência	Amostra Tratada	Eficiência
Cromo Total	mg/L	0,5	88,9	0,01	99,989 %	0,01	99,989 %
Ferro Solúvel		15,0	> 3057	2,14	99,929 %	0,10	99,997 %
Vanádio Total		4,0	> 89,5	21,40	76,089 %	0,01	99,989 %
pH	UpH	5 a 9	0,1	7,45	Alta	3,5	Baixa

Assim, nota-se que houve enquadramento de todas as concentrações de metais pela metodologia de evaporação e que as eficiências de remoção relativas a esses parâmetros se apresentaram próximas a 100%, contudo, a eficiência de ajuste de pH desta metodologia pôde ser considerada baixa.

Já a eficiência de ajuste de pH pela metodologia de tratamento por precipitação química é considerada alta, uma vez a correção do pH é considerada imprescindível para o desenvolvimento de tal metodologia. Porém, a eficiência de remoção do Vanádio Total indicou valor de cerca de 76%, sendo ineficiente para o enquadramento de tal parâmetro ao limite estabelecido em norma.

A Tabela 9 indica as vantagens e desvantagens relativas às duas metodologias de tratamento aplicadas.

Tabela 9 - Vantagens e desvantagens das metodologias desenvolvidas (Fonte: Autor, 2018).

Precipitação Química	
Vantagens	Desvantagens
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Alta eficiência no ajuste do pH; ▪ Alta eficiência na coagulação e precipitação da maioria dos metais. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Alto consumo de neutralizante (NaOH); ▪ Baixa eficiência na coagulação e precipitação de Vanádio; ▪ Grande geração de lodo; ▪ Alto consumo energético.
Evaporação	
Vantagens	Desvantagens
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Possibilidade de utilização de um sistema de evaporação solar de baixo custo; ▪ Não utilização de produtos químicos; ▪ Alta eficiência na remoção de todos os metais. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Necessidade adicional de ajuste de pH; ▪ Fase concentrada líquida (evaporação adicional).

5 CONCLUSÕES

O presente estudo desenvolveu duas alternativas para o tratamento do rejeito hídrico formado nas análises laboratoriais destrutivas de urânio de materiais sob salvaguardas nucleares.

Para isso, foi realizada a caracterização de tal rejeito através do levantamento dos reagentes utilizados na metodologia de titulação potenciométrica de Davies e Gray, identificando uma provável característica ácida do rejeito, assim como a presença dos metais Cromo, Ferro e Vanádio.

No entanto, a partir de análises instrumentais, foram obtidos dados quantitativos relativos ao pH e às concentrações de metais existentes, confirmando a hipótese considerada anteriormente e detectando a presença dos metais Alumínio, Manganês e Zinco, não previstos a partir do levantamento realizado.

Uma vez identificados os parâmetros a serem considerados pelo estudo, utilizou-se como referência os limites estabelecidos na norma estadual NT-202.R-10, que vigora no estado do Rio de Janeiro e estabelece critérios e padrões para lançamento de efluentes líquidos. Assim, foi possível realizar uma comparação e verificar a não conformidade das concentrações existentes no rejeito com os limites da norma estadual.

Vista a necessidade de tratamento do rejeito, foram desenvolvidas duas metodologias: precipitação química e evaporação.

De um modo geral, a metodologia de precipitação química não se demonstrou capaz de remover Vanádio suficientemente para que o mesmo fosse enquadrado ao limite de liberação.

Por outro lado, a metodologia de evaporação apesar de se demonstrar altamente eficiente para a remoção de todos os metais identificados no rejeito, demonstrou-se ineficiente quanto ao ajuste do pH, mantendo sua característica ácida.

Do ponto de vista ambiental, a metodologia de precipitação química demonstra um impacto significativo no aspecto de formação de lodo, o que ocasiona a geração

de grandes quantidades de rejeito sólido com características químicas, acarretando na necessidade de sua disposição final em aterros industriais.

Em relação a metodologia de evaporação, apesar da fração evaporada não apresentar pH em faixa ideal para o descarte, considera-se a possibilidade de aplicação de um tratamento adicional para neutralizar o material após sua condensação.

No quesito viabilidade técnica, o tratamento por precipitação química se demonstrou inviável, pois além da alta demanda de agente neutralizante, não apresentou eficiência quanto à remoção ideal para o metal Vanádio.

Já a metodologia de tratamento por evaporação necessita da aplicação de um processo de evaporação adicional, de modo a permitir a cristalização da fração líquida concentrada, proporcionando assim, volumes de rejeito sólido reduzidos em relação ao formado por precipitação química.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

6.1. Evaporação

- Projetar um sistema de utilização de energia de baixo custo, como por exemplo, um sistema de aproveitamento de energia solar para evaporação do rejeito até atingir a cristalização;
- Criar um sistema de condensação do líquido evaporado seguido de adição de água para promover o ajuste do pH, possibilitando o descarte adequado do efluente.

6.2. Outras Alternativas de Tratamento

- Desenvolver uma metodologia para tratamento do rejeito a partir da utilização do aparelho de Osmose Reversa.
- Desenvolver uma metodologia de tratamento do rejeito a partir do processo de eletrocoagulação-flotação (ECF).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABACC. **Relatório Anual ABACC**. 2006. Disponível em: <<https://www.abacc.org.br/en/wp-content/uploads/2016/10/relatorio2006.pdf>>. Acesso em 08 jul. 2018.

ABREU, Daniela Gonçalves de; IAMAMOTO, Yassuko. **Relato de uma experiência pedagógica no ensino de química: formação profissional com responsabilidade ambiental**. Revista Química Nova. v. 26. n.4. Ribeirão Preto, 2003. 582-584p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C696-80, Standard methods for chemical, mass spectrometric, and spectrochemical analysis of nuclear - grade uranium dioxide powders and pellets**. Philadelphia, 1981.

ANTUNES, Paulo Bessa. **Direito Ambiental**. 8.ed. Rio de Janeiro: Atlas. 2005. 828-829p.

BINS, Fernando Escobar. **Os instrumentos jurídicos de salvaguardas nucleares instituídos pelo acordo para o uso exclusivamente pacífico da energia nuclear entre Brasil e Argentina**. Revista de Direito e Justiça. v. 36, n. 2. Rio Grande do Sul, 2010. 162-179p.

BRAGA, Josefina Aparecida Pellegrini; BARBOSA, Teresa Negreira Navarro. **Fisiologia e metabolismo do ferro**. In: Braga JAP, Amancio OMS, Vitalle MSS. O ferro e a saúde das populações. 1. ed. São Paulo: Roca, 2006. 10-11p.

BRASIL. Projeto de Lei nº 2.348, de 1991. Dispõe sobre a experiência a ser obtida na contabilidade e controle de materiais nucleares. **Câmara dos Deputados**. Disponível em:

<http://www.camara.gov.br/proposicoesWeb/prop_mostrarintegra;jsessionid=D8CD385F4F0492741EDE4C6F879FDB4E.node2?codteor=1139729&filename=Avulso+-PL+2348/1991>. Acesso em 20 jun. 2018.

_____. Decreto nº 1.065, de 24 de fevereiro de 1994. Promulga o Acordo entre a República Federativa do Brasil a República Argentina a Agência Brasileiro-Argentina de Contabilidade e Controle de Materiais Nucleares {ABACC} e a Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA) para a Aplicação de Salvaguardas. **Diário Oficial da República do Brasil**. Brasília, DF, 25 fev. 1994.

_____. Lei nº 10.308, de 20 de novembro de 2001. Dispõe sobre a seleção de locais, a construção, o licenciamento, a operação, a fiscalização, os custos, a indenização, a responsabilidade civil e as garantias referentes aos depósitos de rejeitos radioativos, e dá outras providências. **Diário Oficial da República do Brasil**. Brasília, DF, 21 nov. 2001.

_____. Resolução CNEN 167/14 de 30 de abril de 2014. NORMA CNEN NN 8.01: Gerência de Rejeitos Radioativos de Baixo e Médio Níveis de Radiação. **Diário Oficial da União**. Brasília, Distrito Federal, 15 mai. 2014.

CARVALHO D. F., SILVA L. D. B. **Hidrologia**; 2006; Disponível em: <<http://www.ufrj.br/institutos/it/deng/leonardo/downloads/APOSTILA/HIDRO-Cap6-ET.pdf>>. Acesso em 03 set. 2018.

CANÇADO Rodolfo D., CHIATTONE Carlos S. **Anemia ferropênica no adulto – causas, diagnóstico e tratamento**. Revista de Hematologia e Hemoterapia. v.32. n.3. São Paulo: Associação Brasileira de Hematologia e Hemoterapia, 2010. 1p.

COMITÊ INTERNACIONAL DA CRUZ VERMELHA. **Armas Nucleares**. 2010. Disponível em: <<https://www.icrc.org/pt/document/armas-nucleares>>. 21 jun. 2018.

COMPANHIA AMBIENTAL DO ESTADO DE SÃO PAULO (CETESB). **Evolução das Concentrações de Níquel, Cádmio, Arsênio e Chumbo do Material Particulado da Atmosfera de São Paulo (Estação Cerqueira César)**. São Paulo: 2015. Disponível em: <<https://cetesb.sp.gov.br/ar/wp-content/uploads/sites/28/2013/12/relatorio-evolucao-metais.pdf>>. Acesso em 20 set. 2018.

CONSELHO REGIONAL DE QUÍMICA IV REGIÃO (SP). **Operação de Estação de Tratamento de Efluentes Líquidos Processo físico-químico**. 2013. Disponível em: <https://www.crq4.org.br/sms/files/file/2013_09_28_Apostila_ETE_Ribeir%C3%A3o_Preto_site.pdf> Acesso em 30 ago. 2018.

CORDENAÇÃO DE TRATAMENTO DE EFLUENTES. **Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico – FISPQ Glicerina**. 2003. Disponível em: <<https://www.oswaldocruz.br/download/fichas/Glicerina2003.pdf>> Acesso em 22 set. 2018.

DAVIES, W., GRAY, W. **A rapid and specific titrimetric method for the precise determination of uranium using iron (ii) sulphate as reductant.** v. 11. Pergamon: Talanta, 1964. 1203-11p.

FERREIRA, Aurélio Buarque de Holanda. **Novo dicionário da língua portuguesa.** 3. ed. Curitiba: Positivo, 2004.

GOMES, M. R.; ROGERO M. M.; TIRAPEGUI, J. **Considerações sobre cromo, insulina e exercício físico.** vol.1. n.5. Rio de Janeiro: Revista brasileira de medicina do esporte, 2005. 262-263p.

HINRICHS, Roger A.; KLEINBACH, Merlin. **Energy: its use and the environment.** 4. ed. São Paulo: Thompson, 1996. 510-563p.

INSTITUTO DE MEDICINA LABORATORIAL (IMLAB). **Training Papers Distillation with a Rotary Evaporator.** 1998. Disponível em: <http://www.imlab.be/imlab_nl/buchi/distillation_rotary_evaporator_imlab.pdf>. Acesso em 19 set. 2018.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA). Disponível em: <<https://www.iaea.org/about>>. Acesso em 03 abr. 2018.

INSTITUTO NUCLEAR BRASILEIRO (INB). **Urânio;** s. d. Disponível em: <<http://www.inb.gov.br/pt-br/Nossas-Atividades/Uranio>> Acesso em 31 mar. 2018.

INSTITUTO ESTADUAL DO AMBIENTE (INEA). NT-202.R-10, de 04 de dezembro de 1986. Critérios e padrões para lançamento de efluentes líquidos. **Diário Oficial do Estado do Rio de Janeiro.** Rio de Janeiro, 12 dez. 1986.

JIMENEZ Ricardo Sarti; BOSCO Sandra Maria dal; CARVALHO Wagner Alves. **Remoção de Metais Pesados de Efluentes Aquosos pela Zeólita Natural Escolécita – Influência da Temperatura e do pH na Adsorção em Sistemas Monoelementares.** Revista Química Nova. v. 27. n. 5. Campinas, 2004. 734p.

KAMALUDEEN Sara P.B.; MEGHARAJ Mallavarapu, JUHASZ Albert. L.; SETHUNATHAN Nabratil; NAIDU Ravi. **Chromium – Microorganism Interactions in Soils: Remediation Implications.** In: Ware G.W. (eds) Reviews of Environmental Contamination and Toxicology. Reviews of Environmental Contamination and Toxicology, vol 178. Springer, New York, 2003. 95-103p.

KOTZ, John C.; TREICHEL, Paul Jr. **Química e Reações Químicas**. 3. ed. vol. 1. Nova Iorque: Livros Técnicos e Científicos, 1998. XXI – XXII.

KUHN, E., DERON, S., AIGNER, H., ZOIGNER, A. **Destructive Analysis of Safeguards Materials**. 2. The NBL - Potentiometric Analytical Laboratory. Viena: IAEA, 1979. 45p.

LEITE, Maurício Augusto. **Análise do aporte, da taxa de sedimentação e da concentração de metais na água, plâncton e sedimento do reservatório de Salto Grande, Americana - SP**. 2002. 215 f. Tese (Doutorado). São Carlos: Curso de Ciências da Engenharia Ambiental da Universidade de São Paulo, 2002.

LOTTERING, M.J.; LORENZEN, L.; PHALA, N.S.; SMIT, J.T.; SCHALKWYK, G.A.C. **Mineralogy and uranium leaching response of low-grade South African ores**. Minerals Engineering, 2008.

MARZO, Marco Antônio Saraiva. **Introdução à Contabilidade e Controle de Materiais Nucleares**. Rio de Janeiro: Ciência Moderna, 2017. VII – X p.

MASILI, Gustavo Santos; ESTEVES, Rodrigo José Gomes Alay. **Usina Nuclear**; Disponível em: <<http://www.fem.unicamp.br/~em313/paginas/nuclear/nuclear.htm>>. Acesso em 27 mar. 2018.

METCALF, G., EDDY, H. **Wastewater engineering: treatment, disposal and reuse**. 4. ed. Nova Iorque: McGraw-Hill, 2003.404p.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. **Portaria SAS/MS nº 1.324**, de 25 de novembro de 2013. **Aprova o Protocolo Clínico e Diretrizes Terapêuticas da Sobrecarga de Ferro**. Anexo 1-2p.

MINISTÉRIO DAS RELAÇÕES EXTERIORES. **Brasil e Argentina, 25 anos de cooperação nuclear**. 2016. Disponível em: <<http://www.itamaraty.gov.br/pt-BR/discursos-artigos-e-entrevistas-categoria/ministro-das-relacoes-exteriores-artigos/14469-brasil-e-argentina-25-anos-de-cooperacao-nuclear-valor-economico-jose-serra-e-susana-malcorra-19-07-2016>> Acesso em 21 jun. 2018.

MINISTÉRIO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA. **Relatório de Gestão do Exercício**. 2009. Disponível em:

<http://www.cnen.gov.br/images/cnen/documentos/acesso_a_informacao/rel-gestao-2009.pdf>. Acesso em 29 set. 2018.

MOTA, Suetônio. **Preservação e conservação de recursos hídricos**. 2.ed. Rio de Janeiro: ABES, 1995, 67–149p.

MUSTAFA, George de Souza. **Reutilização De Efluentes Líquidos Em Indústria Petroquímica**. Salvador: tese (pós-graduação), 1998. 38p.

ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. **A ONU e a energia atômica**. 2005. Disponível em: <<https://nacoesunidas.org/acao/energia-atomica/>>. Acesso em 04 jun. 2018.

PERUZZO, Francisco Miragaia; CANTO, Eduardo Leite do. **Química na abordagem do cotidiano**; 3.ed. vol.2. São Paulo: Moderna, 2003. 244-245p.

PRODANOV, Cleber Cristiano; FREITAS, Ernani César de. **Metodologia do Trabalho Científico: Métodos e Técnicas da Pesquisa e do Trabalho Acadêmico**. 2. ed. Novo Hamburgo: Feevale, 2013. 51-128p.

RUSSEL, John B. **General Chemistry**. 2.ed. vol.2. São Paulo: Pearson Education do Brasil, 1994. 1257p.

SALAZAR, Gonzalo de. **El Tratado de no Proliferación de Armas Nucleares: Los Temas Clave en la Conferencia de Examen en 2015**. n. 38. Revista UNISCI: Española, 2015. 2p.

SAMPAIO, João Alves; ANDRADE, Mônica Calixto de; PAIVA, Paulo Renato Perdigão de. **Cromita; Rochas e minerais industriais**. Rio de Janeiro: CETEM, 2005. 493-516p.

SILVA, Marcos Valle Machado da. **O TNP: Gênese e Evolução da Percepção do Tratado por Parte Dos Estados**. Revista da Escola de Guerra Naval. Rio de Janeiro. v.17. n. 2. 2011. 231-232p.

VOGEL, Arthur I. **Química Analítica Qualitativa**. 5.ed. São Paulo: Mestre Jou, 1981. 474-475, 574p.