

Segunda edição
31.05.2004

Válida a partir de
30.11.2004

Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos

Procedure for obtention leaching extract of solid wastes

Palavras-chave: Resíduo sólido. Lixiviação
Descriptors: Leaching. Solid waste

ICS 13.030.10

© ABNT 2004

Todos os direitos reservados. A menos que especificado de outro modo, nenhuma parte desta publicação pode ser reproduzida ou utilizada em qualquer forma ou por qualquer meio, eletrônico ou mecânico, incluindo fotocópia e microfilme, sem permissão por escrito pela ABNT.

Sede da ABNT
Av. Treze de Maio, 13 – 28º andar
20003-900 – Rio de Janeiro – RJ
Tel.: + 55 21 3974-2300
Fax: + 55 21 2220-1762
abnt@abnt.org.br
www.abnt.org.br

Impresso no Brasil

Sumário

Página

Prefácio	iv
1 Objetivo	1
2 Referências normativas	1
3 Definições	1
4 Requisitos	1
4.1 Aparelhagem e vidraria	1
4.2 Reagentes	3
4.3 Amostragem de campo e preservação da amostra	4
5 Procedimento	4
5.1 Determinações preliminares	4
5.1.1 Determinações preliminares em amostras sólidas	4
5.1.2 Determinações preliminares em amostras contendo líquidos/sólidos	4
5.1.3 Determinação da solução de extração	5
5.2 Procedimentos de lixiviação para resíduos contendo teor de sólidos igual a 100%	6
5.2.1 Lixiviação de não voláteis	6
5.2.2 Lixiviação de voláteis	6
5.3 Procedimento de lixiviação para resíduos com menos de 0,5% de sólidos	7
5.3.1 Lixiviação para não voláteis	7
5.3.2 Lixiviação para voláteis	8
5.4 Procedimentos de lixiviação para resíduos com mais de 0,5% de sólidos	9
5.4.1 Lixiviação para não voláteis	9
5.4.2 Lixiviação para voláteis	10
5.5 Fluxograma das lixiviações	13
6 Interpretação dos dados	13
7 Controle da qualidade	13
Anexo A (normativo) Tabela	15
Anexo B (informativo) Fluxograma de lixiviação	16

Prefácio

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) é o Fórum Nacional de Normalização. As Normas Brasileiras, cujo conteúdo é de responsabilidade dos Comitês Brasileiros (ABNT/CB), dos Organismos de Normalização Setorial (ABNT/ONS) e das Comissões de Estudo Especiais Temporárias (ABNT/CEET), são elaboradas por Comissões de Estudo (CE), formadas por representantes dos setores envolvidos, delas fazendo parte: produtores, consumidores e neutros (universidades, laboratórios e outros).

A ABNT NBR 10005 foi elaborada na CEET-00:01.34 - Comissão de Estudo Especial Temporária de Resíduos Sólidos. O Projeto circulou em Consulta Pública conforme Edital nº 08 de 30.08.2002, com o número Projeto NBR 10005.

Esta Norma é baseada na EPA 1311.

Esta Norma substitui a ABNT NBR 10005:1987.

Esta Norma contém o anexo A, de caráter normativo, e o anexo B, de caráter informativo.

Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos

1 Objetivo

Esta Norma fixa os requisitos exigíveis para a obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos, visando diferenciar os resíduos classificados pela ABNT NBR 10004 como classe I – perigosos - e classe II – não perigosos.

2 Referências normativas

As normas relacionadas a seguir contêm disposições que, ao serem citadas neste texto, constituem prescrições para esta Norma. A edições indicadas estavam em vigor no momento desta publicação. Como toda norma está sujeita a revisão, recomenda-se àqueles que realizam acordos com base nesta que verifiquem a conveniência de se usarem as edições mais recentes das normas citadas a seguir. A ABNT possui a informação das normas em vigor em um dado momento.

ABNT NBR 10004:2004 - Resíduos sólidos - Classificação

ABNT NBR 10007:2004 - Amostragem de resíduos - Procedimento

AWWA - APHA - WPCI¹⁾ - Standard methods for the examination of water and wastewater

USEPA – SW 846¹⁾ - Test methods for evaluating solid waste - Physical/chemical methods

3 Definições

Para os efeitos desta Norma, aplicam-se as seguintes definições:

3.1 lixiviação: Processo para determinação da capacidade de transferência de substâncias orgânicas e inorgânicas presentes no resíduo sólido, por meio de dissolução no meio extrator.

3.2 compostos voláteis: Consideram-se compostos voláteis as substâncias constantes na tabela A.1.

4 Requisitos

4.1 Aparelhagem e vidraria

4.1.1 Agitador rotatório de frascos, conforme figura 1, que seja capaz de:

a) evitar estratificação da amostra durante a agitação;

¹⁾ A não indicação do ano de publicação destes documentos significa que devem ser utilizadas as edições mais recentes.

- b) submeter todas as partículas da amostra ao contato com o líquido extrator;
- c) garantir agitação homogênea de (30 ± 2) rpm, medida de ponto a ponto do frasco durante o período de funcionamento do agitador.

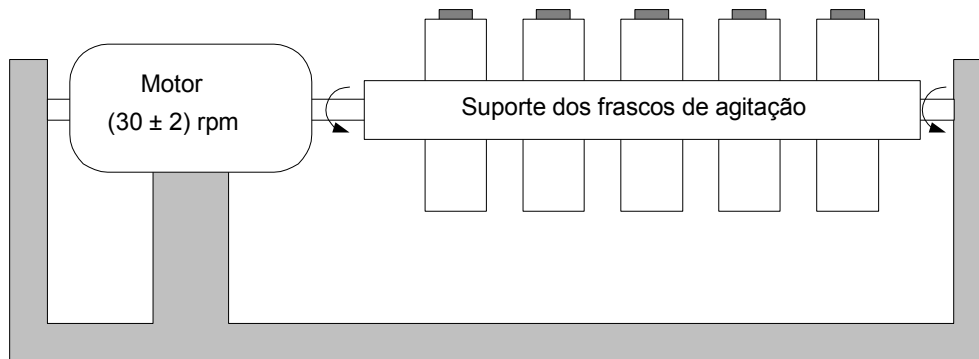


Figura 1 — Agitador rotatório de frasco

4.1.2 Os frascos de lixiviação devem ser de material inerte como vidro borossilicato ou politetrafluoretileno (PTFE) ou aço inoxidável 316. Estes materiais podem ser utilizados tanto para a lixiviação de orgânicos (exceto os voláteis) quanto de inorgânicos. Materiais como polietileno de alta densidade, polipropileno ou cloreto de polivinila podem ser utilizados para a lixiviação de metais.

4.1.3 Medidor de pH com subdivisões de 0,01 unidade da escala de leitura.

4.1.4 Aparelho de filtração pressurizado ou a vácuo, com filtro de fibra de vidro isento de resinas e com porosidade de 0,6 μm a 0,8 μm .

4.1.5 Centrífuga para líquido de difícil filtração.

4.1.6 Peneira com abertura de 9,5 mm.

4.1.7 Balança com resolução de $\pm 0,01$ g.

4.1.8 Extrator para voláteis sem espaço livre, ou seja, com o preenchimento total do frasco pela mistura do líquido extrator e da amostra, conforme figura 2, “zero-head space extraction vessel” (ZHE), com capacidade de 500 mL a 600 mL, equipado para acomodar filtro de 90 mm. O pistão do extrator deve se mover com pressão de até 103 kPa (15 psi). O extrator deve ser suficientemente vedado para suportar pressão até 345 kPa (50 psi), sem que haja alteração na pressão interna do extrator por 1 h.

4.1.9 Coletor para o extrato obtido no extrator ZHE, podendo ser frasco de vidro, aço inoxidável, ou PTFE, ou *bag* em PTFE, ou ainda seringa de vidro com a ponta do êmbolo em PTFE.

NOTA 1 A utilização de *bag* é recomendada para amostras contendo quantidades significativas de líquido aquoso e que tenham menos de 1% de líquidos não aquosos.

NOTA 2 Para amostras contendo mais que 1% de líquidos não aquosos, podem ser utilizados *bag* ou seringa.

NOTA 3 Para amostra que contém 100% de sólido ou 100% de líquido, pode-se utilizar tanto o *bag* quanto a seringa.

NOTA 4 O gás usado na pressurização do sistema tem função apenas pneumática, podendo ser utilizado, por exemplo, nitrogênio ou ar comprimido.

4.1.10 Agitador magnético.

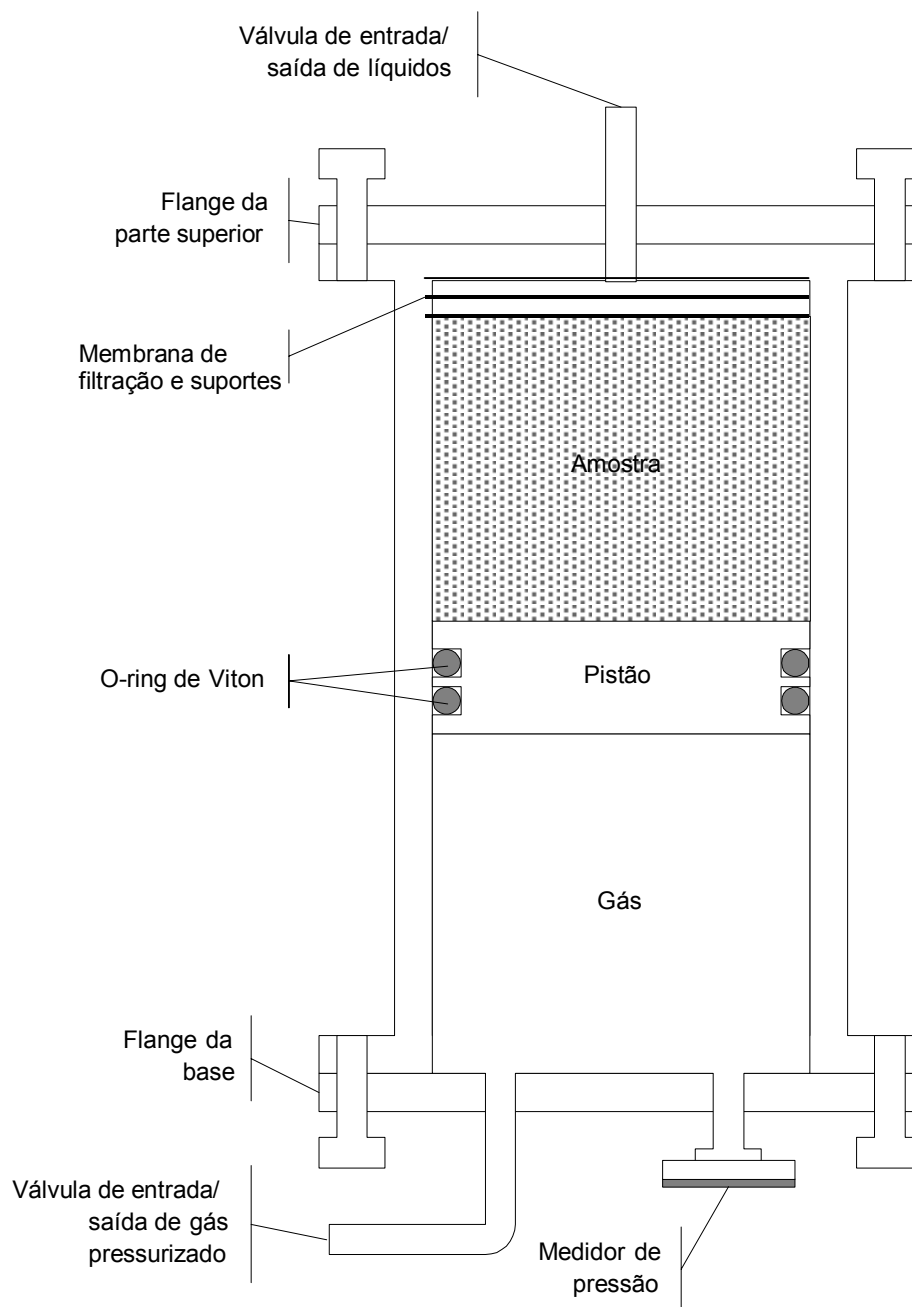


Figura 2 — Extrator ZHE

- 4.1.11 Balão volumétrico de 1 L.
- 4.1.12 Béquer de 500 mL.
- 4.1.13 Vidro de relógio de 12 cm de diâmetro.
- 4.1.14 Fita de politetrafluoretileno (PTFE).

4.2 Reagentes

4.2.1 Água destilada, desionizada e isenta de orgânicos para lixiviação de voláteis e não-voláteis. Esta água deve ser obtida por processo de ultrapurificação, ou equivalente, garantindo a isenção de interferentes analíticos.

4.2.2 Ácido clorídrico (HCl) p.a., 1,0 N.

4.2.3 Ácido nítrico (HNO₃) p.a., 1,0 N.

4.2.4 Hidróxido de sódio (NaOH) p.a., 1,0 N.

4.2.5 Ácido acético glacial (HOAc) p.a.

4.2.6 Soluções de extração:

- a) solução de extração nº 1: adicionar 5,7 mL de ácido acético glacial a água preparada conforme 4.2.1 e adicionar 64,3 mL de NaOH 1,0 N. Completar o volume a 1 L. O pH desta solução deve ser $4,93 \pm 0,05$;
- b) solução de extração nº 2: adicionar 5,7 mL de ácido acético glacial a água preparada conforme 4.2.1 e completar para o volume de 1 L. O pH desta solução deve ser $2,88 \pm 0,05$.

NOTA Caso a solução não seja utilizada imediatamente, o pH deve ser verificado antes do uso.

4.3 Amostragem de campo e preservação da amostra

Para a amostragem e preservação de amostras, devem ser considerados os procedimentos descritos na ABNT NBR 10007.

5 Procedimento

5.1 Determinações preliminares

Fazer uma avaliação preliminar da amostra com uma alíquota de 100 g, verificando se a amostra é sólida ou se contém líquidos e se há necessidade de reduzir o tamanho das partículas.

5.1.1 Determinações preliminares em amostras sólidas

5.1.1.1 Para avaliar o tamanho das partículas, a amostra deve passar em peneira de malha de 9,5 mm. Nessa condição, ela está pronta para a etapa de extração. Caso contrário, a amostra deve ser triturada até que atenda ao requisito acima.

5.1.1.2 Se a amostra for utilizada para extração de voláteis (ver tabela A.1), resfriar o resíduo a 4°C, antes de triturar. Evitar o manuseio da amostra por tempo prolongado para minimizar a perda de voláteis.

5.1.2 Determinações preliminares em amostras contendo líquidos/sólidos

5.1.2.1 Para determinar a porcentagem de sólidos em suspensão, proceder da seguinte maneira:

- a) pesar os suportes e o filtro de fibra de vidro de 0,6 µm a 0,8 µm;
- b) montar o sistema de filtração (4.1.4), conforme instrução do fabricante;
- c) se a amostra estiver a 4°C, esperar até entrar em equilíbrio térmico;
- d) pesar uma alíquota de pelo menos 100 g;
- e) transferir quantitativamente a amostra para o filtro, distribuindo uniformemente sobre sua superfície. Centrifugar previamente a amostra, caso seja de difícil filtração;

- f) aplicar gradativamente vácuo ou pressão de 7 kPa a 70 kPa (1 psi a 10 psi) até que o ar ou gás de pressurização passe através do filtro. Caso não seja observada a passagem de líquido pelo filtro em um intervalo de 2 min, incrementar lentamente a pressão em intervalos de 70 kPa até o máximo de 345 kPa (50 psi). Quando o gás de pressurização começar a passar pelo filtro ou quando terminar o fluxo de líquido a uma pressão de 345 kPa e se em um período de 2 min não houver mais filtrado, encerra-se o processo;

NOTA No início, não aplicar alta pressão, pois poderá provocar uma colmatção precoce da filtro de fibra de vidro.

- g) o material retido no filtro é denominado fase sólida e o filtrado, fase líquida;

NOTA 1 Algumas amostras, tais como óleos, resíduos de tintas etc., contêm materiais que parecem líquidos e que permanecem no filtro após aplicação de pressão. Este material é considerado fase sólida.

NOTA 2 Não trocar o filtro durante a filtração.

- h) pesar os suportes e o filtro de fibra de vidro e o material retido, determinar a massa da fase líquida e da fase sólida.

- i) calcular a porcentagem de sólidos em suspensão:

$$\% \text{ sólidos} = \frac{\text{massa do sólido}}{\text{massa total do resíduo}} \times 100$$

- j) remover a fase sólida e o filtro: secar a fase sólida a $(100 \pm 20)^\circ\text{C}$, até massa constante. Recomenda-se o uso de estufa com saída para uma capela:

$$\% \text{ sólidos secos} = \frac{(\text{massa do resíduo} + \text{filtro}) - \text{tara do filtro}}{\text{massa inicial do resíduo}} \times 100$$

5.1.2.2 Caso haja suspeita da presença de sulfetos ou cianetos na amostra, a lixiviação deve ser realizada após a determinação destes compostos na amostra bruta e verificação da inexistência de risco aos operadores.

5.1.3 Determinação da solução de extração

Proceder da seguinte maneira:

- pesar uma pequena quantidade do resíduo e reduzir o tamanho das partículas ≤ 9 mm de diâmetro e transferir 5,0 g para um béquer;
- adicionar 96,5 mL de água desionizada, cobrir com vidro de relógio e agitar vigorosamente por 5 min com agitador magnético;
- medir o pH. Se o pH for $\leq 5,0$, utilizar a solução de extração nº 1;
- se o pH for $> 5,0$, adicionar 3,5 mL de HCl 1 N, homogeneizar a solução, cobrir com vidro de relógio, aquecer a 50°C durante 10 min;
- esfriar a solução e medir o pH. Se o pH for $\leq 5,0$, utilizar a solução de extração nº 1 e se for $> 5,0$ a solução de extração nº 2.

5.2 Procedimentos de lixiviação para resíduos contendo teor de sólidos igual a 100%

5.2.1 Lixiviação de não voláteis

5.2.1.1 Pesar ($100 \pm 0,1$) g de amostra preparada conforme 5.1.1 ou uma quantidade maior de acordo com os parâmetros a serem analisados.

5.2.1.2 Transferir a amostra para o frasco de lixiviação descrito em 4.1.2.

5.2.1.3 Utilizar uma quantidade de solução de extração, nº 1 ou nº 2, estabelecida conforme 5.1.3, igual a 20 vezes a massa utilizada em 5.2.1.1.

5.2.1.4 Fechar o frasco, utilizando fita de PTFE para evitar vazamento. Manter o frasco sob agitação durante (18 ± 2) h à temperatura de até 25°C com uma rotação de (30 ± 2) rpm no agitador rotatório (4.1.1).

NOTA Dependendo da amostra, pode ocorrer aumento de pressão interna. Abrir o frasco após períodos de 15 min, 30 min e 1 h de agitação.

5.2.1.5 Após este período, filtrar a amostra utilizando-se aparelhagem descrita em 4.1.4. Caso seja necessário, pode-se trocar o filtro, para facilitar a filtração.

NOTA Para análise de metais, os filtros devem ser lavados com solução de HNO_3 1,0N.

5.2.1.6 O filtrado obtido é denominado extrato lixiviado.

5.2.1.7 Após obtenção do extrato lixiviado, deve ser determinado o pH.

5.2.1.8 Retirar alíquotas e preservá-las de acordo com os parâmetros a analisar, conforme estabelecido no AWWA - APHA - WPCI - Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods. O tempo máximo de armazenamento das amostras, em dias, até a execução das análises deve obedecer ao estabelecido na tabela 1.

NOTA No caso de análise de metais, deve ser feita a acidificação numa pequena alíquota. Caso ocorra a precipitação, não proceder à acidificação no restante da amostra. Utilizar parte do extrato não acidificado e analisar imediatamente.

5.2.1.9 Analisar os parâmetros do extrato lixiviado de acordo com as metodologias descritas no AWWA - APHA - WPCI Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods.

NOTA Não havendo a necessidade da determinação de voláteis, prosseguir a partir da seção 6.

5.2.2 Lixiviação de voláteis

5.2.2.1 Para lixiviação de voláteis, utilizar somente solução de extração nº1.

5.2.2.2 Utilizar o extrator ZHE, (4.1.8).

NOTA O extrator ZHE de capacidade de 500 mL pode acomodar 25 g de sólido.

5.2.2.3 O extrator deve ser carregado apenas uma vez e o aparelho não deve ser aberto até que todo o extrato lixiviado necessário para as análises seja coletado.

NOTA Evitar a exposição do extrato lixiviado com ar para minimizar a perda de voláteis e manter sob refrigeração até a análise.

5.2.2.4 Colocar o pistão do ZHE no corpo do extrator de tal forma que a altura seja aquela que exija apenas pequenos ajustes após a adição da amostra e solução extratora nº 1.

5.2.2.5 Colocar o filtro e o suporte de tela no flange superior do extrator e transferir rapidamente 25 g do sólido preparado conforme 5.1.1.2 para o ZHE. Vedar bem e colocar o extrator na posição vertical com a entrada/saída de gás na parte inferior.

5.2.2.6 Adicionar a solução de extração nº 1, previamente refrigerada a $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$, até a borda do frasco ZHE.

5.2.2.7 Fechar o frasco extrator, tomando cuidado para que não haja bolhas de ar na linha. Deixar sair a pressão de gás sobre o pistão do ZHE, abrindo a válvula de líquidos no flange superior.

5.2.2.8 Com a válvula da entrada/saída de líquidos aberta, começar a aplicar pressão de 7 kPa a 70 kPa, conectando a linha de gás de pressurização na válvula de entrada/saída de gás na parte inferior. Fechar a válvula do flange superior logo que se observar a saída de líquido por ela. Caso a pressão não seja suficiente para mover o pistão, incrementar gradativamente a pressão em intervalos de 70 kPa, não excedendo 345 kPa.

NOTA Caso não se observe a saída de líquido após a aplicação da pressão limite, o sistema deve ser despressurizado e desmontado, e o pistão deve ser testado quanto à sua livre mobilidade.

5.2.2.9 Desconectar a linha de pressurização e girar o extrator duas ou três vezes para verificar vazamentos.

5.2.2.10 Conectar novamente a linha de pressurização e aplicar pressão de 35 kPa a 70 kPa.

5.2.2.11 Desconectar a linha de pressurização e esperar 1 h para verificar se a pressão se mantém, indicando a ausência de vazamento.

NOTA Caso se observe a queda da pressão, o sistema deve ser despressurizado e desmontado para checar e eliminar as causas de vazamento. Neste caso, repetir o procedimento a partir de 5.2.2.5.

5.2.2.12 Colocar o extrator no agitador e deixar agitando a (30 ± 2) rpm por (18 ± 2) h. A temperatura ambiente deve ser mantida a $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ durante a agitação.

5.2.2.13 Após o período de (18 ± 2) h, se a pressão não foi mantida, significa que houve vazamento durante a agitação e neste caso, deve-se verificar possíveis causas e repetir o procedimento a partir de 5.2.2.5.

5.2.2.14 Se a pressão foi mantida, iniciar a separação das fases líquida e sólida, conectando a linha de pressurização, abrindo a válvula de saída do líquido no flange superior e pressurizando gradativamente o pistão pela válvula de entrada/saída de gás na parte inferior.

5.2.2.15 Desprezar a primeira fração que sai do extrator (aproximadamente 5 mL) e iniciar a coleta do filtrado, que é denominado extrato lixiviado, com seringa de vidro ou *bag* de PTFE.

5.2.2.16 Retirar imediatamente uma alíquota do extrato lixiviado para análise e estocar com o mínimo possível de volume morto a 4°C , até o momento da análise.

5.3 Procedimento de lixiviação para resíduos com menos de 0,5% de sólidos

5.3.1 Lixiviação para não voláteis

5.3.1.1 Montar o sistema de filtração e transferir quantitativamente para o aparelho de filtração quantidade de amostra suficiente para determinar todos os parâmetros necessários, distribuindo uniformemente sobre a superfície do filtro de fibra de vidro.

5.3.1.2 O filtrado obtido é denominado extrato lixiviado.

NOTA Algumas amostras, tais como óleos, resíduos de tintas etc., contêm materiais que parecem líquidos e que permanecem no filtro após aplicação de pressão. Este material é considerado fase sólida e deve ser descartado.

5.3.1.3 Após a filtração, medir o pH.

5.3.1.4 Retirar alíquotas e preservá-las de acordo com os parâmetros a analisar, conforme estabelecido no AWWA - APHA – WPCI - Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods. O tempo máximo de armazenamento das amostras, em dias, até a execução das análises deve obedecer ao estabelecido na tabela 1.

NOTA No caso de análise de metais, deve ser feita a acidificação numa pequena alíquota. Caso ocorra a precipitação, não proceder a acidificação no restante da amostra. Utilizar parte do extrato não acidificado e analisar imediatamente.

5.3.1.5 Analisar os parâmetros do extrato lixiviado de acordo com as metodologias descritas no AWWA - APHA – WPCI Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods.

5.3.2 Lixiviação para voláteis

5.3.2.1 Para amostras de resíduo contendo menos que 0,5% de sólidos, utilizar *ZHE* para a filtração da amostra e seringa de vidro ou *bag* de PTFE para a coleta do filtrado. Desprezar a primeira fração que sai do extrator (aproximadamente 5 mL). O filtrado obtido é denominado extrato lixiviado.

5.3.2.2 Colocar o pistão no extrator *ZHE* e acertar a sua altura de tal forma que o espaço dentro do extrator seja aproximadamente igual ao volume da amostra que vai ser filtrada.

5.3.2.3 Colocar a amostra no extrator e montar o sistema conforme instrução do fabricante.

5.3.2.4 Desconectar a linha de pressurização e girar o extrator duas ou três vezes para verificar vazamentos.

5.3.2.5 Com a válvula de entrada/saída de líquidos aberta, começar a aplicar pressão de 7 kPa a 70 kPa, conectando a linha de gás de pressurização na válvula de entrada/saída na parte inferior. Fechar a válvula de entrada/saída de líquidos logo que observar a saída de líquido.

5.3.2.6 Desprezar a primeira fração que sai do extrator (aproximadamente 5 mL) e iniciar a coleta do filtrado, que é denominado extrato lixiviado, com seringa de vidro ou *bag* de PTFE.

5.3.2.7 Filtrar, aplicando-se pressão através da válvula de gás, uma quantidade suficiente para realizar todas as análises necessárias. Para iniciar a filtração, abrir a válvula de entrada/saída de líquido e aplicar pressão de 7 kPa a 70 kPa para forçar a saída do extrato para o frasco de coleta. Quando não houver mais passagem de líquido no filtro durante um intervalo de 2 min, aumentar a pressão com incrementos de 70 kPa, até atingir o máximo de 345 kPa. Após cada incremento de 70 kPa, se não houver passagem de líquido pelo filtro durante um intervalo de 2 min, passar para um novo incremento de 70 kPa. Quando o fluxo de líquido cessar após aplicar pressão de 345 kPa, parar a filtração. Fechar a válvula da entrada/saída de líquido, diminuir a pressão sobre o pistão e desconectar o frasco de coleta de filtrado.

5.3.2.8 Retirar imediatamente uma alíquota do extrato lixiviado para análise e estocar com o mínimo possível de volume morto a 4°C, até o momento da análise.

NOTA Não aplicar altas pressões logo no início, pois pode provocar entupimento prematuro do filtro, além de poder causar danos ao filtro de fibra de vidro.

5.4 Procedimentos de lixiviação para resíduos com mais de 0,5% de sólidos

5.4.1 Lixiviação para não voláteis

5.4.1.1 Utilizando-se a porcentagem de sólidos de 5.1.2.1, determinar a quantidade de amostra necessária para filtração. Deve ser gerada quantidade suficiente de resíduo sólido que permita a análise de todos os parâmetros no extrato lixiviado.

NOTA Se o resíduo estiver a 4°C, esperar atingir a temperatura ambiente antes da filtração.

5.4.1.2 Montar o sistema de filtração e transferir quantitativamente para o aparelho de filtração, a massa de amostra determinada em 5.4.1.1, distribuindo uniformemente sobre a superfície do filtro de fibra de vidro. Centrifugar previamente a amostra, caso seja de difícil filtração.

NOTA 1 O material retido no filtro é denominado fase sólida e o filtrado, fase líquida.

NOTA 2 Algumas amostras, tais como óleos, resíduos de tintas etc., contêm materiais que parecem líquidos e que permanecem no filtro após aplicação de pressão. Este material é considerado fase sólida.

NOTA 3 Não trocar o filtro durante a filtração.

5.4.1.3 Medir o volume do filtrado. A fase líquida obtida deve ser armazenada a 4°C.

5.4.1.4 A fase sólida obtida deve ser transferida quantitativamente para o frasco de lixiviação (4.1.2), incluindo-se o filtro de fibra de vidro utilizado.

NOTA 1 Se o tamanho das partículas for superior a 9,5 mm, triturá-las.

NOTA 2 Evitar peneirar a amostra em materiais que não sejam de politetrafluoretileno (PTFE)

5.4.1.5 Determinar a quantidade de solução de extração que deve ser adicionada ao extrator pela equação:

$$\text{Massa de solução de extração} = 20 \times \text{massa da fase sólida}$$

5.4.1.6 Determinar a solução de extração conforme 5.1.3.

5.4.1.7 Adicionar a solução de extração ao frasco de lixiviação. Fechar o frasco, utilizando fita de PTFE, para evitar vazamento. Manter o frasco sob agitação durante (18 ± 2) h à temperatura ambiente de (23 ± 2) °C, com uma rotação de (30 ± 2) rpm no agitador rotatório (4.1.1).

NOTA Dependendo da amostra, pode ocorrer aumento de pressão interna. Abrir o frasco após períodos de 15 min, 30 min e 1 h de agitação

5.4.1.8 Após este período, filtrar a amostra utilizando-se aparelhagem descrita em 4.1.4. Caso seja necessário, pode-se trocar o filtro, para facilitar a filtração.

NOTA Para análise de metais, os filtros devem ser lavados com solução de HNO₃ 1,0N.

5.4.1.9 O filtrado obtido é denominado extrato lixiviado.

5.4.1.10 Após filtração medir o pH.

5.4.1.11 Antes de proceder às análises, verificar a compatibilidade dos extratos utilizando alíquotas, observando-se as seguintes condições:

- a) se o filtrado obtido em 5.4.1.9 for compatível (por exemplo, não sendo observadas múltiplas fases, precipitação etc.) com a fase líquida obtida em 5.4.1.3, combinam-se estes dois filtrados e o líquido assim obtido é denominado extrato lixiviado;

- b) se o filtrado obtido em 5.4.1.9 não for compatível com a fase líquida obtida em 5.4.1.3, estes dois filtrados são denominados extratos lixiviados e analisados separadamente, e os resultados obtidos são combinados matematicamente como segue:

$$\text{Concentração do analito final} = \frac{V_1 C_1 + V_2 C_2}{V_1 + V_2}$$

onde:

V_1 é o volume da fase líquida, em litros;

C_1 é a concentração dos contaminantes da fase líquida, em miligramas por litro;

V_2 é o volume do filtrado obtido na fase sólida, em litros;

C_2 é a concentração de contaminantes no filtrado obtido da fase sólida, em miligramas por litro.

5.4.1.12 Retirar alíquotas e preservá-las de acordo com os parâmetros a analisar, conforme estabelecido no AWWA - APHA – WPCI - Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods. O tempo máximo de armazenamento das amostras, em dias, até a execução das análises deve obedecer ao estabelecido na tabela 1.

NOTA No caso de análise de metais, deve ser feita a acidificação numa pequena alíquota. Caso ocorra a precipitação, não proceder a acidificação no restante da amostra. Utilizar parte do extrato não acidificado e analisar imediatamente.

5.4.1.13 Analisar os parâmetros do extrato lixiviado de acordo com as metodologias descritas no AWWA - APHA – WPCI - Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods.

5.4.2 Lixiviação para voláteis

5.4.2.1 Para amostras de resíduo contendo mais que 0,5% de sólidos, utilizar ZHE e seringa de vidro ou *bag* de PTFE para a coleta do filtrado. Desprezar a primeira fração que sai do extrator (aproximadamente 5 mL).

NOTA 1 O extrator ZHE de capacidade de 500 mL pode acomodar 25 g de sólido.

NOTA 2 Se for utilizado *bag* em PTFE, todo o líquido deve ser recolhido do extrator, seja da separação inicial ou final, e uma alíquota deve ser retirada para análise.

NOTA 3 Se o resíduo contiver quantidade muito alta de líquido, não é recomendada a utilização da seringa para coletar o filtrado. Deve-se utilizar o *bag* de PTFE e combinar o líquido inicial com o extrato lixiviado.

NOTA 4 Para resíduos com teor de líquidos não aquosos, pode-se utilizar *bag* de PTFE ou seringa para coleta do líquido inicial da amostra, líquido/sólido e do extrato final, porém as análises devem ser feitas separadamente.

NOTA 5 Alguns materiais, como resíduos de óleos e alguns resíduos de tinta, ficam retidos no filtro e são considerados como sólidos e são lixiviados como tal.

5.4.2.2 Determinar a massa da amostra necessária para análise, utilizando o valor da porcentagem de sólidos secos.

5.4.2.2.1 Para amostras contendo até 5% de sólidos, pesar 500 g da amostra.

5.4.2.2.2 Para amostras contendo mais que 5% de sólidos, a quantidade de amostra a ser colocada no *ZHE* é dada pela equação:

$$\text{Massa de amostra para ZHE} = \frac{25}{\% \text{ de sólidos}} \times 100$$

5.4.2.3 Pesar o frasco de coleta que vai receber o filtrado.

5.4.2.4 Colocar o pistão no extrator *ZHE* e acertar a sua altura de tal forma que o espaço dentro do extrator seja aproximadamente igual ao volume da amostra que vai ser filtrada.

5.4.2.5 Colocar a amostra no extrator e montar o sistema conforme instrução do fabricante.

5.4.2.6 Desconectar a linha de pressurização e girar o extrator duas ou três vezes para verificar vazamentos.

5.4.2.7 Com a válvula de entrada/saída de líquidos aberta, começar a aplicar pressão de 7 kPa a 70 kPa conectando a linha de gás de pressurização na válvula de entrada/saída na parte inferior. Fechar a válvula de entrada/saída de líquidos logo que observar a saída de líquido.

5.4.2.8 Desprezar a primeira fração que sai do extrator (aproximadamente 5 mL) e iniciar a coleta do filtrado, que é denominado extrato lixiviado, com seringa de vidro ou *bag* de PTFE.

5.4.2.9 Filtrar aplicando-se pressão através da válvula de gás uma quantidade suficiente para realizar todas as análises necessárias. Para iniciar a filtração, abrir a válvula de entrada/saída de líquido e aplicar pressão de 7 kPa a 70 kPa para forçar a saída do extrato para o frasco de coleta. Quando não houver mais passagem de líquido no filtro durante um intervalo de 2 min, aumentar a pressão com incrementos de 70 kPa, até atingir o máximo de 345 kPa. Após cada incremento de 70 kPa, se não houver passagem de líquido pelo filtro durante um intervalo de 2 min, passar para um novo incremento de 70 kPa. Quando o fluxo de líquido cessar após aplicar pressão de 345 kPa, parar a filtração. Fechar a válvula da entrada/saída de líquido, diminuir a pressão sobre o pistão e desconectar o frasco de coleta de filtrado.

5.4.2.10 Retirar e pesar imediatamente o filtrado e estocar com o mínimo possível de volume morto a 4°C, até o momento da análise, ou combinar com o extrato lixiviado final da fase sólida.

NOTA Não aplicar altas pressões logo no início, pois estas podem provocar entupimento prematuro do filtro, além de poder causar danos ao filtro de fibra de vidro.

5.4.2.11 O extrator deve ser carregado apenas uma vez e o aparelho não deve ser aberto até que todo o extrato lixiviado necessário para as análises seja coletado.

5.4.2.12 Se o tamanho das partículas da fase sólida for superior a 9,5 mm, triturá-las e transferir para o frasco de lixiviação.

NOTA Evitar a exposição do extrato lixiviado com ar para minimizar a perda de voláteis e manter sob refrigeração até a análise.

5.4.2.13 Colocar o pistão do *ZHE* no corpo do extrator de tal forma que a altura seja aquela que exija apenas pequenos ajustes após a adição da amostra e solução extratora nº 1.

5.4.2.14 Determinar a quantidade de solução de extração que deve ser adicionada ao extrator pela equação:

$$\text{Massa de solução de extração} = 20 \times \text{massa da fase sólida}$$

5.4.2.15 Adicionar a solução de extração nº 1, previamente refrigerada a (4 ± 2)°C, até a borda do frasco *ZHE*.

5.4.2.16 Fechar o frasco extrator, tomando cuidado para que não haja bolhas de ar na linha. Deixar sair a pressão de gás sobre o pistão do ZHE, abrindo a válvula de líquidos no flange superior.

5.4.2.17 Com a válvula da entrada/saída de líquidos aberta, começar a aplicar pressão de 7 kPa a 70 kPa conectando a linha de gás de pressurização na válvula de entrada/saída de gás na parte inferior. Fechar a válvula do flange superior logo que se observar a saída de líquido por ela. Caso a pressão não seja suficiente para mover o pistão, incrementar gradativamente a pressão em intervalos de 70 kPa, não excedendo 345 kPa.

NOTA Caso não se observe a saída de líquido após a aplicação da pressão limite, o sistema deve ser despressurizado e desmontado, e o pistão deve ser testado quanto à sua livre mobilidade.

5.4.2.18 Desconectar a linha de pressurização e girar o extrator duas ou três vezes para verificar vazamentos.

5.4.2.19 Conectar novamente a linha de pressurização e aplicar pressão de 35 kPa a 70 kPa.

5.4.2.20 Desconectar a linha de pressurização e esperar 1 h para ver se a pressão se mantém, indicando a ausência de vazamento.

NOTA Caso se observe a queda da pressão, o sistema deve ser despressurizado e desmontado para checar e eliminar as causas de vazamento. Neste caso, repetir o procedimento a partir de 5.4.2.14.

5.4.2.21 Colocar o extrator no agitador e deixar agitando a (30 ± 2) rpm por (18 ± 2) h. A temperatura deve ser mantida até 25°C durante a agitação.

5.4.2.22 Após o período de (18 ± 2) h, se a pressão não foi mantida, significa que houve vazamento durante a agitação e, neste caso, deve-se verificar possíveis causas e repetir o procedimento a partir de 5.4.2.14.

5.4.2.23 Se a pressão foi mantida, iniciar a separação das fases líquida e sólida, conectando a linha de pressurização, abrindo a válvula de saída do líquido no flange superior e pressurizando gradativamente o pistão pela válvula de entrada/saída de gás na parte inferior.

5.4.2.24 Desprezar a primeira fração que sai do extrator (aproximadamente 5 mL) e iniciar a coleta do filtrado, que é denominado extrato lixiviado, com seringa de vidro ou *bag* de PTFE. Estocar com o mínimo possível de volume morto a 4°C, até o momento da análise.

5.4.2.25 Antes de proceder as análises, verificar a compatibilidade dos extratos utilizando alíquotas, observando-se as seguintes condições:

- a) se o filtrado obtido em 5.4.2.10 for compatível (por exemplo, não sendo observadas múltiplas fases, precipitação etc.) com a fase líquida obtida em 5.4.2.24, combinam-se os dois líquidos e a composição obtida é denominada extrato lixiviado;
- b) se o filtrado obtido em 5.4.2.10 não for compatível com a fase líquida obtida em 5.4.2.24, ambos são denominados extratos lixiviados e analisados separadamente, e os resultados obtidos são combinados matematicamente, como segue:

$$\text{Concentração do analito final} = \frac{V_1 C_1 + V_2 C_2}{V_1 + V_2}$$

onde:

V_1 é o volume da fase líquida, em litros;

C_1 é a concentração dos contaminantes da fase líquida, em miligramas por litro;

V_2 é o volume do filtrado obtido na fase sólida, em litros;

C_2 é a concentração de contaminantes no filtrado obtido da fase sólida, em miligramas por litro.

5.4.2.26 Analisar os parâmetros do extrato lixiviado de acordo com as metodologias descritas no AWWA - APHA – WPCI - Standard methods for the examination of water and wastewater ou USEPA - SW 846 - Test methods for evaluating solid waste; Physical/Chemical methods.

5.5 Fluxograma das lixiviações

Ver fluxograma das lixiviações no anexo B.

6 Interpretação dos dados

6.1 Os dados obtidos no procedimento devem constar em um laudo ou relatório emitido pelo laboratório, com as seguintes informações:

- a) teor de sólidos secos, em porcentagem;
- b) pH do extrato lixiviado obtido;
- c) tempo total de lixiviação;
- d) volume dos líquidos obtidos.

NOTA Eventuais observações referentes a este procedimento devem constar também no relatório.

6.2 Para efeito de classificação de resíduo, comparar os dados obtidos com aqueles constantes no anexo F da ABNT NBR 10004:2004.

7 Controle da qualidade

7.1 Deve ser estabelecido um programa para avaliar a qualidade do ensaio.

7.2 Para cada série de amostras a ser analisada deve-se realizar uma prova em branco para verificar se não há contaminação, utilizando a mesma solução extratora da amostra.

7.3 Para cada tipo de resíduo fazer uma adição de padrões dos contaminantes e este deve ser adicionado sempre após a filtração do lixiviado. Na maioria das vezes são adicionados padrões nas concentrações equivalentes aos valores do anexo F da ABNT NBR 10004:2004, porém não deve ser menor que cinco vezes o limite de detecção do método. Para evitar diferentes efeitos de matriz, a adição de padrão deve ser feita no mesmo volume nominal do lixiviado que foi utilizado para a análise.

O objetivo é de monitorar o desempenho dos métodos analíticos utilizados e se há interferência da matriz. Se a recuperação obtida na adição de padrão for menor que o esperado para os métodos analíticos em questão, o analista deve utilizar outros métodos que conduzam a uma recuperação satisfatória.

7.4 A recuperação da adição-padrão é dada pela seguinte equação:

$$\% R = \frac{100 (X_s - X_u)}{K}$$

onde:

X_s é o valor medido na amostra com adição-padrão;

Xu é o valor medido na amostra sem adição-padrão;

K é o valor conhecido do padrão na amostra.

7.5 A correção dos valores encontrados é dada pela seguinte equação:

$$X_c = 100 \frac{X_u}{\% R}$$

onde:

Xc é o valor corrigido;

Xu é o valor medido na amostra sem adição-padrão.

7.6 Os tempos máximos de armazenamento das amostras, em dias, até a execução das análises estão descritos na tabela 1.

Tabela 1 – Tempo máximo de armazenamento das amostras, em dias

Parâmetro	Da coleta em campo até a obtenção do extrato lixiviado	Do extrato lixiviado até a extração dos compostos	Da extração dos compostos até a quantificação analítica	Tempo total
Voláteis	14	NA ¹⁾	14	28
Semivoláteis	14	7	40	61
Mercúrio	28	NA ¹⁾	28	56
Metais, exceto mercúrio	180	NA ¹⁾	180	360

¹⁾ NA - Não aplicável.

NOTA Se for ultrapassado o tempo indicado acima, os resultados obtidos não podem ser utilizados para classificação do resíduo, porém eles não invalidam uma classificação preliminar, caso o valor encontrado ultrapasse os limites estabelecidos no anexo F da ABNT NBR 10004:2004. Toda vez que o tempo de validade for ultrapassado, a concentração obtida deve ser considerada mínima.

Anexo A (normativo)

Tabela

Tabela A.1 - Compostos voláteis

Composto	Número CAS
Acetato de etila	141-78-6
Acetona	67-64-1
Álcool n-butílico	71-36-3
Benzeno	72-43-2
Cloreto de metileno	75-09-2
Cloreto de vinila	75-01-4
Clorobenzeno	108-90-7
Clorofórmio	67-66-3
1,2 - Dicloroetano	107-06-2
1,1 - Dicloroetano	75-35-4
Dissulfeto de carbono	75-15-0
Éter etílico	60-29-7
Etilbenzeno	100-41-4
Isobutanol	78-83-1
Metanol	67-56-1
Metil etil cetona	78-93-3
Metil isobutil cetona	108-10-1
Tetracloroeto de carbono	56-23-5
Tetracloroetileno	127-18-4
Tolueno	108-88-3
1,1,2-Tricloro-1,2,2-trifluoretano	76-13-1
1,1,1-Tricloroetano	71-55-6
Tricloroetileno	79-01-6
Triclorofluormetano	75-69-4
Xilenos/dimetilbenzenos	1330-20-7

Anexo B (informativo)

Fluxograma de lixiviação

