

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO

SISTEMAS DE PROCESSOS QUÍMICOS E INFORMÁTICA

**DESENVOLVIMENTO DE PROCESSO PARA IMOBILIZAÇÃO DE
REJEITOS DE USINAS NUCLEARES UTILIZANDO BETUMES
NACIONAIS**

Autora: Marcia Flavia Righi Guzella

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Elizabete Jordão

Coorientador: Dr. Vanderley de Vasconcelos

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia Química como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Química

Abril – 2010
Campinas- São Paulo- Brasil

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

G994d Guzella, Marcia Flavia Righi
 Desenvolvimento de processo para imobilização de rejeitos de
 usinas nucleares utilizando betumes nacionais / Marcia Flavia Righi
 Guzella. --Campinas, SP: [s.n.], 2010.

 Orientadores: Elizabete Jordão, Vanderley de Vasconcelos.
 Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas,
 Faculdade de Engenharia Química.

 1. Betume. 2. Resíduos radioativos. 3. Gerenciamento de
 resíduos. 4. Imobilização. I. Jordão, Elizabete. II. Vasconcelos,
 Vanderley. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de
 Engenharia Química. IV. Título.

Título em Inglês: Development of process for conditioning wastes from nuclear power
 plants using national bitumens

Palavras-chave em Inglês: Bitumen, Radioactive waste, Waste management,
 Immobilization

Área de concentração: Sistemas de Processos Químicos e Informática

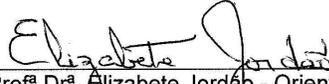
Titulação: Doutor em Engenharia Química

Banca examinadora: Sérgio Almeida Cunha Filgueiras, Luiz Carlos Bertevello, José
 Vicente Hallak d' Angelo, Edson Tomaz

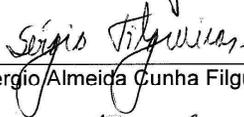
Data da defesa: 05/04/2010

Programa de Pós Graduação: Engenharia Química

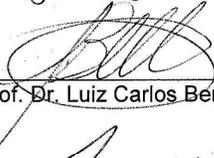
Tese de Doutorado defendida por Marcia Flavia Righi Guzella e aprovada em 05 de abril de 2010 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



Profª Drª Elizabeth Jordão - Orientadora



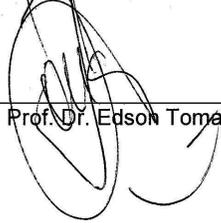
Dr. Sergio Almeida Cunha Filgueiras



Prof. Dr. Luiz Carlos Bertevello

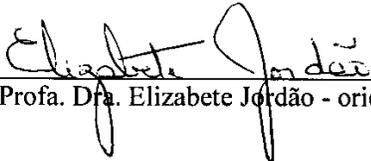


Prof. Dr. José Vicente Hallak d'Angelo



Prof. Dr. Edson Tomaz

Esta versão corresponde a final da tese de Doutorado, defendida por Marcia Flavia Righi Guzella em 05 de abril de 2010.


Profª. Drª. Elizabeth Jordão - orientadora

Aos meus pais,

Fausto e Flavinha.

AGRADECIMENTOS

Durante o tempo de realização desta pesquisa muitas pessoas contribuíram em meus trabalhos das mais diferentes formas. A todos os meus sinceros agradecimentos.

Em especial agradeço:

A minha orientadora Prof. Dra. Elizabete Jordão pela acolhida, confiança e o apoio prestado durante a realização deste trabalho.

Ao meu coorientador Dr. Vanderley de Vasconcelos pela indicação, confiança, incentivo e por todas as precisas intervenções e valiosas contribuições para concretizar este projeto. O meu respeito a ele como excelente profissional e amigo deixo aqui registrado.

Aos meus colegas do Setor de Rejeitos que sempre cooperaram nas minhas pesquisas. Destacando Sandro Rogério Novaes Seles, Adair Generoso do Carmo e Antônio Juscelino Pinto, pela ajuda constante na realização das campanhas e dos ensaios e nas manutenções programadas e urgentes. À Maria das Graças Pinho e ao Fábio Silva pelo constante apoio e amizade.

Ao Setor Analítico do CDTN por inúmeras análises realizadas.

Ao Setor de Informação do CDTN pelo apoio e a Virgínia Lúcia Rodrigues pela revisão das referências bibliográficas.

Aos meus familiares, amigos e mestres presentes em todos os momentos e em todas as minhas importantes conquistas.

A banca examinadora pela avaliação da tese.

Ao CDTN/CNEN pelos recursos concedidos para a concretização deste projeto.

A UNICAMP pela possibilidade de realização deste trabalho.

SUMÁRIO

Lista de Figuras.....	ix
Lista de Tabelas.....	xi
Lista de Siglas e Abreviaturas.....	xii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. OBJETIVOS e JUSTIFICATIVA.....	5
2.1. Objetivo geral.....	5
2.2. Objetivos específicos.....	5
2.3. Justificativa.....	6
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	8
3.1. Conceituação de resíduos.....	8
3.2. A questão dos resíduos perigosos e dos rejeitos radioativos no mundo - impacto ambiental.....	11
3.3. Perspectivas da energia nuclear no mundo e no Brasil.....	13
3.4. Gerência de rejeitos radioativos.....	18
3.5. Solidificação e estabilização.....	26
3.6. Materiais Betuminosos.....	30
3.7. Estudos de imobilização de rejeitos em betume em diversos países.....	34
3.7.1. Tipos de rejeitos imobilizados em betume.....	36
3.7.2. Processo de betuminização para o condicionamento de rejeitos radioativos.....	37
3.7.3. Equipamentos.....	39
3.7.4. Critérios de aceitação dos produtos de rejeito.....	42
3.8. Betuminização no Brasil.....	43
3.9. P& D em tratamento de rejeitos - Apoio a usinas nucleares.....	44
3.10. Modelagem da lixiviação.....	45
3.10.1. Modelo Teórico.....	46
3.10.2. Aplicação do modelo - Metodologia.....	50
3.10.3. Coeficiente de difusão obtido a partir do programa ALT desenvolvido para ensaios de lixiviação.....	51
3.11. Planejamento estatístico de experimentos.....	52
3.12. Ciência e Engenharia dos Materiais.....	59
4. MATERIAIS e MÉTODOS.....	61
4.1. Preparo de soluções que simulam os rejeitos.....	64
4.2. Aquisição de betumes nacionais.....	65
4.3. Processo de incorporação dos rejeitos.....	66
4.4. Equipamentos utilizados.....	68
4.4.1. Componentes da instalação piloto.....	68
4.4.2. Outros acessórios e materiais utilizados.....	76
4.4.3. Equipamentos utilizados para caracterização de betumes e produtos de rejeito.....	77

4.5. Técnicas de caracterização de betumes e produtos de rejeito	79
4.5.1. Ensaio de penetração.....	80
4.5.2. Determinação do ponto de amolecimento.....	80
4.5.3. Determinação do ponto de fulgor.....	81
4.5.4. Análise Termodiferencial.....	82
4.5.5. Determinação do teor de água no produto.....	83
4.5.6. Ensaio de lixiviação.....	84
4.6. Planejamento de experimentos.....	87
4.7. Melhorias implantadas no sistema de betuminização	89
4.8. Procedimentos para operação do sistema de betuminização.....	90
4.9. Acreditação de ensaios	90
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	94
5.1. Caracterização do rejeito e dos betumes	95
5.2. Apresentação dos resultados.....	99
5.2.1. Planejamento fatorial.....	99
5.2.2. Resultados com a resposta ‘Ponto de Amolecimento’	125
5.2.3. Resultados com a resposta ‘Penetração’	125
5.2.4. Resultados com a resposta – ‘Taxa de Lixiviação de boro e de sódio em 150 dias’..	126
5.2.5. Equações para verificação da influência dos efeitos.....	126
5.3. Análise termodiferencial do rejeito e do produto	140
5.4. Homogeneidade do produto de rejeito.....	142
5.5. Investigação dos mecanismos de lixiviação	145
5.5.1. Preparação dos corpos de prova	145
5.5.2. Resultados dos ensaios de lixiviação	146
5.6. Incorporação de resinas de troca iônica em betume.....	148
5.6.1. Caracterização do betume e da resina de troca iônica	148
5.6.2. Campanhas de incorporação de resinas em betume.....	149
6. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	152
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	156

Anexos

- 1-Glossário de termos técnicos.
- 2-Preparação de solução de concentrado de evaporador.
- 3-Procedimento para determinação da porcentagem de sólidos no rejeito.
- 4-Operação do sistema de betuminização.
- 5-Protocolo de teste - extrusor ZDS -T28.
- 6-Preparo de amostras para determinação do tamanho de cristais.
- 7- Preparo da ulexita a partir do concentrado de evaporador.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 Depósito de rejeitos radioativos da Espanha - El Cabril (ENRESA, 2006)	19
Figura 3.2 Fluxograma típico da gerência de rejeitos radioativos (SILVA, 2006)	24
Figura 3.3 Esquema do processo de extrusão-evaporação, indicando os parâmetros de operação em uma instalação industrial (IAEA, 1993a)	40
Figura 3.4 Equipamento para o processo de extrusão-evaporação (IAEA, 1993a)	40
Figura 3.5 Evaporador de filme com seus principais constituintes (IAEA, 1993a)	41
Figura 3.6 Modelo geral de um sistema ou processo (MONTGOMERY, 2001)	53
Figura 3.7 Decomposição do desvio de uma observação em relação à média global ($y_i - \bar{y}$) na soma das parcelas ($y_i - \hat{y}_i$) e ($\hat{y}_i - \bar{y}$) adaptado de (BARROS NETO, 2001)	58
Figura 3.8 Inter-relação entre processamento, estrutura, propriedade e desempenho, conforme enfoque da C. e Eng. dos Materiais (MANO, 2005)	60
Figura 4.1 Ilustração do enfoque de Ciência e Engenharia de Materiais utilizado para o desenvolvimento do trabalho	62
Figura 4.2 Etapas adotadas para o desenvolvimento do trabalho	63
Figura 4.3 Fluxograma do processo de betuminização (GUZELLA et al., 2001b)	67
Figura 4.4 Sistema de betuminização piloto instalado no CDTN	68
Figura 4.5 Extrusor-evaporador piloto do CDTN	69
Figura 4.6 Detalhe do duplo parafuso do extrusor	69
Figura 4.7 Sistema de recolhimento do produto de rejeito	69
Figura 4.8 Banhos termostáticos para as linhas de aquecimento do extrusor	70
Figura 4.9 Banho termostático para linha de aquecimento do betume	70
Figura 4.10 Banho termostático para tanque de betume - vista frontal	71
Figura 4.11 Bomba dosadora de betume	71
Figura 4.12 Bomba dosadora de rejeito e recipiente do rejeito	72
Figura 4.13 Tanque de betume com misturador-agitador	72
Figura 4.14 Painel de controle do sistema de tratamento de rejeitos	73
Figura 4.15 Unidades de potência para o sistema de betuminização	74
Figura 4.16 Sistema de recolhimento de condensado	74
Figura 4.17 Dosador de resinas de troca-iônica exauridas	75
Figura 4.18 Dosador de resinas de troca-iônica exauridas - detalhe	75
Figura 4.19 Sistema para testes em batelada com banho de aquecimento	75
Figura 4.20 Tela do microcomputador indicando as temperaturas do processo	76
Figura 4.21 Analisador de umidade de halogênio	78
Figura 4.22 Aparelho para determinação da penetração	80
Figura 4.23 Aparelho para determinação do ponto de amolecimento	81
Figura 4.24 Aparelho para determinação do Ponto de Fulgor	81
Figura 4.25 Laboratório de Termoanálise do CDTN	82
Figura 4.26 Montagem para determinação do teor de água	83
Figura 4.27 Exemplo de gráfico da taxa de lixiviação com ensaios realizados de acordo com a Norma 6.961 (ISO, 1982)	86
Figura 4.28 Produto betuminizado em processo de lixiviação	86
Figura 4.29 Laboratório de Lixiviação do CDTN	87
Figura 4.30 Diagrama de causa-efeito para o valor da medida de uma grandeza (NASCIMENTO, 2001)	91
Figura 5.1 Termograma do Betume A	98
Figura 5.2 Termograma do Betume B	99

Figura 5.3 Comparação entre resultados dos ensaios de penetração dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)	132
Figura 5.4 Comparação entre resultados dos ensaios do ponto de amolecimento dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)	133
Figura 5.5 Resultados dos ensaios do PA dos corpos de prova conforme o modelo empírico proposto em diferentes faixas de incorporação	133
Figura 5.6 Comparação entre resultados da TDL de boro em 150 dias dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)	134
Figura 5.7 Comparação entre resultados da TDL de boro em um ano dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)	134
Figura 5.8 Comparação entre resultados da TDL de sódio em 150 dias dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)	135
Figura 5.9 Comparação entre resultados da TDL de sódio em um ano dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)	135
Figura 5.10 Resultados dos ensaios de TLA de boro e sódio em 150 dias e um ano dos corpos de prova selecionados comparados com o valor da Norma	136
Figura 5.11 Frações lixiviadas acumuladas para as campanhas realizadas com os dois betumes	137
Figura 5.12 Corpos de prova submetidos ao processo de lixiviação - rejeito pré-tratado com betume B	140
Figura 5.13 Termograma do produto de rejeito com betume A	141
Figura 5.14 Termograma do produto de rejeito com betume B	141
Figura 5.15 Distribuição dos cristais em betume no produto de rejeito	143
Figura 5.16 Curva obtida para amostra com 35% de NaCl incorporada em betume A – sódio	147
Figura 5.17 Curva obtida para amostra com 35% de NaCl incorporada em betume A –cloro	147

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 Usinas nucleares no mundo e potência total (IAEA, 2007)	17
Tabela 3.2 Classificação de rejeitos radioativos de acordo com a Norma 6.05 (CNEN, 1985).....	20
Tabela 3.3 Principais radioisótopos presentes em rejeitos radioativos (SILVA, 1997)	23
Tabela 3.4 Utilização do processo de betuminização em diversos países.....	35
Tabela 3.5 Apresentação do fluxo de contaminante para várias concentrações iniciais e períodos de lixiviação.....	51
Tabela 3.6 Matriz de planejamento fatorial 2^2 com repetição	56
Tabela 4.1 Especificações do betume para incorporação de rejeitos radioativos.....	66
Tabela 4.2 Especificação dos termômetros utilizados nos ensaios de caracterização.	76
Tabela 4.3 Propriedades importantes dos produtos de rejeito em várias fases da Gerência de Rejeitos (adaptado de IAEA, 1993 a)	79
Tabela 4.4 Ensaios e caracterizações previstos no Planejamento Fatorial 2^2	88
Tabela 5.1 Solução de rejeito simulado ‘concentrado de evaporador’	96
Tabela 5.2 Caracterização da solução ‘concentrado de evaporador’	96
Tabela 5.3 Propriedades reológicas dos betumes.....	97
Tabela 5.4 Composição química dos betumes	98
Tabela 5.5 Fatores determinados e níveis para o planejamento de experimentos.....	100
Tabela 5.6 Resultados de planejamento fatorial 2^2 com as respostas PA, P e TDL para boro e sódio em 150 dias	100
Tabela 5.7 Resultados de planejamento fatorial 2^2 com as respostas PA, P e TDL para boro e sódio em 150 dias - repetição	124
Tabela 5.8 Resultados médios utilizados no Programa FATORIAL	124
Tabela 5.9 Efeitos calculados para resposta ‘Ponto de Amolecimento’	125
Tabela 5.10 Efeitos calculados para resposta ‘Penetração’	125
Tabela 5.11 Efeitos calculados para resposta ‘Taxa de Lixiviação de boro’	126
Tabela 5.12 Efeitos calculados para resposta ‘Taxa de Lixiviação de sódio’	126
Tabela 5.13 Cálculo dos valores limite para consideração dos efeitos calculados.....	127
Tabela 5.14 Resultados médios da variável resposta ‘Taxa de Lixiviação’ em 1 ano	129
Tabela 5.15 Efeitos calculados para resposta ‘TDL de sódio e boro’ em 1 ano	129
Tabela 5.16 Valores limite para a decisão da influência dos fatores nas TDL.....	130
Tabela 5.17 Resultados experimentais para validação do modelo empírico.....	131
Tabela 5.18 Percentual de distribuição dos tamanhos de cristais em amostras de produto de rejeito contendo concentrado de evaporador	142
Tabela 5.19 Determinação do Ponto de Fulgor e porcentagem de água nos produtos de rejeito....	144
Tabela 5.20 Determinação de sódio e boro nos condensados	144
Tabela 5.21 Estimativa do coeficiente de difusão para os produtos de rejeito obtidos com os betumes A e B	148
Tabela 5.22 Dados de operação das campanhas com resina mista.....	150
Tabela 5.23 Propriedades do produto de rejeito.....	150

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AIE	Agência Internacional de Energia
AIEA	Agência Internacional de Energia Atômica
ALT	Accelerated Leaching Test
ASTM	American Society for Testing of Materials
CDTN	Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear
CE	Comissão Européia
CEET	Comissão de Estudo Especial Temporária
CNEN	Comissão Nacional de Energia Atômica
DIN	Deutsches Institut für Normung
DOE	Department of Energy
ELETRONUCLEAR	Eletronuclear S.A
EPA	Agência de Proteção Ambiental
FATORIAL	Programa computacional para planejamento fatorial de experimentos
FORATOM	European Atomic Forum
GIF	Forum International de Geração IV
Gy ou Gray	Quantidade de energia de radiação absorvida ou dose absorvida por unidade de massa – (Joule.kg ⁻¹)
IAEA	International Atomic Energy Agency
IBP	Instituto Brasileiro de Petróleo
INPRO	Projeto internacional sobre ciclo de combustível e reatores nucleares inovadores
ISO	International Standardization Organization
ITER	International Thermonuclear Experimental Reactor
KfK	Kernforschungszentrum Karlsruhe
MCT	Ministério de Ciência e Tecnologia

OCDE	Organization of Economic Cooperation Development
P	Penetração
PA	Ponto de Amolecimento
PF	Ponto de Fulgor
PGRR	Programa de Gerenciamento de Rejeitos Radioativos
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
PNMA	Política Nacional de Meio Ambiente
PNRR	Política Nacional de Rejeitos Radioativos
PWR	Pressurized Water Reactor
S/E	Solubilização/Estabilização
TLA	Taxa de Lixiviação Acumulada
TDL	Taxa de Lixiviação
$T_{1/2}$	Tempo de meia vida

RESUMO

O principal objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de um processo para imobilização de rejeitos radioativos provenientes de usinas nucleares utilizando uma matriz de betume. Este processo visa à incorporação de rejeitos radioativos em betume para a obtenção de produtos de rejeito monolíticos, homogêneos, mecânica e quimicamente estáveis e com baixas taxas de lixiviação, propriedades importantes para aceitação destes produtos em depósitos de rejeitos. Foram avaliados dois betumes produzidos no Brasil, com pontos de amolecimento de 71,8 °C e 91,3 °C, respectivamente. O rejeito selecionado foi o concentrado de evaporador com as características dos rejeitos líquidos gerados em uma usina nuclear do tipo PWR. A escolha do rejeito foi feita em função do grande volume deste tipo gerado em usinas. Os dois betumes nacionais foram avaliados para evitar a importação da matriz de betume, inicialmente especificada para outras usinas nucleares da Europa que utilizam esta tecnologia. O equipamento utilizado para as incorporações foi o Sistema de Betuminização do CDTN, com porcentagens de rejeito incorporado variando de 30 a 40% em massa, valores estes compatíveis com os dados da literatura e da operação de usinas nucleares, que utilizam este processo para o tratamento dos rejeitos. Foram avaliados para o betume e para os produtos de rejeito as propriedades importantes para garantir tanto a operação segura do sistema e a segurança dos operadores, quanto a qualidade dos produtos obtidos, que são desenvolvidos para serem armazenados por longos períodos. As propriedades analisadas foram a penetração, o ponto de amolecimento, o ponto de fulgor, o teor de água e as taxas de lixiviação. A integridade e a durabilidade dos produtos de rejeito estão também relacionadas com as taxas de lixiviação dos constituintes do rejeito em água. Os procedimentos para determinar estas taxas estão estabelecidos em normas e a análise destes dados é utilizada para investigar os mecanismos de lixiviação (difusão, dissolução ou partição), permitindo prever a performance do produto e a modelagem deste ensaio. Esta avaliação deve ser feita antes da disposição final dos rejeitos e tem grande importância para a análise de segurança de repositórios. A pesquisa realizada contribuiu não apenas para o desenvolvimento do processo de incorporação de rejeitos em betume, mas também para as melhorias do Sistema de Betuminização do CDTN e para a implantação dos ensaios e métodos para as caracterizações necessárias. Concluiu-se que os betumes nacionais estudados podem ser usados para a imobilização de rejeitos das usinas nucleares brasileiras, pois foram obtidos produtos de rejeito com as propriedades requeridas para o armazenamento nos depósitos de rejeito.

Palavras chave: betume, resíduos radioativos, gerenciamento de resíduos e imobilização.

ABSTRACT

The main goal of this work is the development of a process to incorporate radioactive wastes from nuclear power plants into bitumen matrice. This process aims at obtaining waste forms that are monolithic, homogeneous and mechanical and chemically stable with low leaching rates. These features are important to evaluate the waste forms according to national and international standards. The obtained waste forms should meet the standard safety criteria for disposal in order to be accepted in a repository. Two Brazilian bitumens with softening point of 71,8 °C and 91,3 °C, respectively, were evaluated. The evaporator concentrate waste was selected to be used due to the large volume of this kind of waste generated in a PWR nuclear power plant. The two bitumens were evaluated so that the Brazilian material could be used to incorporate radioactive wastes thus avoiding the import of foreign raw material specified to other nuclear power plants in Europe, for instance. The immobilization campaigns were performed at the Bituminization Pilot Plant at CDTN and the incorporated waste concentrations ranged from 30 wt% to 40 wt%, which are in accordance with data from literature and also from plants that use the bituminization process. Important properties for bitumens and waste forms were evaluated in order to assure not only the system and occupational safety but also the quality of the waste forms which are developed to be stored for a long time in a repository. The analyzed properties are the penetration, the softening point, the flash point, the water content and the leaching rate. The integrity and durability of solid radioactive waste are also related to the waste constituents leaching rates in water. The procedure to determine such leaching rates are rule established and the analysis of these data is used to investigate the leaching mechanisms (diffusion, dissolution, partition) in order to determine the waste form performance and the experiment modeling. These analyses should be carried out before the waste form disposal and are important for safety assessment purposes. This research has also contributed not only to the development of the bituminization process to incorporate waste but also to the improvement of the Bituminization Pilot Plant at CDTN and to the implementation of methodologies and techniques to characterize bitumens and waste forms. This work concludes that is feasible to use the evaluated Brazilian bitumens for immobilization of nuclear power plants wastes in Brazil, obtaining waste forms with the required properties to be disposal in repository.

Keywords: bitumen, radioactive wastes, waste management, immobilization.

1. INTRODUÇÃO

As atividades industriais, de uma maneira geral, produzem resíduos sólidos, líquidos ou gasosos, os quais devem ser gerenciados, visando tanto a minimização dos rejeitos gerados e os custos operacionais do tratamento quanto a redução dos impactos ambientais causados por estes rejeitos. Em função de sua natureza, os rejeitos podem produzir impactos ao ecossistema (na atmosfera, no solo, no lençol freático) durante todo seu ciclo de vida, sejam nas dependências das empresas, sejam em regiões circunvizinhas. Estes impactos ocorrem principalmente na etapa de destinação final dos rejeitos.

Com todo o crescimento do setor energético previsto para os próximos anos no Brasil, em que a opção nuclear desponta como uma importante alternativa para a geração de energia elétrica, a questão dos rejeitos radioativos merece destaque e ações do governo têm sido tomadas para a solução das questões relacionadas ao seu armazenamento (MCT, 2007).

De acordo com a Lei Federal 6.938 (BRASIL, 1981), que instituiu a Política Nacional do Meio Ambiente (PNMA) e a Lei Federal 9.605 (BRASIL, 1998), que trata dos crimes ambientais, a responsabilidade pela reparação de qualquer dano ambiental é objetiva e solidária. Isto significa que toda empresa será chamada para remediar qualquer passivo gerado devido à má gestão dos seus resíduos. A responsabilidade da empresa não cessa, então, quando os resíduos deixam suas instalações, perdurando durante o período em que eles representarem risco ambiental, incluindo sua destinação final.

Da mesma forma que para os resíduos industriais, os diversos setores geradores de rejeitos radioativos são responsáveis por sua gerência. Os rejeitos devem ser minimizados, segregados, tratados/acondicionados, armazenados e controlados. Quando comparados aos resíduos perigosos, os radioativos são gerados em quantidades muito inferiores aos produzidos pela indústria convencional e devem ser gerenciados de acordo com a Norma NE 6.05 (CNEN, 1985). Eles provêm das usinas nucleares, dos processos de mineração e

beneficiamento de urânio e, em menores quantidades, de diferentes aplicações em pesquisa e medicina (CDTN, 1993).

O gerenciamento seguro dos rejeitos requer a utilização de uma abordagem efetiva e sistemática dentro de uma estrutura legal na qual os papéis e as responsabilidades de todas as partes envolvidas estejam bem definidos, conforme a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRR).

A Lei Federal 10.308 (BRASIL, 2001) estabelece normas para o destino final dos rejeitos radioativos produzidos em território nacional, que incluem 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. No artigo 2º é estabelecida a responsabilidade da CNEN pelo destino final dos rejeitos e no artigo 4º é vetado o recebimento destes nas formas líquida ou gasosa nos depósitos finais. Assim sendo, é necessária a solidificação dos rejeitos gerados de modo a colocá-los em forma estável para aceitação em depósitos.

As diretrizes básicas para a gerência dos rejeitos radioativos são (CNEN, 1985; CDTN, 1993):

- Minimização do volume, através de segregação e caracterização adequadas dos rejeitos na sua origem;
- Redução de volume, utilizando-se processos específicos como tratamento químico, troca iônica dos líquidos aquosos, bem como corte e compactação dos rejeitos sólidos;
- Solidificação das lamas geradas no processo de redução de volume e dos não - compactáveis em matrizes; e
- Controle da qualidade dos produtos finais obtidos, visando garantir a segurança nos armazenamentos intermediário e final e, ao mesmo tempo, minimizar as doses para os trabalhadores e indivíduos do público.

Neste contexto, a imobilização dos rejeitos para torná-los sólidos e, conseqüentemente, aceitos em depósitos finais é um estudo constante tanto nas empresas que têm a responsabilidade do tratamento dos seus rejeitos, como na

CNEN, que tem que estar preparada para o recebimento dos rejeitos radioativos, em cumprimento à Norma NN 6.09 (CNEN, 2002) e às Leis Federais 10.308 e 7.781 (BRASIL, 1981, 2001).

Entre as técnicas de solidificação utilizadas para a incorporação de rejeitos radioativos, podem ser citadas aquelas que utilizam as matrizes de cimento, polímeros, vidro e betume. A técnica de incorporação de rejeito em betume para vários tipos de rejeitos apresenta produtos de rejeito com estabilidades química, física, mecânica e radiológica adequadas para a disposição final (IAEA, 1993a). No Brasil, este processo de solidificação é utilizado pela ELETRONUCLEAR na Usina Nuclear de Angra 2. Este processo foi também uma das opções estudadas para o tratamento dos rejeitos radioativos da Usina Nuclear ATUCHA 2 na Argentina, que está em fase de construção. Para Angra 1, a solidificação dos rejeitos é feita utilizando o cimento como matriz de incorporação, sendo tratados os concentrados de evaporador e as resinas de troca iônica exauridas com este processo (POWER, 2008).

A opção mais utilizada para disposição de rejeitos de baixo e médio níveis de radiação é a colocação em repositórios subsuperficiais (IAEA, 1999) que podem conter radionuclídeos com meia-vida curta ($t_{1/2} < 30$ anos). Isto se deve à sua simplicidade e também por ser, aparentemente, a mais barata. Entretanto, em virtude de sua proximidade à superfície do solo, é a mais vulnerável à intrusão humana. Para a disposição de rejeitos nessas instalações é necessário não apenas a fixação de limites superiores para os inventários de radionuclídeos, como também o estabelecimento de requisitos específicos quanto à integridade dos embalados em longo prazo. Existe a possibilidade do contato eventual dos produtos de rejeito com a água subterrânea e, portanto é essencial que esses produtos tenham boa resistência ao ataque aquoso, ou seja, baixas taxas de lixiviação.

Estudos hidrológicos, meteorológicos, geológicos, climatológicos, entre outros, são realizados para fazer previsões de condições de armazenamento e de escolha de locais para repositórios. Deve-se levar em consideração que estes rejeitos se mantêm ativos por longos períodos. Técnicas como a modelagem matemática de ampla utilização na ciência são utilizadas para a determinação dos

coeficientes de difusão de contaminantes e permitem avaliações dos mecanismos de transporte e do decaimento radioativo (IAEA, 2005).

A opção da disposição em subsuperfície é a que vem sendo estudada no Brasil para os rejeitos de baixo e médio níveis de radiação. A necessidade de segurança em longo prazo vem acarretando estudos mais detalhados quanto à garantia e ao controle da qualidade, principalmente na etapa de condicionamento dos rejeitos, que compreende a imobilização e a embalagem (CNEN, 2008).

Neste trabalho é apresentada a conceituação dos termos resíduos e rejeitos segundo diferentes normas e são descritos os processos de solidificação em matrizes utilizadas para a incorporação de rejeitos.

Os processos de tratamento dos rejeitos de usinas nucleares que utilizam o betume e os equipamentos envolvidos são também apresentados.

Na parte experimental, utilizando um extrusor-evaporador piloto, foram realizados os trabalhos de incorporação de rejeitos, que simulam os provenientes de usinas nucleares, em dois betumes nacionais. O rejeito simulado do concentrado de evaporador foi selecionado para os estudos devido ao grande volume deste rejeito gerado nas usinas nucleares do tipo PWR. Algumas campanhas com resinas de troca iônica exauridas foram também realizadas para verificação do processo de imobilização com este outro tipo de rejeito.

Através da otimização do processo, da caracterização dos produtos de rejeito e do estudo dos mecanismos de liberação dos radionuclídeos para o ambiente, estudou-se a adequabilidade dos betumes nacionais para incorporação de rejeitos radioativos de usinas nucleares, visando ao atendimento aos critérios de aceitação exigidos pela CNEN.

2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVA

2.1. Objetivo geral

Desenvolver o processo para imobilização de rejeitos radioativos de usinas nucleares em betumes nacionais, visando à redução do volume de rejeito a ser armazenado em repositório e atender aos critérios de aceitação dos produtos de rejeito estabelecidos pela CNEN e as recomendações da IAEA.

2.2. Objetivos específicos

- Selecionar as propriedades dos betumes, dos rejeitos e dos produtos de rejeito, importantes para a obtenção de produtos com características adequadas à disposição final;
- Caracterizar dois betumes nacionais, com vistas à incorporação de rejeitos radioativos, bem como o rejeito radioativo selecionado - o concentrado de evaporador oriundo de usinas nucleares;
- Tornar o sistema piloto de tratamento de rejeito do CDTN/CNEN operacional, melhorando a instalação de forma que as campanhas possam ser executadas conforme os parâmetros pré-estabelecidos;
- Caracterizar quanto às propriedades selecionadas os produtos de rejeito;
- Avaliar a resistência à lixiviação dos produtos de rejeito e investigar os mecanismos de transporte dos radionuclídeos, estimando os coeficientes de difusão dos elementos lixiviados;
- Verificar a adequabilidade dos betumes nacionais selecionados para atendimento aos critérios exigidos, segundo normas, para os tipos de rejeito estudados;
- Estabelecer um modelo empírico para a estimativa das variáveis resposta estudadas ajustado ao processo para uma determinada região de operação;

- Verificar a adequação do processo e a qualidade do produto obtido pela incorporação de resinas de troca iônica em betume;
- Obter o composto estável de boro, a ulexita, incorporá-la em betume e verificar as propriedades do produto de rejeito, incluindo a taxa de lixiviação;
- Elaborar a documentação referente ao processo, as rotinas e os procedimentos de operação e de caracterização dos materiais e produtos.

2.3. Justificativa

Para a aceitação de um produto de rejeito em um depósito final, este deve estar na forma sólida, conforme o artigo 4º da Lei Federal 10.308 (BRASIL, 2001). Assim sendo, é necessária a solidificação dos rejeitos gerados de modo a colocá-los em forma estável. Além disso, é desejável que o produto seja monolítico, homogêneo e com baixas taxas de lixiviação, atendendo aos critérios de aceitação do produto de rejeito, de acordo com a Norma NN 6.09 (CNEN, 2002).

A disposição do rejeito tratado deve ser feita de forma que não haja comprometimento do meio ambiente. Para proporcionar a redução de volume de rejeito armazenado nos depósitos finais, é importante que os produtos tenham percentuais elevados de rejeito incorporado e que o rejeito tratado possua alguns requisitos que atendam às normas de aceitação estabelecidas pelos órgãos reguladores (CNEN, 2002).

Os produtos de rejeitos gerados pela técnica de solidificação devem ser caracterizados, segundo os ensaios específicos para cada matriz e produtos de rejeito obtidos. Os resultados dos ensaios devem ser comparados com os critérios de aceitação dos rejeitos, exigidos pela CNEN para estocagem em repositório, segundo a Norma NN 6.09 (CNEN, 2002).

O processo de betuminização de rejeitos radioativos é atualmente usado na Usina Nuclear de Angra 2, sendo portanto relevante para o Brasil o estudo da adequabilidade de betumes nacionais para esta aplicação.

Neste trabalho é avaliada a matriz de betume para a solidificação de rejeitos de usinas nucleares, desenvolvendo esta tecnologia no Brasil de forma a não depender de fornecedores estrangeiros para aquisição da matriz. São estudadas melhorias das características do rejeito tratado de forma a atender aos critérios de aceitação dos produtos e a otimização do processo.

No CDTN/CNEN, este trabalho de avaliação de matrizes vem sendo feito há vários anos. O Centro atua no desenvolvimento de processos para imobilização de vários tipos de rejeitos em diversas matrizes, visando melhorar as características dos produtos de rejeito para evitar a contaminação do meio ambiente. Incluem trabalhos de pesquisa e assessoria técnica a diversos produtores de rejeitos, sendo a ELETRONUCLEAR o principal cliente. É utilizada a tecnologia de solidificação como etapa do tratamento de resíduos, antes da sua disposição final.

Para a realização da pesquisa de utilização do betume como matriz, o CDTN recebeu um sistema piloto de incorporação de rejeitos do KfK da Alemanha para avaliar materiais nacionais para incorporação de rejeitos de usinas nucleares. Esta pesquisa é importante para a Central Nuclear de Angra 2 e com a construção de Angra 3, para a qual é também prevista a utilização de betume como matriz para o tratamento de rejeitos radioativos gerados, o estudo da adequabilidade de betume para esta aplicação passa a ser uma pesquisa ainda mais importante para o país.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentados alguns aspectos da gerência de rejeitos, especialmente as tecnologias de incorporação de rejeitos em matrizes. Com maior ênfase é apresentado o processo de tratamento de rejeitos utilizando o betume como matriz de imobilização e as propriedades deste material e dos produtos obtidos através do processo, denominados produtos de rejeito.

É também discutida neste capítulo uma visão da Ciência e Engenharia dos Materiais, apresentando a inter-relação entre propriedade, processamento, desempenho e estrutura das matrizes estudadas e dos produtos obtidos após a incorporação. O planejamento de experimentos e a definição de fatores e das variáveis resposta para obtenção de modelos para avaliar as propriedades importantes do produto e também os requisitos para acreditação dos ensaios de caracterização são itens apresentados e discutidos neste capítulo.

3.1. Conceituação de resíduos

Na Norma NBR 10.004 (ABNT, 2004a) são classificados os resíduos sólidos quanto aos seus riscos potenciais ao meio ambiente e à saúde pública para que possam ser gerenciados adequadamente. Segundo esta norma, o termo resíduo sólido inclui os resíduos nos estados sólido e semissólido que resultam de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalares, comercial, agrícola, de serviços e de varrição, além de lodos provenientes de sistemas de água e daqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição. Inclui também determinados líquidos, cujas particularidades tornem inviável seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções técnicas e economicamente inviáveis em face à melhor tecnologia disponível.

A NBR 10.004 é a norma técnica brasileira que trata da classificação de resíduos e é a norma citada em várias legislações. Outras considerações da norma são o manuseio e destinação final adequados para os diferentes tipos de

resíduo. Desta forma, eles podem ser classificados em função do grau de periculosidade e de suas características em:

- Resíduos classe I - perigosos: resíduos sólidos ou mistura de resíduos que, em função de suas características de inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade e patogenicidade, podem apresentar risco à saúde pública, provocando ou contribuindo para um aumento de mortalidade ou incidência de doenças e/ou apresentar efeitos adversos ao meio ambiente, quando manuseados de forma inadequada;
- Resíduos classe II - não perigosos: resíduos sólidos ou mistura de resíduos sólidos que não se enquadram na classe dos perigosos. Na classe II, estão os não inertes (classe II A), que apresentam propriedades tais como, combustibilidade, biodegradabilidade ou solubilidade em água e também os inertes (classe II B). Estes, quando submetidos ao teste de solubilização conforme a Norma NBR 10.006 (ABNT, 2004c), não apresentam nenhum dos seus constituintes solubilizados a concentrações superiores aos padrões de potabilidade da água, excetuando-se a cor, o sabor, dureza e a turbidez.

Os resíduos radioativos gerados em atividades ligadas à área nuclear e os provenientes de instalações radiativas, da indústria e da medicina não são objetos da Norma NBR 10.004 (ABNT, 2004a), embora a definição do termo resíduo pudesse incluí-los. O controle destes resíduos é de competência exclusiva da CNEN, conforme estabelecido na Lei Federal 7.781 (BRASIL, 1989). Este é o órgão federal que, na área de rejeitos, estabelece normas de controle referentes ao seu gerenciamento desde a origem até o armazenamento final. A CNEN é responsável também pelo licenciamento e fiscalização das instalações nucleares e radiativas brasileiras. Exerce controle sobre todo o material nuclear de forma a garantir a segurança da população, dos trabalhadores e do meio ambiente.

A Comissão de Estudo Especial Temporária - CEET de Resíduos Sólidos, que atuou na revisão da Norma 10.004 (ABNT, 2004a), definiu os seguintes termos:

- Resíduos - materiais decorrentes de atividades antrópicas, gerados como sobras de processos ou aqueles que não possam ser utilizados com a finalidade para as quais foram originalmente produzidos.
- Resíduos sólidos - resíduos nos estados sólido e semissólido, líquidos não passíveis de tratamento como efluentes e os gases contidos.

Segundo BAPTISTA (apud OLIVEIRA, 2002) esses dois novos conceitos são mais abrangentes e explicam melhor a origem e o estado físico dos resíduos, quando comparados aos conceitos descritos na NBR 10.004, pois retratam melhor aquilo que pode ser considerado como resíduo.

KAPAZ (2002) no relatório preliminar da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), objeto do projeto de lei nº 203/91 (BRASIL, 1991), classifica os resíduos sólidos em:

- Resíduos comuns - À semelhança dos resíduos sólidos urbanos, são resíduos provenientes de residências ou de qualquer outra atividade que gere resíduos com características domiciliares ou a estes equiparados, bem como os resíduos de limpeza pública urbana; e
- Resíduos especiais - São resíduos sólidos que, em função das características peculiares que apresentam, considerando a sua tipologia ou quantidade, passam a merecer cuidados especiais em seu acondicionamento, transporte, manuseio e disposição final. Na categoria de resíduos especiais estão os resíduos de serviço de saúde, os resíduos sólidos industriais, os resíduos radioativos, os resíduos de construção civil, os resíduos minerais, os resíduos tecnológicos e os resíduos de pneus, entre outros.

De acordo com a Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA, 1994), a etapa de classificação de rejeitos é importante para as etapas seguintes da gerência, desde a geração, o acondicionamento, o armazenamento, o transporte até a disposição final. Neste documento é ressaltada a grande dificuldade em se estabelecer um sistema único de classificação de rejeitos, capaz de satisfazer a todos os propósitos.

3.2. A questão dos resíduos perigosos e dos rejeitos radioativos no mundo - impacto ambiental

O conhecimento das principais questões ambientais tem um papel relevante na formação de uma sociedade com melhor qualidade de vida e ciente dos problemas que a degradação ambiental acarreta.

No contexto mundial algumas iniciativas foram feitas a partir de 1950 para impedir a poluição e os impactos ambientais causados ao meio ambiente, já que em épocas anteriores o desenvolvimento econômico era prioritário e a preocupação com resíduos gerados era quase inexistente.

Segundo NOGUEIRA (apud LERIPIO, 2005), o grande volume de resíduos gerados pela sociedade está fundamentado no famoso “american way of life” que associa a qualidade de vida ao consumo de bens materiais.

SILVA (2006) descreve o histórico das diversas fases da questão ambiental no contexto mundial, ressaltando a importância da ECO-92, Conferência do Rio, que teve como objetivo avaliar como os conceitos ambientais foram absorvidos na política e no planejamento dos países desde a Conferência de Estocolmo, sobretudo daqueles países com maiores níveis de agressão ambiental. A Conferência do Rio foi uma oportunidade de superar divergências internacionais, aproximar as nações para um posicionamento comum e elaborar uma nova frente de combate aos problemas ambientais globais, através da transferência de novos conhecimentos, tecnologias limpas e benefícios potenciais às nações subdesenvolvidas. Em 2002, em Joanesburgo, África do Sul, foi feita uma avaliação da ECO-92. Segundo LESTIENNE (apud SILVA, 2006), a complexidade da questão do futuro do planeta, da humanidade e das futuras gerações ficou ainda mais evidente, destacando que já era tempo de distinguir melhor os múltiplos desafios, bem como buscar e encontrar soluções concretas para cada um deles.

A questão dos resíduos perigosos é um dos importantes desafios na questão ambiental. A Alemanha foi a pioneira na adoção de medidas relacionadas com a geração de resíduos, adotando prioritariamente os princípios da prevenção e de minimização da geração. Há leis para atenuar a geração de resíduos e

aqueles classificados como resíduos devem ser transportados até as instalações de tratamento para reciclagem ou geração de energia. Os resíduos que serão descartados devem ser dispostos de forma a não agredir o meio ambiente (NOGUEIRA, 2008).

Atualmente na Europa a situação dos resíduos é caracterizada por uma forte preocupação em recuperação e reaproveitamento energético, devido aos escassos recursos disponíveis (LERÍPIO, 2005).

Os Estados Unidos começaram a se preocupar com seus resíduos sólidos somente na década de 80, a partir da instauração do Superfund, uma legislação específica visando recuperar áreas degradadas contaminadas no país. Esta abordagem propiciou a Agência de Proteção Ambiental (EPA) elaborar toda a legislação sobre resíduos sólidos (US EPA, 2009).

A ISO criou um sistema de normas de gerenciamento ambiental, entre elas, a série 14.000, que está revolucionando a postura das empresas, dos consumidores e da sociedade. Nestas normas são descritas soluções técnicas para dispor, tratar, reaproveitar, reduzir e prevenir a geração de resíduos. A necessidade da adequação das empresas, quanto à gerência dos seus rejeitos, é uma das exigências das normas para a certificação (ABNT, 2004d).

Na área nuclear todas as particularidades técnicas e o potencial impacto social desta forma de energia levaram a uma normalização e a uma vigilância contínua (ALONSO, 2005). Risco e segurança são rigorosamente avaliados dentro do processo de licenciamento das instalações nucleares e radiativas.

Os rejeitos radioativos, normalmente gerados nas instalações, devem ser gerenciados e armazenados de forma segura, visando assegurar à população que o uso da energia nuclear não trará riscos indevidos para a saúde e a segurança das pessoas, bem como impactos não-aceitáveis sobre o meio ambiente. Além disso, as gerações futuras não devem ser penalizadas pela produção de bens e serviços realizados pela geração atual.

3.3. Perspectivas da energia nuclear no mundo e no Brasil

O desenvolvimento socioeconômico de um país é dependente de energia. A disponibilidade de energia depende de investimentos e recursos financeiros que possam ser aplicados em opções estratégicas para o desenvolvimento sustentável da matriz energética. Em processo de retroalimentação, os investimentos e recursos são gerados a partir do desenvolvimento socioeconômico que, por sua vez, demanda novas disponibilidades de energia.

A opção nuclear até recentemente defendida na sua dimensão puramente estratégica, passa a ter uma importante contribuição do ponto de vista da complementaridade, competitividade e diversificação, necessária para dar confiabilidade ao setor elétrico brasileiro. Em meados de 2007 o governo brasileiro decidiu pela continuação do projeto de construção da terceira usina nuclear do Brasil, que contribuirá para o abastecimento dos maiores centros consumidores. A região sudeste passará a contar a partir de 2015 com um acréscimo de 1350 megawatts de energia. O elevado grau de segurança e as condições favoráveis do empreendimento, como por exemplo, o projeto praticamente feito, a grande parte dos equipamentos adquiridos e o pequeno impacto ambiental, foram importantes para esta decisão. O Plano Nacional de Energia 2030, elaborado no Ministério de Minas e Energia pela Empresa de Pesquisa Energética prevê a construção de quatro centrais de 1.000 MW e outras três novas usinas nucleares entre 2016 e 2030. O nordeste brasileiro é uma das regiões que deverá ser beneficiada com as novas centrais e esta retomada traz importantes desdobramentos para o setor industrial (EPE, 2008).

Recentemente foi assinada uma declaração conjunta para cooperação nuclear entre Brasil e Argentina para estudo de um reator de potência que atenda às necessidades dos dois países (POWER, 2008).

A energia nuclear é uma alternativa para o aumento da produção de energia elétrica no mundo e tem importante papel no século XXI. As crises do petróleo e do gás natural no mundo, previstas para os próximos anos, tornam cada vez mais cara a energia produzida por estes combustíveis, que hoje respondem por 25% da eletricidade produzida no mundo. Outro fator que tem

impulsionado o renascimento da energia nuclear é o aquecimento global, uma causa que vem mobilizando governos e opinião pública. As energias renováveis são soluções para a crise energética e a energia nuclear é uma opção ambiental, que está se tornando econômica, podendo ser produzida em larga escala. Ela pode dar uma importante contribuição para reduzir a dependência de gás importado de muitos países e para diminuir as emissões de dióxido de carbono, principal responsável pelo aquecimento global (EPE, 2008).

Além disso, os preços elevados dos combustíveis fósseis, excetuando o carvão, que é um combustível ainda barato, e a entrada em vigor dos requisitos do Protocolo de Quioto, são elementos que contribuem para a retomada da energia nuclear (EIA/DOE, 2006).

Em abril de 2005, 74 países assinaram moção defendendo o papel da geração nuclear na redução do aquecimento global. A Agência Internacional de Energia (AIE), entidade ligada à Organização para a Cooperação e Desenvolvimento Econômico (OCDE) que reúne os países mais ricos do mundo, adverte que o mundo enfrenta uma grave ameaça na área de energia e que se deve aumentar o investimento em infraestrutura no setor de geração elétrica, especialmente em usinas nucleares, para evitar que a demanda supere a oferta antes de 2030. Até esta data, a demanda global por energia deve aumentar em 53% e mais de 70% desse aumento virá de países em desenvolvimento, principalmente da China e da Índia (ABEN, 2006).

Cerca de 80% das 438 usinas nucleares no mundo (IAEA, 2007) estão em operação há mais de 15 anos. Isto corresponde a 16% da energia elétrica consumida no mundo segundo a Associação Brasileira de Energia Nuclear (ABEN, 2006).

Os países que representam 75% população mundial estão traçando estratégias para aumento da utilização da energia nuclear. Estão em construção, segundo a IAEA, 27 usinas nucleares no mundo sendo oito delas na Índia. O Reino Unido e a Ásia concentram investimentos na opção nuclear. China planeja construir 40 usinas até 2020 e Japão, Coreia, Rússia, Argentina e Índia vão investir em novas centrais nucleares (IAEA, 2007).

As perspectivas para a construção de usinas nucleares nos Estados Unidos são animadoras, pois 17 empresas de energia se preparam para entrar com pedidos de licença para a construção de, no mínimo, 33 reatores. Já existem contratos assinados entre a Westinghouse e o Shaw Group para a construção de reatores, devido ao aumento considerável da demanda energética no país, segundo o Departamento de Energia dos Estados Unidos (DOE). Vários dos proprietários dos 104 reatores solicitaram a extensão de vida útil de suas instalações, de 40 para 60 anos; além disso, o aumento no fator de capacidade média das centrais norte-americanas acrescentou em 26 GW a geração de energia (ABEN, 2008).

Na atualidade a energia nuclear representa 23,5% da produção de eletricidade dos países da OCDE. Esta energia oferece menores custos de geração, não há emissão de gases para o efeito estufa e não contribui para o aquecimento global do planeta. Uma das principais razões da desaceleração do programa nuclear no mundo deveu-se às dificuldades da aceitação pública dessa forma de energia devido à geração de rejeitos radioativos, que a sociedade atribui como um risco. A informação clara e a participação social nas decisões para implantação de um repositório são as melhores formas de melhorar a compreensão desse tema (EUROPEAN COMMISSION, 2008).

Em 2005, 84% da capacidade nuclear instalada estava nos países da OECD, como representado na Tabela 3.1.

Entraram em operação centrais nucleares na Coreia do Sul e no Japão e existem planos da retomada do programa nuclear na Alemanha, Bélgica, Holanda, Suécia e Finlândia (WANO,2005).

Na avaliação do DOE a capacidade instalada mundial deve crescer de 372 GW em 2003 para 437 GW em 2025, ou seja, mais de 17% de crescimento (EIA/DOE, 2006).

Segundo BARROSO (2002) e ALONSO (2005), os custos de construção de uma central nuclear são grandes devido à complexidade do empreendimento e também ao tempo para concretizar a obra civil (4 a 8 anos). Em relação ao custo do combustível, este é muito menos representativo em relação ao custo global.

Incluindo os custos de capital e de geração por kWh, o custo total de uma central nuclear pode ser favorável.

Os reatores mais utilizados no mundo são os PWR e a tecnologia nuclear está em constante evolução. Há estudos de utilização de outros tipos de reatores, como os evolutivos de água leve e os inovadores. Para o desenvolvimento destes reatores há um projeto internacional INPRO (projeto internacional sobre ciclo de combustível e reatores nucleares inovadores) com o objetivo de tornar a energia nuclear uma opção energética global. Há também um projeto denominado GIF '(Fórum Internacional de Geração IV)', que reúne dez países industrializados e duas instituições, o European Atomic Forum (FORATOM) e a Comissão Europeia (CE), com o objetivo de desenvolver e demonstrar um ou mais sistemas nucleares que possam ser comercializados em 2030 (SPARATO, 2007).

Tabela 3.1 Usinas nucleares no mundo e potência total (IAEA, 2007)

País	Em operação	Potência total MW(e)
África do Sul	2	1.800
Alemanha	17	20.339
Argentina	2	935
Armênia	1	376
Bélgica	7	5.824
Brasil	2	1.795
Bulgária	2	1.906
Canadá	18	12.589
China	17	13.493
Coreia do Sul	20	17.454
Eslováquia	5	2.034
Eslovênia	1	666
Espanha	8	7.450
Estados Unidos	104	100.322
Finlândia	4	2696
França	59	63.260
Holanda	1	482
Hungria	4	1.755
Índia	17	3.779
Japão	55	47.587
Lituânia	1	1.185
México	2	1.360
Paquistão	2	425
Reino Unido	19	10.965
República Tcheca	6	3.523
Romênia	1	655
Rússia	31	21.743
Suécia	10	9.048
Suíça	5	3.220
Ucrânia	15	13.107
Total	438	371.773

Fonte: <http://www.world-nuclear.org>; IAEA, 2007

Outra alternativa para a geração de energia no futuro é a fusão nuclear. Para desenvolver pesquisas nesta área foi criada no Brasil, em 2006, a Rede Nacional de Fusão, que irá capacitar 70 pesquisadores de 17 instituições. Espera-se que esta tecnologia venha a ter aplicações práticas em 30 anos e que o Brasil possa, em um futuro próximo, integrar-se ao projeto de um protótipo de um reator de fusão nuclear denominado International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER) que será construído na França. Participam deste projeto a Comunidade Europeia, Rússia, Japão, Estados Unidos, China, Coreia do Sul e Índia (SPARATO, 2007).

Independente da tecnologia para geração de energia nuclear, são gerados rejeitos radioativos, que devem ser armazenados em depósitos intermediários e, no futuro, ser dispostos em um depósito final. A construção destas instalações depende de decisões técnicas e políticas de cada país e envolvem equipes com conhecimentos em várias áreas e também os órgãos ambientais. Alguns dos depósitos finais em operação no mundo para rejeitos de baixa e média atividade estão na Espanha, Japão, Suécia, Finlândia, Estados Unidos (ENRESA, 2006). Na Figura 3.1 é mostrado o depósito de rejeitos radioativos de El Cabril na Espanha com barreiras múltiplas. Este conceito de repositório consiste na disposição de uma série de barreiras físicas, artificiais, naturais e geológicas, sendo o produto de rejeito, a embalagem, a célula de concreto, o material de enchimento que circunda os embalados algumas destas barreiras.

3.4. Gerência de rejeitos radioativos

Os resíduos não aproveitáveis gerados em atividades ligadas à área nuclear, denominados rejeitos radioativos, por suas características perigosas, exigem a adoção de uma série de medidas administrativas e técnicas que evitarão que, na sua disposição, ocorram riscos que não são aceitáveis no meio ambiente e para os seres vivos. Assim, a solução que permite cumprir com os requisitos de segurança, consiste em gerenciar os rejeitos radioativos até que os radionuclídeos neles contidos atinjam limites de concentração que possibilitem a liberação segura para a biosfera (CNEN, 1985).

Considerando que, com raras exceções, todos os materiais naturais e artificiais contêm radionuclídeos, incluindo os seres vivos, a asserção que qualquer resíduo que possua elementos radioativos incorporados deva ser caracterizado como rejeito radioativo é imprópria. É necessário, portanto, estabelecer limites mínimos que qualifiquem um resíduo como rejeito radioativo. A determinação destes limites é fundamentada na avaliação das consequências que adviriam da liberação de resíduos para a biosfera e leva em conta as propriedades dos mesmos, dos radioisótopos presentes, bem como as características do meio ambiente (SILVA, 2006).

Define-se rejeito radioativo como qualquer material resultante de atividades humanas que contenha radionuclídeos em quantidades superiores aos limites de isenção especificados na Norma CNEN NE 6.05 (CNEN, 1985) e para o qual a reutilização é imprópria ou não prevista. A classificação dos rejeitos sólidos, líquidos e gasosos é descrita na Tabela 3.2



Figura 3.1 Depósito de rejeitos radioativos da Espanha - El Cabril (ENRESA, 2006)

Tabela 3.2 Classificação de rejeitos radioativos de acordo com a Norma 6.05 (CNEN, 1985)

Rejeitos com emissores beta/gama - rejeitos contendo emissores beta e/ou gama e nos quais os eventuais emissores alfa tenham concentração total inferior a $3,7 \times 10^8 \text{Bq.m}^{-3}$ (10^{-2}Ci.m^{-3}).		
Rejeitos Líquidos	Concentração (C)	
	(Bq.m^{-3})	(Ci.m^{-3})
Baixo nível de radiação (LBN)	$C \leq 3,7 \times 10^{10}$	$C \leq 1$
Médio nível de radiação (LMN)	$3,7 \times 10^{10} < C \leq 3,7 \times 10^{13}$	$1 < C \leq 10^3$
Alto nível de radiação (LAN)	$C > 3,7 \times 10^{13}$	$C > 10^3$
Rejeitos Sólidos	Taxa de Exposição (X) na Superfície	
	($\mu\text{Ci.kg}^{-1}.\text{h}^{-1}$)	(R.h^{-1})
Baixo nível de radiação (SBN)	$X \leq 50$	$X \leq 0,2$
Médio nível de radiação (SMN)	$50 < X \leq 500$	$0,2 < X \leq 2$
Alto nível de radiação (SAN)	$X > 500$	$X > 2$
Rejeitos Gasosos	Concentração (C)	
	(Bq.m^{-3})	(Ci.m^{-3})
Baixo nível de radiação (GBN)	$C \leq 3,7$	$C \leq 10^{-10}$
Médio nível de radiação (GMN)	$3,7 < C \leq 3,7 \times 10^4$	$10^{-10} < C \leq 10^{-6}$
Alto nível de radiação (GAN)	$C > 3,7 \times 10^4$	$C > 10^{-6}$
Rejeitos com emissores alfa - rejeitos contendo emissores alfa em concentrações superiores a $3,7 \times 10^8 \text{Bq. m}^{-3}$ (10^{-2}Ci.m^{-3}).		
Rejeitos Líquidos	Concentração (C)	
	(Bq. m^{-3})	(Ci.m^{-3})
Alfa de baixo nível de radiação ($L\alpha\text{BN}$)	$C \leq 3,7 \times 10^{10}$	$10^{-2} < C \leq 1$
Alfa de médio nível de radiação ($L\alpha\text{MN}$)	$3,7 \times 10^{10} < C \leq 3,7 \times 10^{13}$	$1 < C \leq 10^3$
Alfa de alto nível de radiação ($L\alpha\text{AN}$)	$C > 3,7 \times 10^{13}$	$C > 10^3$
Rejeitos Sólidos	Concentração (C)	
	(Bq. m^{-3})	(Ci.m^{-3})
Alfa de baixo nível de radiação ($S\alpha\text{BN}$)	$3,7 \times 10^8 < C \leq 3,7 \times 10^{11}$	$10^{-2} < C \leq 10$
Alfa de médio nível de radiação ($S\alpha\text{MN}$)	$3,7 \times 10^{11} < C \leq 3,7 \times 10^{13}$	$10 < C \leq 10^3$
Alfa de alto nível de radiação ($S\alpha\text{AN}$)	$C > 3,7 \times 10^{13}$	$C > 10^3$

Os rejeitos de baixo e médio nível de radiação podem ser subdivididos em rejeitos de meia vida curta e de meia vida longa. Os rejeitos de baixo e médio nível de radiação de meia vida curta contêm baixas concentrações de radionuclídeos de vida longa ($t_{1/2} > 30$ anos). Para este tipo de rejeitos a disposição em repositórios construídos próximos à superfície da terra tem sido praticada em muitos países, por várias décadas. É um método prático e seguro de isolamento dos rejeitos, que visa proteger a saúde humana e o meio ambiente (CNEN, 2008).

Os rejeitos de baixo e médio nível de radiação de vida longa contêm quantidades significativas de radionuclídeos de meia vida superior a 30 anos, necessitando de um maior grau de isolamento e são normalmente dispostos em formações geológicas. O mesmo tipo de disposição é utilizado para os rejeitos de alto nível de radiação com grandes concentrações de radionuclídeos de meia vida curta e longa.

Os rejeitos radioativos são gerados durante a operação dos reatores nucleares de potência, pelas instalações do ciclo do combustível (mineração e beneficiamento de minério, conversão, enriquecimento, fabricação de elementos combustíveis e reprocessamento) e por aqueles que utilizam radioisótopos na medicina, indústria e pesquisa. Ressalta-se que os elementos combustíveis irradiados dos reatores nucleares só serão considerados rejeitos radioativos após uma definição, em nível nacional, da política do ciclo do combustível nuclear. No Brasil, ainda não foi tomada uma decisão de reprocessar os elementos combustíveis irradiados. Os elementos combustíveis das usinas nucleares de Angra 1 e Angra 2 encontram-se armazenados nas piscinas dos prédios dos reatores. Na Tabela 3.3 são apresentados sucintamente os principais radionuclídeos presentes nos rejeitos radioativos provenientes de instalações nucleares, da área do ciclo do combustível, com exceção dos rejeitos de reprocessamento e dos elementos combustíveis irradiados e, também, das áreas de pesquisa, medicina e indústria.

Segundo SCHOLTEN (1997) os rejeitos de baixo nível de radiação das usinas nucleares consistem de aproximadamente 90% de ^{60}Co (meia vida de 5,26 anos), 9% de ^{137}Cs (meia vida de 30,17 anos) e 1% de outros radionuclídeos.

Segundo SOUZA (1998) a radioatividade desses rejeitos decaem a níveis seguros após 200 a 300 anos de estocagem.

Um fluxograma simplificado, mostrando as diversas etapas para o gerenciamento de rejeitos radioativos é apresentado na Figura 3.2.

Nas usinas nucleares são gerados rejeitos dos três tipos: sólidos, líquidos e gasosos. Os rejeitos líquidos de baixo e médio nível de atividade, emissores beta e/ou gama ($C \leq 3,7 \times 10^{13} \text{ Bq.m}^{-3}$) (CNEN, 1985) e as resinas de troca iônica exauridas, também de baixa ou média atividade, são tratados utilizando matriz de cimento ou betume para sua solidificação visando à obtenção de produtos monolíticos, homogêneos, química e mecanicamente estáveis. A solidificação dos rejeitos é necessária para a obtenção de produtos que atendam às exigências das normas de segurança para transporte, armazenamento e disposição.

Em algumas usinas nucleares, os rejeitos líquidos são submetidos ao processo de secagem e os sólidos gerados são colocados em embalagens especiais, visando à redução de volume (CNEN, 2008).

Os rejeitos sólidos, quando compressíveis, são colocados em uma prensa ou imobilizados. Os rejeitos gasosos são normalmente absorvidos em filtros e estes geralmente são acondicionados em tambores.

Os responsáveis pela gerência dos rejeitos nas instituições devem sempre observar os princípios de minimização e otimização dos tratamentos destes rejeitos, de forma que os embalados produzidos e sua disposição não venham causar danos ao meio ambiente e às futuras gerações.

Tabela 3.3 Principais radioisótopos presentes em rejeitos radioativos (SILVA, 1997)

Origem	Radioisótopo	Meia-vida
Reator	Co-60	5,26 a
	Cs-137	30,17a
	Fe-55	2,7 a
	H-3	12,323 a
	I-129	$1,6 \times 10^7$ a
	Kr-85	10,72 a
	Sr-90	28,1 a
	Xe-133	5,25 d
Ciclo do Combustível (exceto reprocessamento)	Ra-226	1600 a
	Rn-222	3,825 d
	Th-230	$7,7 \times 10^4$ a
	U-235	$7,038 \times 10^8$ a
	U-238	$4,47 \times 10^4$ a
Indústria, Medicina e Pesquisa	Am-241	433 a
	C-14	5730 a
	Co-60	5,26 a
	Cs-137	30,17 a
	Ga-67	78,3 h
	H-3	12,323 a
	I-125	59,7 d
	I-131	8,04 d
	Ir-192	74 d
	Po-210	138,38 d
	Ra-226	1600 a
	Ra-228	5,75 a
	Sr-90	28,1 a
	Tc-99m(Mo-99)	6h (66h)
	Th-230	$7,7 \times 10^4$ a
Th-232	$1,4 \times 10^{10}$ a	
Tl-201	75,3 h	

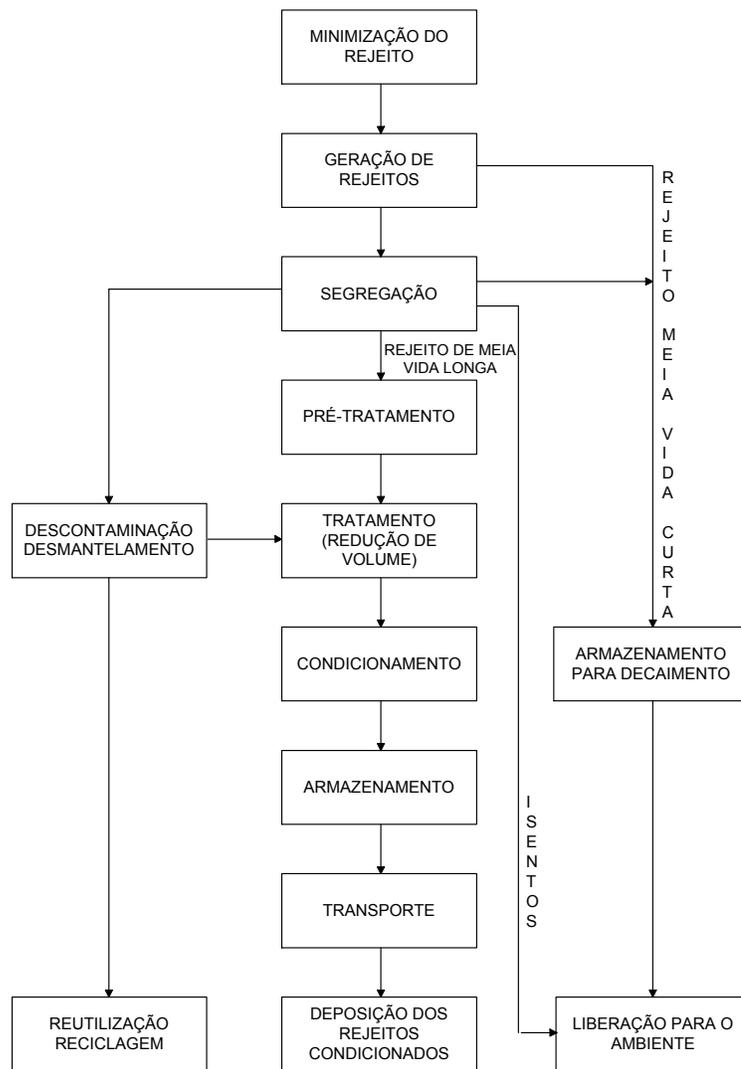


Figura 3.2 Fluxograma típico da gerência de rejeitos radioativos (SILVA, 2006)

Também em instalações menores que manuseiam materiais radioativos a gerência dos rejeitos deve ser observada. Exemplificando, a gerência de rejeitos radioativos no CDTN, um dos centros de pesquisa da CNEN, foi definida com base na Norma NE 6.05 (CNEN, 1985), nos critérios de classificação de rejeitos adotados no Centro e na infraestrutura existente (CDTN, 1993).

Os rejeitos provenientes de atividades de pesquisa e de diferentes aplicações de radioisótopos possuem composição química variada. Os rejeitos radioativos de baixo nível de radiação devem ser segregados, monitorados e classificados nos locais de origem e, então, transferidos para o armazenamento inicial, de onde são enviados para as instalações de tratamento. Para a classificação dos rejeitos devem ser feitas análises químicas e radioquímicas e

monitorações. Os resultados analíticos, juntamente com outros dados disponíveis sobre os rejeitos, são registrados em um formulário próprio (CDTN, 1993).

No CDTN são realizados diferentes tratamentos dos rejeitos radioativos de acordo com a classificação destes. Os rejeitos líquidos aquosos gerados no CDTN são submetidos, inicialmente, a tratamento químico para redução de volume. Os radionuclídeos presentes no rejeito são concentrados sob forma insolúvel e a lama formada é separada por decantação e incorporada em cimento. O sobrenadante é filtrado, analisado e liberado. Os rejeitos sólidos não-compactáveis, como entulho, sucata, madeira, etc., são imobilizados em pasta de cimento/bentonita. Os rejeitos compactáveis (papéis, tecidos, luvas cirúrgicas, estopas, etc.) são prensados (Prensa 16 toneladas) e as bombonas e os frascos plásticos contaminados são cortados em um moinho (capacidade 130 kg.h⁻¹). Todos os dados referentes a cada embalado, que consiste do rejeito com a embalagem, são registrados em um formulário próprio. Os embalados contendo rejeitos são identificados, monitorados e enviados a um Galpão de Armazenamento.

Um banco de dados informatizado, implantado para gerenciar as informações sobre os rejeitos recebidos e tratados, é utilizado para armazenar as informações contidas nos formulários. Para este banco de dados foi desenvolvido um "software", que possibilita o registro seguro e eficiente dos dados, a apresentação dos mesmos em forma de tabelas e gráficos, o que proporciona grande facilidade para o usuário na emissão de relatórios (CDTN, 1993).

O CDTN também recebe fontes radioativas provenientes de diversas áreas como hospitais, indústrias e medicina nuclear e recebe também para-raios radioativos e detectores de fumaça instalados em diversas edificações. Também estas fontes são gerenciadas e existe um banco de dados específico para este controle. Para a gerência de todos os rejeitos gerados ou recebidos de instituições externas, trabalhos de pesquisa e desenvolvimento são realizados, visando melhorar as técnicas de acondicionamento, buscar novos materiais e implantar os ensaios de caracterização dos produtos. Essas pesquisas englobam os processos de imobilização, as embalagens para transporte de materiais e rejeitos radioativos e os estudos para implantação de um repositório (GUZELLA et al., 2005; TELLO, 2004).

3.5. Solidificação e estabilização

Nas últimas décadas, o gerenciamento dos resíduos tem se transformado em um tema dos mais complexos, do ponto de vista ambiental, enfrentado principalmente pelas indústrias, devido aos grandes volumes de resíduos gerados. O armazenamento destes resíduos nos pátios das empresas à espera de tratamento é um problema que exige solução. Em muitos casos eles estão sendo estocados, tratados e/ou dispostos de forma inadequada, causando riscos à saúde humana e ao meio ambiente (LERÍPIO, 2004).

No caso dos rejeitos radioativos, vários países com grandes volumes de rejeitos provenientes de programas militares, como Estados Unidos, França e Inglaterra, investem na descontaminação de sítios contaminados, nos processos de tratamento e nos projetos de construção dos repositórios para solução desse problema (OJOVAN, 2005).

A solidificação/estabilização (S/E) é uma das técnicas de tratamento físico-químico aplicada aos resíduos perigosos, principalmente inorgânicos. Ela visa à obtenção de um produto com características adequadas, de forma que o seu transporte, armazenamento, disposição e/ou reutilização sejam feitos com segurança (SHON, 1997).

Para os resíduos perigosos a solidificação visa principalmente reduzir a mobilidade de seus constituintes perigosos para o meio ambiente. No caso dos rejeitos radioativos é obrigatório o tratamento dos rejeitos e a colocação destes em forma estável de sólidos, como estabelecem a Lei Federal 10.308 (BRASIL, 2001) em seu artigo 4º e a Norma NN 6.09 (CNEN, 2002).

A S/E está sendo cada vez mais utilizada, devido principalmente à pressão da sociedade e dos órgãos ambientais controladores para que os resíduos tenham um gerenciamento adequado por parte dos seus geradores. Essa técnica tem sido amplamente utilizada por mais de trinta anos em países como Estados Unidos, Alemanha, França, Espanha, Suíça, Reino Unido e Japão. O resíduo tratado deve ser submetido a determinados ensaios físicos e químicos, e os resultados devem

ser avaliados para que os produtos obtidos possam ser dispostos em diferentes cenários (LERÍPIO, 2005).

MEANS (apud OLIVEIRA, 2002) define o termo estabilização como o processo de conversão do resíduo para uma forma quimicamente mais estável e menos tóxica, o que pode acontecer durante a solidificação e, em geral, envolve reações físico-químicas. A solidificação refere-se à técnica que transforma o resíduo líquido, pastoso ou sólido em um monólito de alta integridade estrutural. Esta técnica não envolve necessariamente uma interação química entre o resíduo e os agentes solidificantes.

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

No tratamento de resíduos por S/E as características destes podem ou não ser alteradas e otimizadas. Em geral, estes processos são usados visando principalmente:

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

Os processos de S/E podem ser classificados, de acordo com o tipo de agente solidificante utilizado, em sete grupos, relacionados abaixo (ROCCA apud LANGE, 1996):

- Cimento (cimento Portland comum, cimento Portland comum + materiais pozolânicos, etc.);
- Cal (cal, cal + materiais pozolânicos, etc.);
- Materiais absorventes (argilas, serragem, etc.);
- Materiais termoplásticos (asfalto, polímeros termoplásticos, etc.);

- Polímeros estabilizados termicamente (incluindo ureia-formaldeído, poliéster insaturado);
- Materiais vítreos; e
- Materiais cerâmicos.

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

Os materiais termoplásticos geralmente empregados para solidificar resíduos são o asfalto e o polietileno. Estes polímeros orgânicos ficam fluidos quando submetidos ao aquecimento e solidificam sob resfriamento. Normalmente o resíduo seco é aquecido para ser incorporado à matriz aquecida. Em seguida, deixa-se a mistura esfriar e solidificar, o que em geral ocorre dentro de um recipiente, como por exemplo, um tambor metálico. Neste processo, alguns equipamentos especiais são necessários para aquecer e misturar os resíduos e o material termoplástico. Os equipamentos disponíveis no mercado, como a extrusora e os misturadores convencionais, são adequados para este propósito. As temperaturas de mistura variam de 130 a 230 °C, dependendo das características do termoplástico e do tipo de equipamento utilizado (OJOVAN, 2005).

No sistema que utiliza materiais termofixos como a ureia-formaldeído, a polimerização é realizada em batelada, sendo os resíduos secos ou úmidos misturados com aquele material em um recipiente projetado para este fim. Adiciona-se um catalisador, misturando-se continuamente até que este esteja totalmente disperso. A mistura termina antes que o polímero se forme e, se

necessário, é transferida para um contêiner. O material polimerizado não se combina com o resíduo, sendo formada uma massa esponjosa, que captura as partículas sólidas. O produto deve ser seco antes da disposição final (LANGE, 1996).

Os materiais químicos orgânicos, que atuam como solventes, assim como os sais fortemente oxidantes (nitratos, cloretos, percloratos) não podem ser usados diretamente nos processos poliméricos, pois causam degradação dos produtos. Como a mistura termoplástico-oxidante é inflamável, é necessário ter um controle das temperaturas de operação (IAEA, 1993a).

Para avaliar o resíduo tratado quanto à liberação de elementos incorporados é realizado o ensaio de lixiviação, seguindo normas específicas. Este ensaio mede a capacidade de retenção dos contaminantes no resíduo tratado e é, portanto, um importante instrumento para avaliar e controlar a liberação destes poluentes no meio em que estarão expostos. Os ensaios de lixiviação são usados para prever o grau de eficiência em fixar os constituintes perigosos na matriz utilizada, que é o objetivo do processo de S/E. A Norma NBR 10.005 (ABNT, 2004b) é o teste de lixiviação regulamentado no Brasil. Esta norma fixa os requisitos exigíveis para a obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos, visando diferenciar os resíduos classificados pela Norma NBR 10.004 como classe I para os perigosos e classe II para os não perigosos (ABNT, 2004a).

Em um local de disposição bem gerenciado um resíduo solidificado é colocado em determinadas profundidades, onde se espera que a matriz mantenha sua integridade física. Entretanto, sob certas condições esse produto que, em geral, se encontra em uma forma monolítica, pode ficar exposto a um meio lixiviante com conseqüente degradação. O meio lixiviante pode ser água subterrânea ou água de chuva infiltrada que pode atingir o resíduo solidificado. Como os testes de lixiviação devem simular as condições mais próximas possíveis do cenário de disposição real, eles devem ser realizados em laboratório em condição estática, onde é feita apenas uma extração sem troca do líquido que simula o meio lixiviante, ou em condição dinâmica, com trocas sucessivas (uma ou mais extrações) do líquido lixiviante.

Há outras opções para o tratamento e/ou disposição de resíduos industriais diferentes das convencionais por solidificação/estabilização, que são a incineração e a colocação direta em aterros.

O processo de vitrificação, que consiste da fusão de resíduos com sílica ou outros materiais para formar vidro, material de silicato ou cerâmica é outra opção de tratamento. Aplica-se a resíduos extremamente perigosos e de alto nível de radiação e o produto obtido, em geral, é considerado seguro quanto à disposição final e não requer normalmente uma contenção secundária (OJOVAN, 2005).

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

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

O processo de solidificação/estabilização em cimento é particularmente eficiente para o tratamento de resíduos perigosos. Esta tecnologia tem demonstrado boa compatibilidade para resíduos inorgânicos contendo principalmente metais pesados, com base na formação de silicatos ou aluminosilicatos, nos quais os constituintes dos resíduos são incorporados (LANGE, 1996).

Cimento e asfalto são também matrizes para imobilização de rejeitos radioativos provenientes de usinas nucleares.

3.6. Materiais Betuminosos

O termo betume ('bitumen'), mais utilizado na Europa, é mais abrangente que o termo asfalto ('asphalt') e deriva de 'pix tumens' que significa tumba de asfalto, que os egípcios usavam para colocar corpos embalsamados (SHON, 1997). Eles se classificam em dois tipos, que são os alcatrões e os asfaltos (IBP, 1978).

Os alcatrões, utilizados em pavimentações, resultam de processos de refino de alcatrões brutos, os quais se originam da destilação dos carvões, durante a fabricação de gás e coque. O emprego dos alcatrões está restrito às zonas de produção, devido às dificuldades de transporte.

O asfalto é um dos materiais mais antigos utilizados pelo homem. Na Somália, por volta de 6.000 a.C, existia uma indústria naval que produzia e utilizava o asfalto. Na Mesopotâmia, já era usado como aglutinante em trabalhos de alvenaria, em construção de estradas e também como impermeabilizante em depósitos de água. Na indústria naval, os romanos o utilizavam também como impermeabilizante. Este asfalto, conhecido como natural, era encontrado em camadas geológicas, ora como material mole e prontamente utilizável, ora como veios duros e friáveis de formações rochosas (MAGALHÃES, 2004).

No século XIX, pavimentações foram executadas com asfaltos naturais na França, Estados Unidos e Inglaterra. O asfalto derivado do petróleo começou a ser utilizado em 1909 e este produto pode ser obtido da destilação do petróleo isento de impurezas (IBP, 1978).

A produção do asfalto é dependente do tipo de petróleo. Se contiver alto teor em asfalto, o processo de produção é a destilação em um estágio. Caso contrário, a obtenção é feita em dois estágios, sendo o primeiro realizado a pressão atmosférica e o segundo a vácuo.

Os termos asfalto e betume são definidos pela American Society for Testing Materials (ASTM) da seguinte forma (IBP, 1978):

- Asfalto - Material aglutinante de consistência variável, cor pardo-escura ou negra e no qual o constituinte predominante é o betume, podendo ocorrer na natureza em jazidas ou ser obtido pela refinação do petróleo;
- Betume - Mistura de hidrocarbonetos pesados, obtidos em estado natural ou por diferentes processos físicos ou químicos, com seus derivados de consistência variável e com poder aglutinante e impermeabilizante, sendo completamente solúvel em bissulfeto de carbono.

Os betumes são materiais termoplásticos, que amolecem quando são aquecidos e solidificam quando são resfriados. Podem ser moldados (conformados) mecanicamente, repetidas vezes, desde que aquecidos (são recicláveis). São parcialmente cristalinos ou totalmente amorfos, insolúveis em água, possuem alta plasticidade, são inertes quimicamente, duráveis, têm alta capacidade de incorporação e boa resistência à lixiviação.

Quanto à composição química, os betumes são misturas de hidrocarbonetos de alto peso molecular (90 a 95%), os quais podem conter quantidades pequenas de enxofre, nitrogênio e oxigênio, bem como traços de metais (5 a 10%). O número de carbonos presentes na cadeia é maior que 38 (MAGALHÃES, 2004). Possuem estruturas bem complexas, sendo que os principais componentes são classificados como asfaltenos, que são aromáticos de alto peso molecular, e os maltenos, que constituem as frações de substâncias com alto ponto de ebulição, contendo resinas e óleos (IAEA, 1993a; IBP, 1978).

No Brasil, os asfaltos são classificados como de pavimentação (cerca de 90% da produção) e asfaltos industriais. São classificados de acordo com sua consistência, medida pela penetração a 25 °C ou pela viscosidade a 60 °C (MAGALHÃES, 2004). Os materiais com menor penetração, de interesse para solidificação de rejeitos, são produzidos no Ceará e na Bahia (IBP, 1978).

Os tipos de asfalto existentes no Brasil são denominados (LEITE, 1999):

- Cimentos Asfálticos de Petróleo (CAP) - Asfaltos produzidos através da refinação do petróleo com características específicas para serviços de pavimentação. Apresentam comportamento viscoelástico e são termoplásticos. As especificações brasileiras oficiais classificam o CAP pela viscosidade a 60° C e pela penetração a 25 °C;
- Asfaltos diluídos - Para garantir a fluidez necessária à aplicação em serviço, o cimento asfáltico pode ser diluído em solventes como nafta, querosene ou gasóleo;
- Asfaltos emulsionados ou emulsões asfálticas - São também aplicados sem necessidade de aquecimento. São formados por pequenas partículas ou glóbulos de CAP, suspensas em água com agentes

emulsificantes, que possuem a função de favorecer a dispersão e revestir os glóbulos de betume com uma película protetora, mantendo-as em suspensão estável;

- Asfaltos modificados - Os CAP podem ser modificados através de adições de asfaltos naturais ou por adição de fileres (cal, cimento, sílica, etc.), fibras ou enxofre elementar;
- Asfaltos oxidados ou soprados - São asfaltos aquecidos e submetidos à ação de uma corrente de ar com o objetivo de modificar suas características normais, fundamentalmente o aumento do ponto de amolecimento. Os asfaltos soprados apresentam maior resistência às variações de temperatura;
- Agentes rejuvenecedores - Através da adição de emulsões ou de cimentos asfálticos com agentes rejuvenecedores, os pavimentos antigos envelhecidos podem ser recuperados, possibilitando a utilização do material do pavimento degradado.

Segundo WHITEOAK (apud LEITE, 1999), os componentes do CAP são:

- Saturados - Têm influência negativa na suscetibilidade térmica e podem amolecer o produto;
- Aromáticos - Agem como plastificantes, contribuindo para a melhoria das propriedades físicas;
- Resinas - Têm influência negativa na susceptibilidade térmica e contribuem para a melhoria da ductilidade e da dispersão dos asfaltenos;
- Asfaltenos - Contribuem para a melhoria da susceptibilidade térmica e aumento da viscosidade.

Para a incorporação de rejeitos radioativos os betumes podem ser de três tipos (IAEA, 1993a):

- Betumes destilados - Obtidos através da destilação de óleos crus;
- Betumes soprados ou oxidados - Obtidos através de tratamento com injeção de ar em temperatura entre 200 e 260 °C; e

- Betumes liquefeitos ou emulsificados - Obtidos através da adição de emulsificantes ao betume destilado.

Os mais utilizados para solidificação de rejeitos radioativos são os destilados e oxidados e a maior diferença na composição química entre eles é a alta fração de asfaltenos encontrada nos oxidados (IAEA, 1993a).

3.7. Estudos de imobilização de rejeitos em betume em diversos países

A pesquisa com a matriz de betume iniciou-se nos centros de pesquisa de Marcoule na França, onde o processo utilizado para incorporação de rejeito era a cimentação. Após vários anos de pesquisa algumas unidades de tratamento de rejeitos, utilizando o betume como matriz, foram instaladas. Semelhantes estudos foram feitos em Karlsruhe na Alemanha Ocidental e no Eurochemic na Bélgica (IAEA, 1993a). Os estudos compreenderam a seleção dos betumes, os desenvolvimentos de equipamentos e do processo, o estudo das propriedades dos produtos de rejeito e sua compatibilidade para disposição nos repositórios. Na Tabela 3.4 estão relacionados países que implantaram esta tecnologia para vários tipos de rejeitos radioativos. Os betumes utilizados foram os destilados e oxidados com penetrações variando de 10 a 66 (0,1 mm) e pontos de amolecimento de 38 a 90 °C (IAEA, 1993a).

O uso do betume foi restrito em alguns países devido ao baixo ponto de amolecimento, no caso dos betumes destilados, e à possibilidade da formação de chama em acidentes com a incorporação de nitratos provenientes de concentrado de evaporador em rejeitos de reprocessamento. Segundo ARAGÃO (1980), o produto final da betuminização queima, mas não é explosivo. A temperatura de combustão da mistura está acima de 350 °C. A partir de estudos sobre riscos presentes durante uma reação exotérmica entre o betume e os compostos oxigenados presentes no rejeito verificou-se que na ausência de íons amônia, os produtos começam a se decompor em temperaturas próximas a 290 °C, e esta temperatura não varia se os íons amônia estiverem na forma de nitrato, desde que não ultrapassem a 50% do peso dos sólidos secos a serem incorporados. A presença de íons nitrito também não afeta a estabilidade térmica dos produtos.

Ações corretivas foram estudadas e propostas para melhorar a segurança de sistemas de betuminização, especialmente a melhoria dos sistemas de aquecimento, a instrumentação das instalações, o controle do processo e as caracterizações do betume e do rejeito antes da incorporação. Procedimentos de operação foram implantados para evitar a ocorrência de incidentes (IAEA, 1993a).

Tabela 3.4 Utilização do processo de betuminização em diversos países

País	Sistema de tratamento	Tipo de rejeito	Observações
Alemanha	Extrusor-evaporador	Vários, incluindo rejeitos de usina	
Bélgica	Extrusor-evaporador e batelada	Rejeitos de usina	Incorporação de 30 - 40%. Aquecimento elétrico.
Brasil	Extrusor-evaporador	Rejeitos de usina (concentrados e resinas)	Usina Nuclear de Angra 2.
Canadá	Evaporador de filme	Lamas e resinas	
Coreia	Evaporador de filme		Sistema Piloto
Eslováquia	Evaporador de filme	Rejeitos de usina	Processo contínuo em batelada.
Finlândia	Misturador	Rejeitos de usina	
França	Extrusor-evaporador e evaporador de filme	Lamas e rejeitos de reprocessamento	35 - 45% de incorporação.
Índia	Evaporador de filme	Rejeitos de usina	
Japão	Extrusor-evaporador, misturador e evaporador de filme	Lamas e rejeitos de reprocessamento	6 usinas nucleares.
Suécia	Evaporador de filme	Rejeitos de usina (concentrados e resinas)	15 - 57% de incorporação em betumes destilados
Suíça	Extrusor-evaporador	Rejeitos de usina (concentrados e resinas)	Incorporação de 15 - 33%. 29 anos de operação contínua na Usina de Goesgen.

Fonte: IAEA, 1993a; IAEA, 1993b ; YIM, 1992; PETTERSONN, 2001

Na Alemanha os resultados de avaliação do processo de incorporação dos rejeitos em extrusor-evaporador desenvolvido pela empresa Werner & Pfleiderer (IAEA, 1993a) em betume indicaram:

- Redução de 5 a 20 vezes no volume dos rejeitos tratados armazenados em relação ao mesmo volume de rejeitos imobilizados em cimento;
- Operação segura do processamento dos rejeitos;
- Versatilidade do sistema, o qual pode processar diferentes tipos de rejeito, com a qualidade adequada para os produtos solidificados;
- Excelentes taxas de lixiviação em relação a outras matrizes; e
- Benefícios econômicos devido ao baixo custo de operação do sistema.

Além disso, os betumes são facilmente adquiridos no mercado a baixo custo e possuem boa estabilidade à radiação para incorporação dos rejeitos radioativos (DOYLE, 1978). Os tratamentos dos rejeitos podem ser feitos de forma bastante segura, pois a maioria dos sistemas podem ser inseridos em células blindadas, sendo as operações realizadas remotamente. Os custos adicionais de instalações destas células se justificam devido ao aumento da segurança para os operadores.

Ressalta-se a utilização contínua do processo de tratamento utilizando betume na Usina Nuclear de Goesgen na Suíça, desde o início da operação dessa instalação em 1979, para a incorporação de rejeitos radioativos - os concentrados de evaporador, as resinas de troca iônica e os filtros (MONTE, 2005).

Na Coreia foi realizado um amplo estudo para imobilização de rejeitos perigosos em betume, especialmente cinzas provenientes de incineradores e rejeitos industriais contendo metais pesados tirando proveito de uma das vantagens da matriz, que é a resistência à lixiviação (SHON, 1997).

3.7.1. Tipos de rejeitos imobilizados em betume

Os rejeitos líquidos de uma usina nuclear, após serem submetidos ao processo de evaporação, cujo objetivo é concentrar os sais presentes e a consequente redução de volume de líquido, são solidificados de forma a obter produtos monolíticos. Estes rejeitos são denominados concentrados de evaporador e possuem alta concentração de sais solúveis e baixo teor de sólidos em suspensão (PLECAS, 2006). Normalmente são mantidos aquecidos para

prevenir a cristalização. Além da evaporação, técnica utilizada na maioria das usinas nucleares, outras técnicas como osmose reversa, ultrafiltração e eletrodialise podem ser utilizadas para redução do volume de líquido de rejeito e concentração dos sais para torná-los adequados à solidificação (CARLEY, 1981).

Podem também ser incorporadas em betume as lamas, que são geradas quando o rejeito de baixa atividade é submetido ao tratamento químico ou à floculação para redução do volume de rejeito contaminado com radionuclídeos, (PETTERSSON, 2001). Para este tipo de tratamento do rejeito, antes da incorporação, são adicionados reagentes químicos como hidróxidos, ferrocianetos ou sulfatos e, por precipitação, os radionuclídeos são removidos do rejeito líquido.

Outro tipo de rejeito gerado em usinas nucleares são as resinas de troca iônica exauridas. Elas são utilizadas para purificação de água dos circuitos primários e secundários de reatores. O processo de troca iônica é muito eficiente para a transferência dos contaminantes de um grande volume de líquido para uma pequena quantidade de sólidos na forma de resinas exauridas (IAEA, 2002). Estas podem ser incorporadas em matrizes de betume ou cimento de forma a obter um produto de rejeito sólido, monolítico e com características adequadas para a disposição. Os cartuchos de filtros exauridos podem também ser imobilizados em matriz de betume após a secagem dos filtros.

3.7.2. Processo de betuminização para o condicionamento de rejeitos radioativos

Na década de 70 a utilização de betume como matriz para imobilização de rejeitos radioativos da indústria nuclear, de centros de pesquisa e aplicações que utilizavam radionuclídeos foi amplamente estudada e aplicada. Em alguns países muitos recursos foram aplicados para construção de sistemas de tratamento em escala industrial, entre eles a Alemanha, a Bélgica e a Suíça (IAEA, 1993a).

Para a utilização da matriz de betume para incorporar rejeitos vários aspectos devem ser considerados:

- A estocagem e as condições de transferência do betume puro;
- As condições operacionais do processo;

- A compatibilidade da matriz com o rejeito;
- Os requisitos de estocagem do produto final;
- As condições de estocagem e transporte dos embalados; e
- A disposição final do produto betuminizado.

O betume utilizado como matriz deve ser caracterizado quanto ao ponto de amolecimento, a penetração, a viscosidade, ao ponto de fulgor, a densidade e a análise termodiferencial, segundo normas internacionais da ASTM, do Deutsches Institut für Normung DIN (Alemanha) e da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT).

O processo de solidificação deve produzir produtos de rejeito com as seguintes características:

- Produtos de rejeito íntegros;
- Homogeneidade do produto; e
- Baixa permeabilidade e lixiviação.

Na incorporação de rejeitos radioativos a dose absorvida, ou seja, quantidade de energia absorvida por unidade de massa de betume, pode alcançar a 10^5 Gy ou 10^5 J.kg⁻¹. Devido à sua baixa condutividade térmica este valor não é alcançado, quando se incorporam rejeitos de baixa e média atividade provenientes de usinas nucleares. A radiação pode acarretar radiólise de hidrocarbonetos com produção de radicais gasosos, reações entre radicais, o rejeito e os componentes do betume e a oxidação do betume. Estudos realizados com fontes externas de ⁶⁰Co e ¹³⁷Cs concluíram que o betume pode ser usado satisfatoriamente para o tratamento de rejeitos se a dose de radiação absorvida não exceder a 10^7 Gy. Nesta faixa é conveniente utilizar como matriz um betume oxidado, que é mais resistente à radiação, segundo estudos realizados na França, Alemanha e Estados Unidos (ARAGÃO, 1980).

3.7.3. Equipamentos

O processo de betuminização de rejeitos consiste na incorporação homogênea do rejeito em matriz de betume, onde os sólidos permanecem no produto de rejeito, que é descarregado em embalagens adequadas. A fase líquida do rejeito, após condensação, é recolhida, analisada e descartada quando atender aos limites de liberação. Podem ser utilizados os processos de extrusão-
evaporação, evaporador de filme ou batelada (IAEA, 1993a).

Extrusão-Evaporação. O processo de extrusão-
evaporação é aplicável para o tratamento de diversos tipos de rejeitos como os concentrados de evaporador, as lamas provenientes do processo de precipitação e as resinas. Os componentes do sistema são o tanque de alimentação de rejeito, o tanque de betume, o extrusor com os dispositivos de entrada de betume e rejeito, os condensadores para recolhimento dos vapores e a estação de recolhimento do produto de rejeito. O sistema possui, normalmente, dois ou quatro parafusos horizontais, compostos de anéis com geometria projetada para misturar, homogeneizar e transportar o produto até o ponto de recolhimento. Em todo o sistema é requerido calor para manter baixa a viscosidade do betume e permitir a evaporação da água contida no rejeito. O processo de extrusão-
evaporação é usado especialmente para tratar grandes volumes de efluentes ou rejeitos de baixa e média atividades e com altos teores de sais solúveis e insolúveis. Na Figura 3.3 é mostrado um esquema do processo de extrusão-
evaporação e a Figura 3.4 apresenta em maiores detalhes o extrusor-
evaporador.

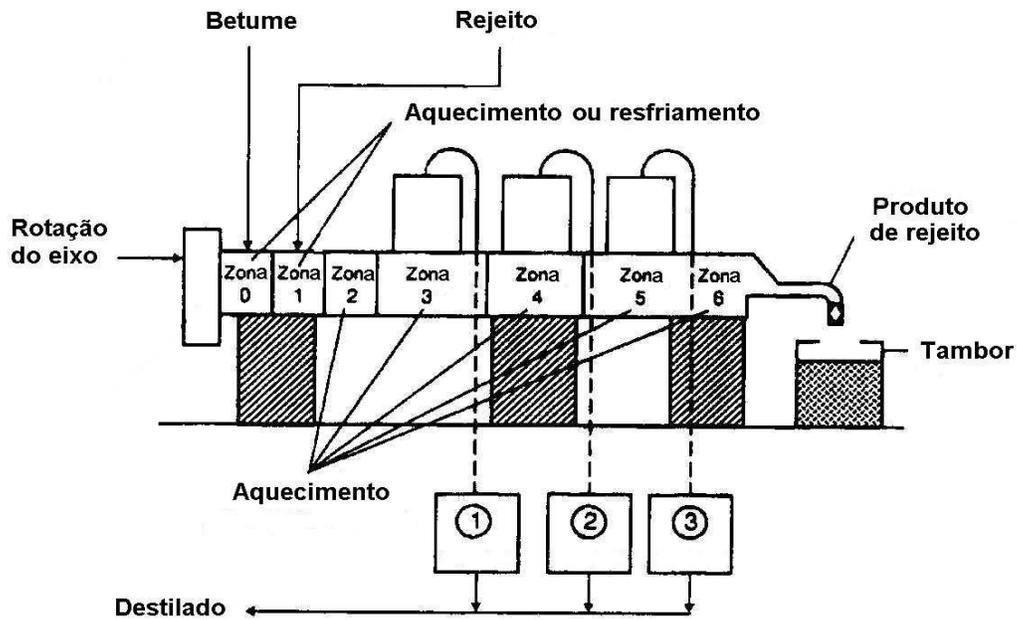


Figura 3.3 Esquema do processo de extrusão-evaporação, indicando os parâmetros de operação em uma instalação industrial (IAEA, 1993a)

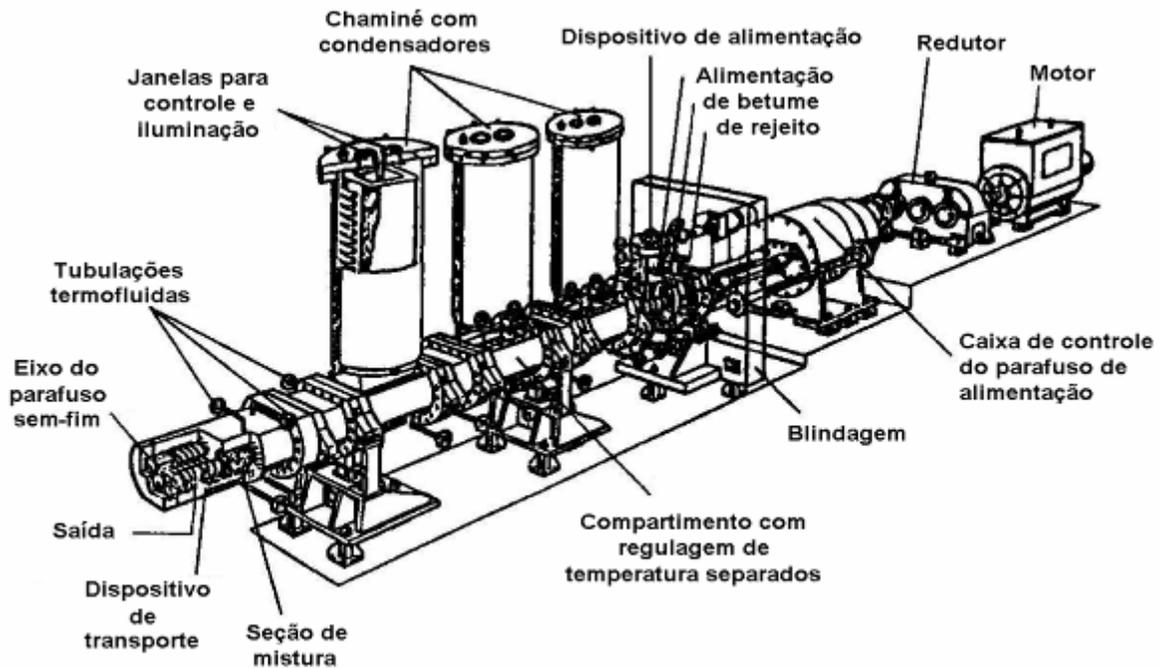


Figura 3.4 Equipamento para o processo de extrusão-evaporação (IAEA, 1993a)

Evaporador de filme. O evaporador de filme é um tipo de equipamento utilizado no processo alternativo de incorporação contínua de rejeitos em betume. Como no processo de extrusão-*evaporação*, podem ser tratados os concentrados de evaporador, as lamas de precipitação e as resinas de troca iônica exauridas, rejeitos provenientes das usinas nucleares. Os componentes do sistema são também os tanques de rejeito e de betume, os condensadores, a estação de enchimento dos tambores e o evaporador de filme. Este consiste de um cilindro vertical com toda a superfície aquecida de forma a permitir a *evaporação* da água contida no rejeito. Possui um sistema de pás rotatórias na parede interna do evaporador para que o rejeito e o betume entrem em contato e ocorra a incorporação. Para este processo o teor de sólidos no rejeito deve ser menor que 20% em massa, o que permite a incorporação homogênea do rejeito na matriz de betume (IAEA, 1993a). Na Figura 3.5 é apresentado um esquema do evaporador de filme, indicando os seus principais constituintes.

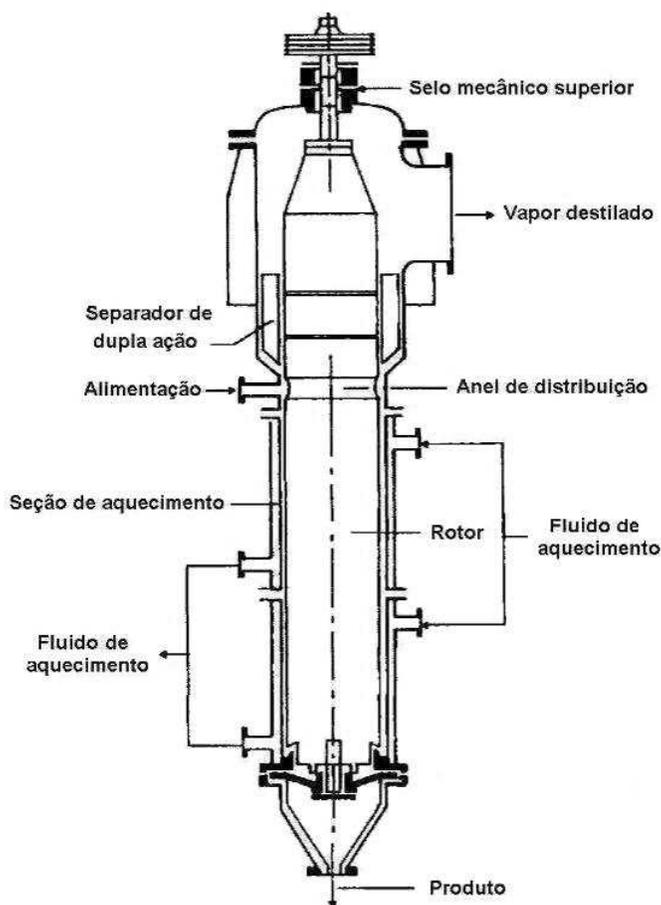


Figura 3.5 Evaporador de filme com seus principais constituintes (IAEA, 1993a)

Processo em Batelada. No processo em batelada o rejeito é continuamente misturado ao betume aquecido em temperatura de aproximadamente 200 °C. O reator de mistura também é aquecido. Os sais contidos no rejeito são misturados ao betume, enquanto a água é evaporada e a adição de rejeito é interrompida quando a concentração de rejeito pré-estabelecida é atingida. A agitação é mantida até a evaporação da água residual. A mistura obtida é descarregada em tambores ou embalagens apropriadas para armazenamento (IAEA, 1993a).

3.7.4. Critérios de aceitação dos produtos de rejeito

Os critérios gerais de aceitação de produto de rejeito, estabelecidos pelo órgão responsável pelo armazenamento dos rejeitos, compreendem os requisitos básicos de segurança para aceitação destes rejeitos para fins de destinação (armazenamento, recuperação, reutilização, reciclagem, tratamento, eliminação ou disposição). No Brasil, a Lei Federal 10.308 (BRASIL, 2001) estabelece a responsabilidade da CNEN pelo destino final dos rejeitos e veta o recebimento destes nas formas líquida ou gasosa nos depósitos finais. A Norma CNEN NN 6.09 define os critérios de aceitação dos rejeitos de baixo e médio níveis de radiação (CNEN, 2002).

Os produtos imobilizados em matrizes devem obedecer a estes critérios de aceitação. Eles devem estar baseados na avaliação de segurança do sistema de disposição como um todo, isto é, nas características do local, no projeto do repositório, bem como nas características dos produtos de rejeito e dos embalados. Devem também ser examinados do ponto de vista do isolamento provido pelo repositório para cada um dos diferentes tipos de rejeito durante a vida da instalação, incluindo as fases operacional e pós operacional. As instalações, que irão receber os produtos de rejeito, deverão também ser licenciadas por autoridades competentes (IAEA, 1993b).

Os parâmetros de aceitação devem ser compatíveis com o repositório selecionado e com o modelo de cálculo para análise de segurança. Devem também obedecer aos limites de segurança de modo a assegurar a proteção dos trabalhadores, da população e do meio ambiente. A necessidade de segurança

em longo prazo vem acarretando estudos mais detalhados quanto à garantia e ao controle da qualidade, principalmente na etapa de condicionamento dos rejeitos. Para a disposição de rejeitos é necessário não apenas a fixação de limites superiores para os inventários de radionuclídeos, mas também o estabelecimento de requisitos específicos quanto à integridade em longo prazo dos rejeitos armazenados.

3.8. Betuminização no Brasil

No Brasil, os primeiros trabalhos na área de incorporação de rejeitos em betume iniciaram-se no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN e foram feitas pesquisas somente em escala de laboratório (GROSCHÉ FILHO et al., 1987; 1997). Estes trabalhos experimentais foram realizados principalmente para estudos de lixiviação de produtos de rejeito obtidos com dois tipos de betume e resinas de troca-iônica carregadas com cézio em diferentes concentrações. A pesquisa apresentou resultados semelhantes para os coeficientes de difusão para os dois betumes estudados nas diversas concentrações de resina incorporada.

No CDTN/CNEN também a imobilização de rejeitos radioativos em diferentes matrizes de cimento, betume e polímeros tem sido um contínuo trabalho de P&D (GUZELLA et al., 2001a, 2006; TELLO et al., 2004; COTA et al., 2005, 2006, 2009). Têm sido avaliados materiais nacionais para incorporação de diferentes tipos de rejeitos bem como os produtos de rejeito gerados com a implantação de diferentes métodos de caracterização para as diferentes matrizes. Vários destes trabalhos de pesquisa e desenvolvimento tiveram suas aplicações dando suporte às usinas de Angra 1 e 2, otimizando os processos de tratamento, treinando os operadores das usinas e melhorando a qualidade dos produtos de rejeito. Estes permanecerão por longo período nos depósitos iniciais das usinas.

Um novo processo de incorporação de resinas de troca iônica em mistura de betume e borracha está sendo estudado em escala de laboratório. Trabalhos experimentais foram realizados no IPEN/CNEN, utilizando um forno de micro-

ondas como equipamento para a incorporação com temperatura de processo de aproximadamente 120 °C (CARATIN, 2007).

3.9. P& D em tratamento de rejeitos - Apoio a usinas nucleares

Entre as pesquisas realizadas no CDTN na área de imobilização em betume podem se destacar a busca de materiais nacionais, a implantação de ensaios de caracterização dos produtos de rejeito e a otimização dos parâmetros de processo.

Têm sido realizadas pesquisas visando à utilização de betumes nacionais como matriz para incorporação de rejeitos de usinas nucleares (AWWAL et al., 1994; GUZELLA et al., 1999, 2001b, 2005, 2007). A utilização de materiais nacionais visa tornar o país independente de importação, reduzir custos e incentivar pesquisas na área, na tentativa de melhoria contínua do processo.

Atualmente a Usina de Angra 2 imobiliza seus rejeitos com um betume nacional modificado pelo fabricante de forma a atender as especificações do sistema de tratamento da usina, sendo esta especificação feita pelo CDTN. No entanto, este produto não faz parte da linha comercial da empresa e por essa razão o interesse do estudo de um betume comercial de forma a reduzir os custos do tratamento de rejeitos, eliminando a dependência de um único fornecedor de betume para atender a usina nuclear brasileira de Angra 2.

A opção de utilização da mesma instalação de tratamento de rejeitos de Angra 2, que utiliza betume como matriz de incorporação, é uma das possibilidades que está em estudo para a Usina de Angra 3.

É apresentado a seguir um resumo dos trabalhos na área de betuminização de rejeitos radioativos realizados no CDTN:

Comparação de um betume nacional com o betume importado, inicialmente especificado para o sistema de betuminização industrial de Angra 2

Cerca de cem campanhas de incorporação de diferentes porcentagens de rejeito foram realizadas (CDTN, 2000, 2001, 2002). Os rejeitos estudados foram simulações dos concentrados de evaporador contendo boro e dos

concentrados de evaporador contendo detergente. Todos os ensaios para avaliação dos produtos foram também realizados no CDTN, incluindo os ensaios de resistência à lixiviação segundo a Norma 6.961 (ISO, 1982) com duração de um ano.

Avaliação dos produtos de rejeito obtidos no comissionamento do sistema de betuminização de Angra 2

Várias campanhas foram realizadas em Angra 2 com incorporação de diferentes porcentagens de rejeitos simulados no sistema de betuminização da usina. Os produtos de rejeito obtidos durante o comissionamento foram caracterizados e os ensaios de lixiviação realizados e avaliados (CDTN, 2002).

Caracterização dos produtos de rejeito obtidos nas duas campanhas de imobilização dos rejeitos radioativos gerados na Usina de Angra 2

Durante o processamento foram gerados embalados, consistindo de concentrado de evaporador betuminizado, acondicionados em tambores de 200 litros. Para a análise desse produto várias amostras foram retiradas durante a campanha de betuminização. Foram realizados e avaliados no CDTN os ensaios para determinação da penetração, ponto de amolecimento, ponto de fulgor, determinação do teor de água e os ensaios de lixiviação, que tiveram duração de um ano (CDTN, 2004, 2006).

Implantação dos ensaios de caracterização dos produtos de rejeito

Os ensaios para determinação da penetração, ponto de amolecimento, ponto de fulgor, determinação de água no produto de rejeito e os ensaios de lixiviação para a caracterização dos produtos de rejeito gerados no tratamento de rejeitos radioativos foram implantados em Angra 2 (CDTN, 2001).

3.10. Modelagem da lixiviação

A resistência à lixiviação é um importante parâmetro na análise do produto de rejeito, uma vez que ela mede a sua capacidade de retenção de

radionuclídeos, quando ele entra em contato com a água. A lixiviação é um fenômeno complexo governado por diferentes mecanismos, entre eles, a difusão, a partição e a dissolução, ou a combinação de dois ou mais mecanismos.

O método de longa duração proposto pela ISO 6.961 é utilizado para avaliar a lixiviação dos produtos betuminizados e cimentados (ISO, 1982). Esta norma estabelece entre outras, que a duração mínima do teste deve ser de um ano e que as amostras devem ser representativas do processo.

Para outros tipos de resíduos existem outras normas de lixiviação, como por exemplo, a NBR 10.005 (ABNT, 2004b).

3.10.1. Modelo Teórico

O modelo descrito visa estudar a estabilidade, sob o ponto de vista de lixiviação, de um radionuclídeo (^{137}Cs) incorporado em uma matriz de betume. FREEMAN (apud PIETROBON, 2004) cita a falta de estudos sobre o comportamento do produto solidificado, após longo tempo de exposição em termos de contaminação e/ou integridade. POON e CHEN (1999) estudaram a possibilidade de se utilizar o teste de lixiviação para simular o comportamento em longo prazo e em condições extremas de materiais contendo resíduos perigosos após solidificação/estabilização (S/E), e desenvolveram modelos matemáticos, determinando os coeficientes de difusão dos contaminantes. MAINGUY et al. (2000) analisaram a lixiviação em materiais contendo resíduos perigosos sob dois pontos de vista: experimental (caracterizado pelos graus de degradação e quantidades cumulativas de poluentes lixiviados em diferentes tempos) e matemático (modelo baseado nos balanços de massa das quantidades de poluentes na fase líquida). BATCHELOR (1990) levanta uma questão chave a ser respondida antes dos modelos serem aplicados ao problema que tem relação com a forma do resíduo: se o sólido permanece na forma monolítica, as taxas de lixiviação deverão ser menores do que se o material for fragmentado, aumentando assim a área de contato por onde os contaminantes poderão lixiviar.

Seja, por exemplo, a aplicação de um modelo de lixiviação à incorporação do céσιο em corpos de prova de betume com diferentes concentrações iniciais de

césio (C_1 , C_2 e C_3). Os testes de lixiviação deverão ser realizados de acordo com a Norma ISO 6.961 (ISO, 1982), com medidas de fluxos de contaminantes em diferentes instantes de tempo (t_1 , t_2 , t_3 e t_4).

Os testes aqui descritos são os de batelada e o lixiviado é então analisado para verificação do teor de contaminantes. O que se pretende são dados de concentração do contaminante no lixiviado em função do tempo para, a partir do modelo desenvolvido, estimar o parâmetro de transferência, no caso o coeficiente de difusão. O modelo aqui descrito é o de lixiviação por difusão, onde se assume que em um meio semi-infinito o contaminante é parcialmente imobilizado pelos agentes solidificadores e retido em uma matriz sólida. Outros mecanismos de lixiviação não são avaliados por este modelo. Então, o componente pode migrar através do sólido em alguma extensão por difusão. Se o processo é em regime estacionário e unidimensional, a 1ª lei de Fick pode ser aplicada, resultando, na equação (3.1):

$$F = -D \frac{dC}{dx} \quad (3.1)$$

onde: F é o fluxo de certo componente na seção, à distância x em um determinado tempo particular;

D é o coeficiente de difusão [$m^2 \cdot s^{-1}$];

C é a concentração [$kg \cdot m^{-3}$]; e

x é a distância [m].

A equação (3.1) é usada para descrever a difusão em uma direção (x) quando o gradiente de concentração não varia com o tempo. Na prática, $C = C(x, t)$, logo a equação (3.1) deve ser modificada para uma equação diferencial parcial (SHON, 1997) como:

$$F = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (3.2)$$

onde $D = D_e$ (coeficiente de difusão efetivo), pois envolve fatores complexos (a 1ª lei de Fick é usada para moléculas e, neste caso, tem-se um resíduo solidificado, envolvendo mais fatores complexos).

A influência do tempo na 1ª lei de Fick deve ser avaliada. No entanto, normalmente não existe uma relação funcional entre o fluxo e o tempo (t) de forma a obter balanços de materiais precisos para descrever a difusão do resíduo solidificado. Assume-se então que, após certo tempo t , após o início da difusão, existe uma seção de difusão à distância x com o fluxo $F(x)$ e outra seção na distância $(x + \Delta x)$ com o fluxo $F(x + \Delta x)$. Usando-se a 1ª lei de Fick, o fluxo em x torna-se:

$$F = -DA \frac{\partial C}{\partial x} \quad (3.3)$$

onde A é a área [m^2].

Quando $\Delta x \rightarrow 0$,

$$\frac{F(x + \Delta x) - F(x)}{\Delta x} \approx \frac{dF}{dx} \quad (3.4)$$

Uma vez que a difusão em y e z é também possível, a equação (3.4) torna-se:

$$\frac{F(x + \Delta x) - F(x)}{\Delta x} \approx \frac{\partial F}{\partial x} \quad (3.5)$$

ou

$$-[F(x + \Delta x) - F(x)] \approx -\frac{\partial F}{\partial x} \Delta x \quad (3.6)$$

onde: $-[F(x + \Delta x) - F(x)]$ é a taxa de imobilização, igual à taxa de variação de concentração multiplicada pelo volume da placa ($A \cdot \Delta x$) na seção entre x e $x + \Delta x$.

Consequentemente:

$$A\Delta x \frac{\partial C}{\partial t} = -\frac{\partial F}{\partial x} \Delta x \quad (3.7)$$

Substituindo-se F na Equação (3.3):

$$A\Delta x \frac{\partial C}{\partial t} = -\frac{\partial}{\partial x} \left(-DA \frac{\partial C}{\partial x} \right) \Delta x \quad (3.8)$$

ou, na forma da 2ª lei de Fick, com suposição de difusão unidimensional:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (3.9)$$

Com as condições de contorno:

$$C(x,0) = 0 \quad \text{e}$$

$$C(0,t) = C_0 ,$$

obtem-se a solução da Equação (3.9):

$$C(x,t) = \frac{1}{2} C_0 \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (3.10)$$

onde: C_0 é a concentração inicial em $[\text{kg.m}^{-3}]$ e

erfc é a função erro complementar de Gauss definida como:

$$\operatorname{erfc}(z) = 1 - \frac{2}{\pi^{1/2}} \int_0^z e^{-\eta^2} d\eta \quad (3.11)$$

Como a equação (3.10) não é conveniente para a caracterização da lixiviação de sólidos, é melhor obter a fração de contaminante lixiviado pela integração do perfil de concentração de todo o sólido:

$$\sum a_n = \frac{1}{L} \int_0^L (a_0 - a_n) dx \quad (3.12)$$

onde a_0 é a massa inicial do contaminante;

a_n é a massa do contaminante lixiviado em cada intervalo; e

L é a distância.

Considerando que no plano difusional, as concentrações em todos os pontos são iguais, o parâmetro D é o coeficiente difusivo efetivo D_e (considerado constante).

Substituindo L por V/S (onde V é volume do corpo de prova e S é a superfície exposta do corpo de prova ao lixiviante), tem-se:

$$\left(\frac{\sum a_n}{a_0}\right)\left(\frac{V}{S}\right) = 2\left(\frac{D_e}{\pi}\right)^{\frac{1}{2}} t^{-\frac{1}{2}} \quad (3.13)$$

Rearranjando-se esta equação obtém-se:

$$(J)\left(\frac{V}{S}\right) = \sum \frac{a_n}{\Delta t}\left(\frac{V}{S}\right) = 2a_0\left(\frac{D_e}{\pi}\right)^{\frac{1}{2}} t^{-\frac{1}{2}} \quad (3.14)$$

ou

$$J = \sum \frac{a_n}{\Delta t} = D_m t^{-\frac{1}{2}} \quad (3.15)$$

onde J é o fluxo do contaminante durante o período de lixiviação ($\text{ppm}\cdot\text{h}^{-1}$) e D_m é o coeficiente de difusão modificado (ppm / \sqrt{h}) (PIETROBON, 2004).

3.10.2. Aplicação do modelo - Metodologia

Para se aplicar o modelo teórico descrito, devem ser obtidos os fluxos do contaminante em vários períodos de lixiviação (t_1 , t_2 , t_3 e t_4), por exemplo, para várias concentrações iniciais do elemento estudado (Tabela 3.5).

Tabela 3.5 Apresentação do fluxo de contaminante para várias concentrações iniciais e períodos de lixiviação

Concentração inicial do contaminante	Fluxo de contaminante, J, em ppm.h ⁻¹			
	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄
C1				
C2				
C3				

Para se comprovar que a equação (3.15) pode ser utilizada para representar o processo de lixiviação avaliado, devem ser construídos gráficos de log (J) versus log (t). Se o coeficiente angular da reta ajustada para os dados experimentais pelo método dos mínimos quadrados estiver próximo de $-1/2$, o modelo será coerente e o modelo proposto será válido para o produto de rejeito avaliado. Este procedimento também é descrito por SLOOT et al. (1997).

Considerando que o mecanismo de lixiviação predominante é a difusão, o coeficiente angular da reta é denominado coeficiente de difusão modificado D_m .

Este modelo deduzido a partir das leis de Fick pode ser utilizado para descrever a lixiviação, um dos parâmetros fundamentais para a caracterização dos produtos de rejeito, quando o mecanismo é a difusão. O uso de modelos proporciona a redução do número de ensaios a ser realizados para as diversas campanhas de imobilização e também a redução do número de análises realizadas, do tempo e dos custos envolvidos.

3.10.3. Coeficiente de difusão obtido a partir do programa ALT desenvolvido para ensaios de lixiviação

Os mecanismos de lixiviação dos produtos de rejeito podem ser identificados por modelos matemáticos desenvolvidos para analisar dados experimentais dos ensaios de lixiviação. A difusão, um dos principais mecanismos de transporte de elementos incorporados no produto quando estes entram em contato com a água, também pode ser verificada utilizando os procedimentos descritos na Norma ASTM C1.308 (ASTM, 1995). Os corpos de prova de dimensões pré-estabelecidas selecionados para a verificação deste mecanismo,

são colocados em um volume de lixiviante calculado em função da área superficial exposta. As trocas de lixiviante são periódicas e todo o líquido é retirado e, a seguir, amostrado para determinação da concentração do elemento lixiviado estudado. De acordo com a norma, o teste deve ser realizado em um período de 11 dias, e através de um programa de computador, denominado ALT, serem colocados os resultados das análises para verificação do ajuste da curva ao modelo e a definição do mecanismo de transporte. Este é um ensaio acelerado, que permite verificar a aplicabilidade da norma para os produtos de rejeito obtidos com a matriz de betume e a determinação do coeficiente de difusão.

3.11. Planejamento estatístico de experimentos

A avaliação de diferentes processos e novos materiais, bem como a determinação de um conjunto de parâmetros de projeto, que influenciam significativamente o desempenho de um produto, são alguns exemplos de aplicações de técnicas de planejamento estatístico de experimentos (BARROS NETO et al., 2001; SILVEIRA, 2003).

Um experimento é um teste ou uma série de testes e a sua utilização aplica-se ao estudo do desempenho de um processo, produto ou sistema, os quais são fundamentais nas áreas de engenharia e pesquisa para a compreensão do funcionamento das partes individuais e de todo o conjunto. Experimento é, então, a realização de um projeto experimental nos quais são realizadas alterações predefinidas nas variáveis de entrada de um processo ou sistema, de forma que possam ser observadas e identificadas as causas das mudanças nas respostas (MONTGOMERY, 2001).

WERKEMA e AGUIAR (1996) definem também experimento como um procedimento no qual alterações propositais são feitas nas variáveis de entrada de um processo, de modo que se possam avaliar as possíveis alterações sofridas pela variável resposta, como também as razões destas alterações.

Entre os objetivos de um experimento planejado estão:

- A determinação das causas que mais influenciam o efeito de interesse do processo;

- A determinação das faixas dos valores para os itens de verificação associados aos fatores controláveis de modo a obter cada item de controle centrado no valor nominal almejado e com uma pequena variabilidade em torno deste valor; e
- A determinação das faixas dos valores para os itens de verificação associados aos fatores controláveis, as quais minimizam as ações dos fatores não controláveis sobre os itens de controle do processo (WERKEMA e AGUIAR, 1996).

Um projeto de processo ou de sistema em estudo pode ser representado por um modelo simplificado, representado na Figura 3.6.

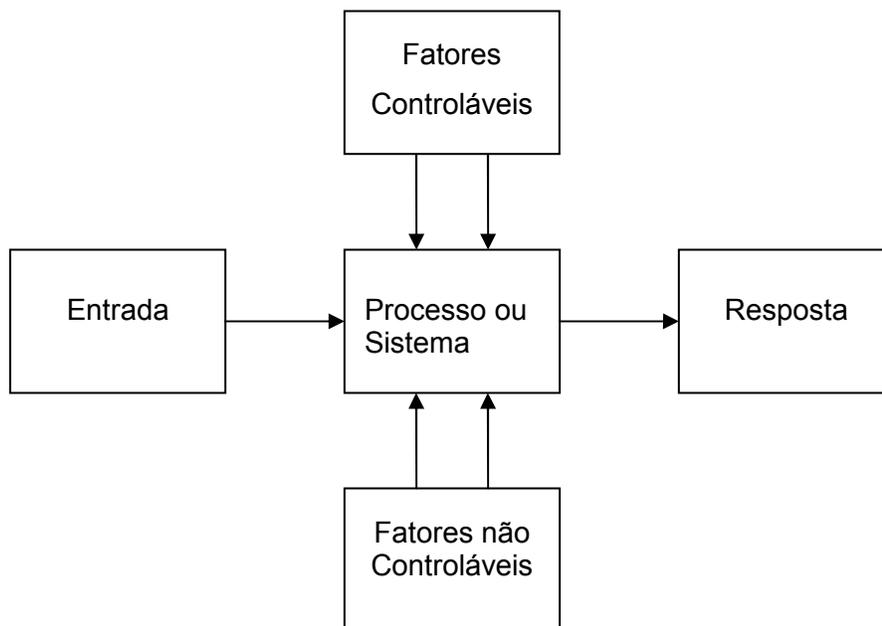


Figura 3.6 Modelo geral de um sistema ou processo (MONTGOMERY, 2001)

O planejamento estatístico de experimentos é uma forma eficiente de eliminar várias fontes de variabilidade e identificá-las, assegurando que o experimento forneça informações precisas sobre as respostas de interesse.

Em um planejamento experimental, a primeira etapa é determinar quais são os fatores e as respostas de influência para o sistema em estudo. Os fatores de entrada e os parâmetros de controle podem ter origem qualitativa ou quantitativa, podendo ter mais de uma resposta de interesse. É necessário que sejam definidos

os objetivos do experimento para a escolha de um planejamento adequado. As técnicas de planejamento estatístico de experimentos podem ser utilizadas nas diversas etapas do projeto e, após avaliação, podem ser propostas melhorias.

Em um sistema ou processo as entradas podem ser representadas por diversas combinações, como por exemplo, combinações de componentes, métodos, materiais, instrumentação, que geram uma ou mais respostas. Um sistema pode ser considerado como uma função ligando fatores (variáveis de entrada) às respostas (variáveis de saída). Algumas variáveis do sistema ou processo podem ser controláveis; outras, não controláveis, podem ter seus efeitos minimizados durante o experimento.

Para a utilização de técnicas experimentais podem ser utilizados três princípios básicos de experimentação que são:

- Repetição ou réplica, que consiste em repetir cada uma das combinações da matriz experimental sob as mesmas condições de experimentação;
- Aleatorização, que consiste na ordem em que os experimentos são ensaiados, para que sejam feitos de forma aleatória; e
- Blocagem, técnica que elimina o efeito de um ou mais fatores no resultado do experimento. Estes são realizados em condições mais homogêneas, podendo ter um maior controle do experimento, isto é, efeito dentro de cada bloco e maiores informações, uma vez que evidencia o efeito dos blocos (efeito entre blocos).

Segundo MONTGOMERY e CARPINETTI (apud SILVEIRA, 2003) o procedimento para o planejamento e para a análise dos resultados deve considerar o reconhecimento e formulação do problema, a escolha dos fatores e níveis, as seleções da variáveis resposta e dos fatores de controle experimental e a condução do experimento.

Através da análise dos resultados dos experimentos pode ser realizado o cálculo dos efeitos principais e das interações dos efeitos entre os fatores. Deve ser utilizada a análise da variância para verificar se estes efeitos são de fato significativos usando, por exemplo, o planejamento fatorial de experimentos (BARROS NETO et al., 1995, 2001).

Para executar um planejamento fatorial, devem ser especificados os níveis em que cada fator deve ser estudado, isto é, os valores dos fatores que se usam para realizar os experimentos. Para um planejamento fatorial completo devem-se realizar experimentos em todas as possíveis combinações dos níveis dos fatores. Cada um desses experimentos, em que o sistema é submetido a um conjunto de níveis definido, é um ensaio. Em geral, se houver n^1 níveis do fator 1, n^2 níveis do fator 2, e n^k níveis do fator k, o planejamento de experimentos será um fatorial $n^1 \times n^2 \times \dots \times n^k$. Isto não significa que só serão realizados os $n^1 \times n^2 \times \dots \times n^k$ experimentos. Este é o número mínimo necessário para um planejamento fatorial completo. Para se estimar o erro experimental a partir de ensaios repetidos é necessária a realização de um maior número de experimentos.

Para estudar o efeito de qualquer fator sobre uma dada resposta, precisa-se variar de nível e observar o resultado que essa variação produz sobre a resposta. Para isto, precisa-se ter o fator em pelo menos dois níveis diferentes. Portanto o planejamento mais simples é aquele em que todos os fatores são estudados em dois níveis.

Para k fatores, isto é, k variáveis controladas pelo experimentador, um planejamento completo de dois níveis exige a realização de $2 \times 2 \times \dots \times 2 = 2^k$ ensaios diferentes, sendo por isso chamado de planejamento fatorial 2^k (BARROS NETO et al., 2001).

Para o conhecimento de um processo, pode-se iniciar com um planejamento 2^2 , que consiste da realização de quatro ensaios e com o registro das respostas observadas. A matriz de planejamento é apresentada na Tabela 3.6. O símbolo + significa o nível superior e o símbolo – o nível inferior.

Se os ensaios são feitos em duplicata, pode-se estimar o erro experimental associado à determinação de uma resposta individual. A extensão desse erro será importante para a decisão da existência de efeitos estatisticamente significativos dos fatores sobre a resposta.

Tabela 3.6 Matriz de planejamento fatorial 2^2 com repetição

Ensaio	Fator 1	Fator 2	Resposta 1	Resposta 2	Média
1	+	-			\bar{y}_1
2	-	-			\bar{y}_2
3	-	+			\bar{y}_3
4	+	+			\bar{y}_4

O efeito principal do fator 1 é por definição a média dos efeitos do fator 1 nos dois níveis do fator 2. Usando a letra T para representar esse efeito, e sendo \bar{y}_i a resposta média observada do i-ésimo ensaio, pode-se escrever:

$$T = \frac{1}{2} [(\bar{y}_2 - \bar{y}_1) + (\bar{y}_4 - \bar{y}_3)] \quad (3.16)$$

A equação acima pode ser reescrita como a diferença entre duas médias.

$$T = \frac{1}{2} (\bar{y}_2 + \bar{y}_4) - \frac{1}{2} (\bar{y}_1 + \bar{y}_3) \quad (3.17)$$

Como y_2 e y_4 pertencem ao nível (+) e y_1 e y_3 pertencem ao nível (-) do fator 1, o efeito principal T é a diferença entre a resposta média no nível superior e a resposta média no nível inferior desse fator.

$$T = (\bar{y}_+) - (\bar{y}_-) \quad (3.18)$$

Essa expressão vale para qualquer efeito principal em um planejamento fatorial de dois níveis e pode ser considerada como uma definição alternativa de efeito principal.

Para o fator 2, o nível superior corresponde aos ensaios 3 e 4 e o inferior aos ensaios 1 e 2. O efeito principal do fator 2, denominado C, será de acordo com a equação (3.19).

$$C = (\bar{y}_+) - (\bar{y}_-) = \frac{1}{2} (\bar{y}_3 + \bar{y}_4) - \frac{1}{2} (\bar{y}_1 + \bar{y}_2) \quad (3.19)$$

Quando os valores de T e C diferem há interação entre os efeitos, que é calculado segundo a equação:

$$TC = \frac{1}{2} (\bar{y}_4 - \bar{y}_3) - \frac{1}{2} (\bar{y}_2 + \bar{y}_1)$$

$$TC = \frac{1}{2} (\bar{y}_1 + \bar{y}_4) - \frac{1}{2} (\bar{y}_2 + \bar{y}_3) \quad (3.20)$$

Pelas equações (3.16), (3.19) e (3.20) pode-se observar que tanto os efeitos principais quanto o efeito da interação são calculados utilizando-se todas as respostas observadas. Cada um dos efeitos é a diferença de duas médias. Não há informações ociosas no planejamento e esta é uma das importantes características dos planejamentos fatoriais em dois níveis.

O comportamento do processo estudado, na região experimental investigada, pode ser descrito por modelos empíricos com base na evidência experimental, que são modelos locais. Sua utilização para fazer previsões desconhecidas corre por conta e risco do usuário (BARROS NETO et al., 2001).

O método mais usado para se avaliar estatisticamente a qualidade do ajuste de um modelo é a Análise da Variância (ANOVA - analysis of variance). É um modelo que se inicia com uma decomposição algébrica dos desvios das respostas observadas em relação à resposta média global. O desvio de uma resposta individual em relação à média de todas as respostas observadas ($y_i - \bar{y}$) pode ser decomposto em duas parcelas:

$$(y_i - \bar{y}) = (\hat{y}_i - \bar{y}) + (y_i - \hat{y}_i) \quad (3.21)$$

A primeira parcela representa o desvio da previsão feita pelo modelo para o ponto em questão, \hat{y}_i , em relação à média global \bar{y} .

A segunda parcela é a diferença entre o valor observado e o valor previsto e em um modelo bem ajustado essa segunda diferença deve ser pequena. Isto equivale dizer, em termos da equação (3.21) que o desvio ($y_i - \bar{y}$) deve ser aproximadamente igual ao desvio ($\hat{y}_i - \bar{y}$). Dizer que os desvios dos valores previstos pelo modelo são semelhantes aos desvios dos valores observados,

ambos em relação à média, é dizer que as previsões estão em boa concordância com as observações, conforme mostrado na Figura 3.7.

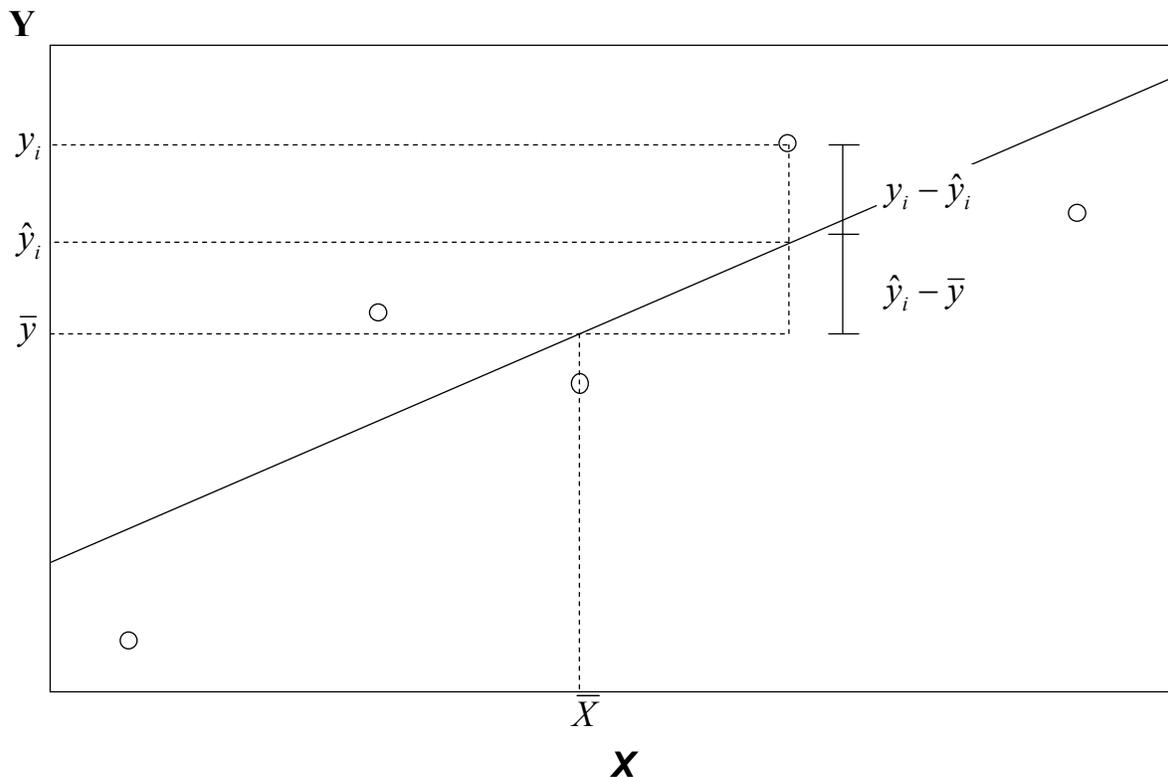


Figura 3.7 Decomposição do desvio de uma observação em relação à média global $(y_i - \bar{y})$ na soma das parcelas $(y_i - \hat{y}_i)$ e $(\hat{y}_i - \bar{y})$ adaptado de (BARROS NETO, 2001)

A comparação dos desvios deve ser expressa em termos quantitativos. Quando se elevam os termos da Eq. (3.21) ao quadrado e é feito o somatório de todos os pontos são obtidas as somas quadráticas SQ:

$$SQ_{T+} = SQ_{Regressão} + SQ_{Resíduos} \quad (3.22)$$

significando que uma parte da variação total das observações y_i em torno da média \bar{y} é descrita pela equação de regressão, e o restante fica por conta dos resíduos. Quanto maior for a fração descrita pela regressão melhor será o ajuste do modelo. Quando R^2 , coeficiente de correlação do modelo, for igual à unidade, não há resíduo e toda a variação em torno da média é explicada pela regressão.

Quanto mais próximo da unidade estiver este coeficiente, melhor terá sido o ajuste do modelo às respostas observadas.

Os efeitos das variáveis críticas e suas interações através de métodos de Análise da Variância podem ser quantificados, com o auxílio de programas de computador disponíveis específicos para planejamento de experimentos como, por exemplo, o programa “FATORIAL[®]” (BARROS NETO et al.,1995) e também a planilha eletrônica Microsoft[®] EXCEL para os cálculos da variáveis resposta estudadas.

3.12. Ciência e Engenharia dos Materiais

Historicamente o avanço da sociedade está ligado à habilidade de produzir e manipular materiais, sendo os primeiros materiais disponíveis para os seres humanos, a pedra, a madeira, a argila e as peles. Outros materiais foram sendo produzidos ao longo do tempo como a cerâmica e os metais até os nanomateriais dos dias atuais com propriedades avançadas.

Nos últimos 60 anos, a compreensão entre a relação de estrutura dos materiais e suas propriedades está bem desenvolvida, bem como a capacidade de moldar materiais com as características desejadas.

A base de todos os conhecimentos teóricos e experimentais nesta área de materiais passou a ser chamada de Ciência e Engenharia dos Materiais. (SCHVARTZMAN, 1999). Neste contexto, a Ciência estuda as relações entre a estrutura e as propriedades dos materiais e a Engenharia, com base na relação *estrutura x propriedade*, projeta estruturas de materiais com o objetivo de obter um conjunto de propriedades específicas (VASCONCELOS, 1997).

Um dos principais objetivos da Ciência e Engenharia dos Materiais é o desenvolvimento e a fabricação econômica de materiais, sejam eles metálicos, cerâmicos, poliméricos, compósitos, biológicos, etc., com o desempenho adequado para as aplicações que se destinam. Para realizar esta tarefa, é necessário prever as propriedades destes materiais, projetar as rotas de processamento físico e químico e controlar sua fabricação e qualidade (Figura 3.8)

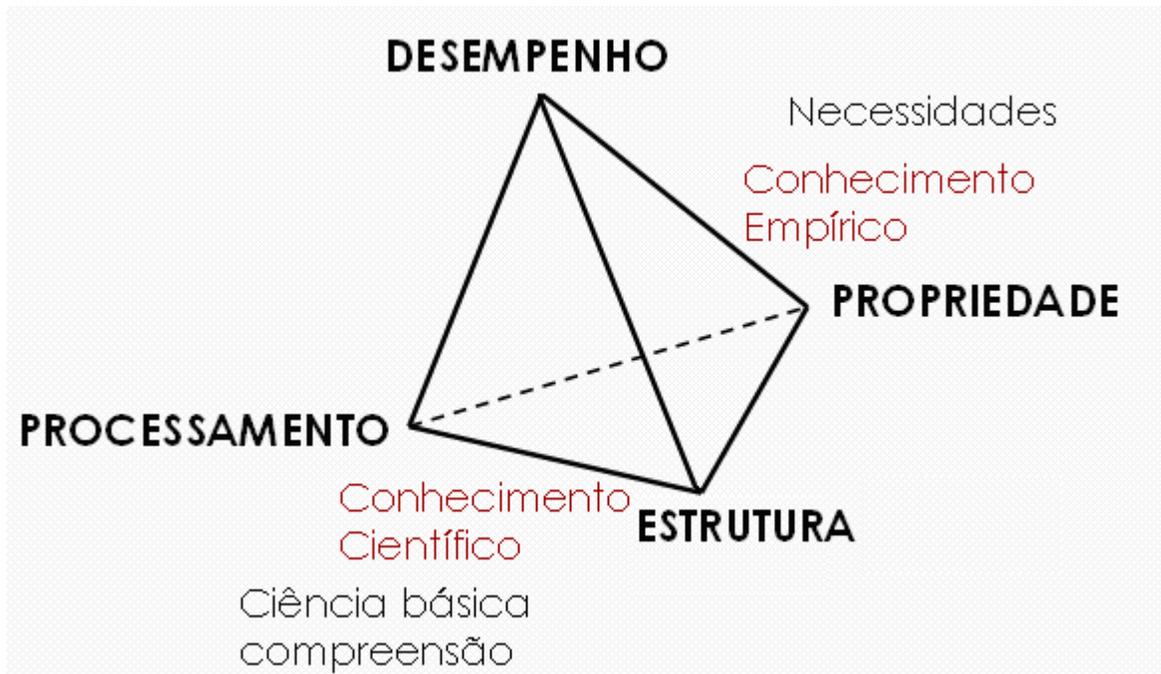


Figura 3.8 Inter-relação entre processamento, estrutura, propriedade e desempenho, conforme enfoque da C. e Eng. dos Materiais (MANO, 2005)

Nota-se que para estabelecer uma relação entre as propriedades requeridas e as condições de processamento, além das relações *estrutura x propriedades*, tradicionalmente estudadas são necessárias relações intermediárias do tipo *processamento x estrutura*, que inclui a estrutura do arranjo atômico, a nanoestrutura, a microestrutura e a macroestrutura.

De uma maneira geral, a previsão e controle da evolução estrutural e, conseqüentemente, das propriedades dos materiais é feita com base no conhecimento e experiência dos profissionais envolvidos, o que torna a previsão e os métodos utilizados para controlar a produção e os experimentos bastante dependentes das habilidades individuais, além de serem muitas vezes demoradas e com grande dispêndio de recursos (VASCONCELOS, 1997).

Entre o conjunto de materiais escolhe-se o mais adequado para uma determinada aplicação. A estrutura está relacionada ao arranjo dos componentes internos enquanto as propriedades são as respostas do material a um estímulo.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a definição dos materiais e métodos para o desenvolvimento deste trabalho foi utilizado o enfoque geral da Ciência e Engenharia de Materiais, conforme ilustrado na Figura 3.8, adaptado para o desenvolvimento do processo de incorporação de rejeitos de baixa e média atividade provenientes de usinas nucleares, utilizando betumes nacionais como matrizes. A partir desta abordagem pode-se afirmar que, para o desenvolvimento de materiais com o desempenho adequado para as aplicações a que se destinam, torna-se necessário estabelecer suas propriedades, prever as estruturas em todos os níveis (estrutura de arranjo atômico, microestrutura, etc.) que definem estas propriedades, projetar as rotas de processamento físico e químico e controlar sua fabricação e qualidade. A obtenção de relações como, por exemplo, *processamento x estrutura*, *estrutura x propriedade*, *processamento x propriedade* ou *processamento x estrutura x propriedade* é o caminho adotado para a definição de diferentes processamentos, principalmente quando se lidam com parâmetros de difícil previsão, como, por exemplo, a taxa de lixiviação, que demanda muito tempo para ser avaliada experimentalmente.

Conforme ilustrado na Figura 4.1, para se obter o produto de rejeito adequado para a aplicação específica de incorporação de rejeito em betume, estes materiais devem atender às especificações em termos de algumas propriedades como, por exemplo, ponto de amolecimento, ponto de fulgor e penetração para que possa ser realizada a incorporação do rejeito definido. Para que o produto de rejeito tenha as propriedades adequadas como, por exemplo, uma baixa taxa de lixiviação, suas características estruturais devem ser estabelecidas em termos de concentração de rejeito incorporado, teor de sólidos no rejeito, teor de água, porosidade e densidade, entre outras.

O processamento adequado deve se iniciar pela seleção do betume a ser utilizado (betume nacional) e do rejeito a ser incorporado (rejeito simulado de baixa e média atividade de uma usina nuclear). O sistema para a betuminização e seus parâmetros de operação, entre eles, o perfil de temperatura para o tipo de rejeito incorporado, a vazão de betume e a vazão de rejeito também devem ser

definidos para otimização do processo. Devem ser planejados experimentos para o desenvolvimento eficiente do processo e obtidas relações e modelos para melhor utilização dos dados experimentais e minimização dos experimentos através de previsões subsequentes (por exemplo, relações de propriedades com o tipo de betume e concentração de rejeitos incorporados).

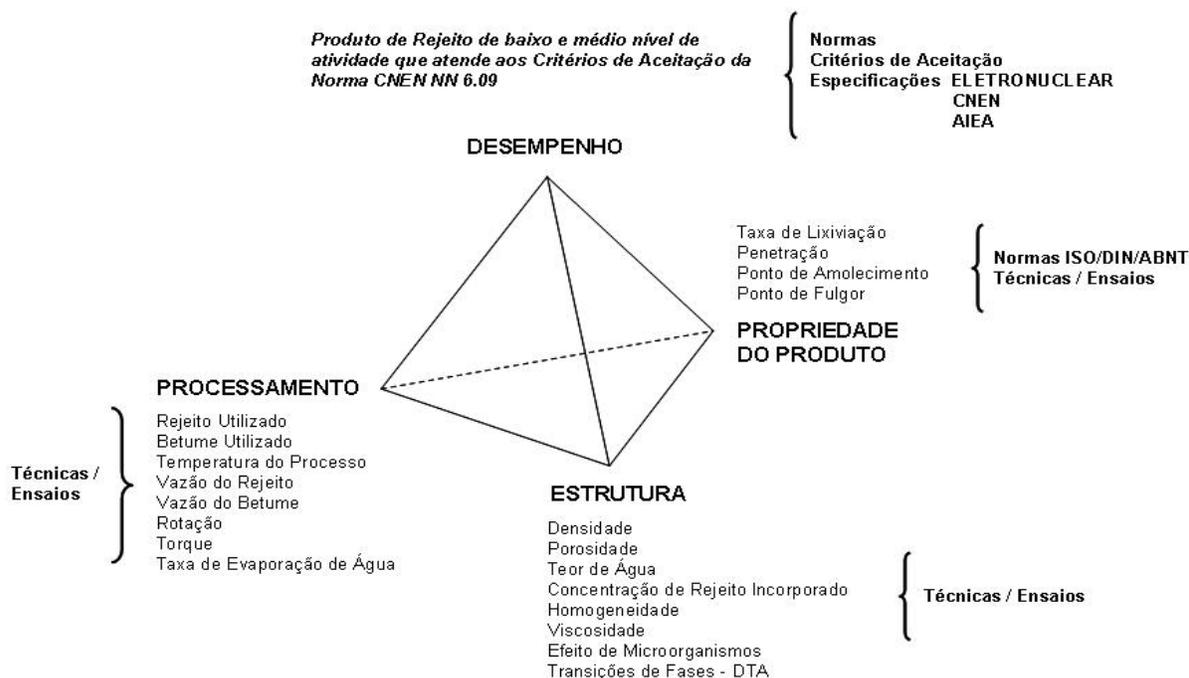


Figura 4.1 Ilustração do enfoque de Ciência e Engenharia de Materiais utilizado para o desenvolvimento do trabalho

A partir desta visão de Ciência e Engenharia de Materiais foram definidas as etapas para desenvolvimento do trabalho (Figura 4.2). Os principais procedimentos e equipamentos utilizados para a realização destas etapas são descritas a seguir.

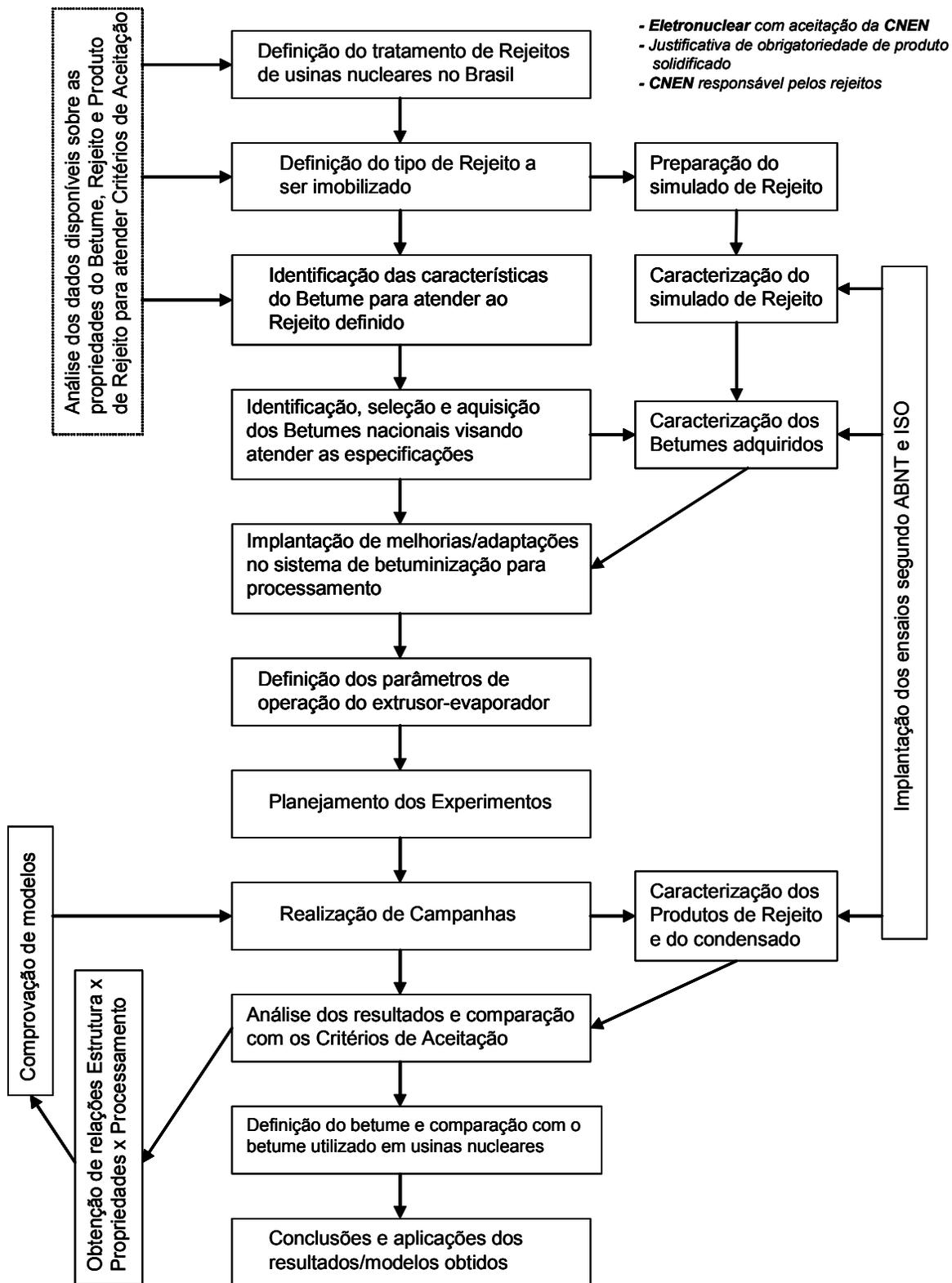


Figura 4.2 Etapas adotadas para o desenvolvimento do trabalho

4.1. Preparo de soluções que simulam os rejeitos

Inicialmente foi definido o tipo de rejeito a ser incorporado, bem como sua composição química. Esta composição para simulação do rejeito de usinas nucleares a ser imobilizado foi definida a partir de estudos das composições dos rejeitos de várias usinas nucleares em operação no mundo, incluindo dados de Angra 2, obtidos na ELETRONUCLEAR (MONTE, 2005). Devido a diferentes períodos de entrada em operação de diferentes tipos de usinas, estes dados não são facilmente disponíveis na literatura.

O rejeito selecionado foi o concentrado de evaporador, pois representa o maior volume de rejeito líquido gerado em usinas nucleares (CNEN, 2008). Para cada uma das bateladas de incorporação de rejeitos em betume, o rejeito foi preparado de acordo com as especificações e todos os dados referentes ao preparo foram colocados em planilhas, conforme mostrado no Anexo 2. Entre os dados utilizados estão a massa da solução preparada, o pH da água, a massa de cada reagente adicionado à água para simular o rejeito, a temperatura ambiente e a massa de reagente adicionado (NaOH) para acerto de pH da solução, que deve estar entre 6,9 e 7,1 (MONTE, 2005).

Os reagentes utilizados para a preparação da solução de rejeito simulado foram ácido bórico (H_3BO_3), cloreto de sódio (NaCl), sal dissódico de etileno diamino tetra acético (Na_2 -EDTA.2 H_2O), sulfato de sódio (Na_2SO_4), fosfato ácido dissódico ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$), carbonato de cálcio ($CaCO_3$) e cloreto de célio (CsCl). Após o preparo da solução foram determinadas a densidade e a porcentagem de sólidos da solução, dados importantes para o cálculo da porcentagem de rejeito a ser incorporado na matriz de betume.

Estes dados, arquivados para todas as soluções preparadas para todas as campanhas realizadas, visam garantir o mesmo procedimento de preparo e também a confiabilidade e rastreabilidade de dados.

4.2. Aquisição de betumes nacionais

Em seguida, buscaram-se no mercado nacional betumes que atendessem aos parâmetros especificados por normas internacionais para sistemas de tratamento dos rejeitos de usinas nucleares. pelo fabricante do sistema de betuminização e por trabalhos de pesquisa (IAEA, 1993a). A especificação definida para o processo em países europeus é mostrada na Tabela 4.1. No Brasil, não é encontrado comercialmente nenhum betume com esta especificação, especialmente quanto ao ponto de amolecimento e à penetração, propriedades importantes a serem consideradas tanto para o betume quanto para o produto de rejeito.

Para incorporação de rejeitos radioativos podem ser usados os tipos de betume destilado, oxidado ou liquefeito, desde que atendam às especificações do sistema utilizado. No Brasil o processo de incorporação utilizado pela ELETRONUCLEAR é a extrusão-evaporação e o betume adequado para a incorporação de rejeitos é o oxidado, modificado para atender as especificações da Norma 1.995 (DIN, 2005), descritas na Tabela 4.1.

Para este trabalho, dois betumes nacionais foram estudados, denominados tipo A e tipo B. O tipo B tem ponto de amolecimento na faixa de 90 °C, acima da faixa especificada. Entretanto este betume atende às especificações de viscosidade que deve ser inferior a 1.580 cP (1,58 Pa.s) para temperaturas entre 150 e 160 °C e possui ampla utilização no mercado nacional para diferentes fins, sendo portanto disponível comercialmente. O outro betume estudado, tipo A, atende ao critério de viscosidade e também aos critérios de penetração e amolecimento, propriedades estas obtidas pela oxidação de um cimento asfáltico de petróleo produzido por uma empresa do Brasil.

Tabela 4.1 Especificações do betume para incorporação de rejeitos radioativos (DIN, 2005 e CDTN, 2000)

Ensaio	Especificação (DIN 1995)
Ponto de amolecimento (°C)	67 -72
Penetração (1/10) mm	10 -20
Teor de cinzas (%)	max. 0,5
Ponto de fulgor ⁽¹⁾ (°C)	min. 290
Densidade a 25 °C (g.cm ⁻³)	1,03 - 1,06
Ductibilidade a 25 °C (cm)	min. 5
Perda por aquecimento (%) 163 °C/ 5h	max. 1
Viscosidade ⁽¹⁾ (cSt)	1.580

⁽¹⁾ Características adicionais especificadas pela ELETRONUCLEAR

4.3. Processo de incorporação dos rejeitos

O processo de betuminização de rejeito consiste na incorporação homogênea deste em matriz de betume, onde os sólidos permanecem no produto de rejeito, que é recolhido em embalagens adequadas. A homogeneidade depende da intensidade e duração da mistura (tempo de residência), da razão entre o rejeito e o betume, do tipo de rejeito, da taxa de evaporação de água, da presença de emulsificantes, do equipamento de betuminização, do tipo de betume e da temperatura do processo (IAEA, 1993b). O líquido, após condensação, é recolhido, analisado e liberado.

Para a incorporação do rejeito utilizou-se uma instalação piloto, de processo contínuo, que consiste de um extrusor-evaporador semelhante àquele utilizado na Usina Nuclear de Angra 2. A instalação disponível no CDTN tem capacidade de produção de 1 kg.h⁻¹ e de evaporação de 3 a 4 kg.h⁻¹. As incorporações ocorrem na faixa de temperatura de 100 – 170 °C e todas as linhas do sistema são aquecidas por banhos termostáticos de óleo de forma a manter o betume fluido, bem como a vazão constante. A porcentagem de rejeito

incorporada normalmente em betume varia de 25 a 45 % em massa (IAEA, 1993a).

As temperaturas de operação nas zonas de aquecimento do extrusor são ajustadas para 150 °C (zona 2), 160 °C (zona 3) e 170 °C (zona 4 e 5). A temperatura do betume no tanque ajustada para 170 °C. As zonas 1 a 5 referem-se à alimentação simultânea de betume e rejeito, ao processamento, que inclui a mistura, homogeneização, trituração e transporte e a saída de produto. Este perfil de temperatura é similar àquele utilizado em unidades de tratamento de rejeitos em usinas nucleares que utilizam betume (KKW, 1980).

Os produtos de rejeito são recolhidos em embalagens de alumínio e o condensado é recolhido em balões volumétrico e analisado para controle do processo. O fluxograma do processo está apresentado na Figura 4.3 e a instalação piloto é mostrada na Figura 4.4.

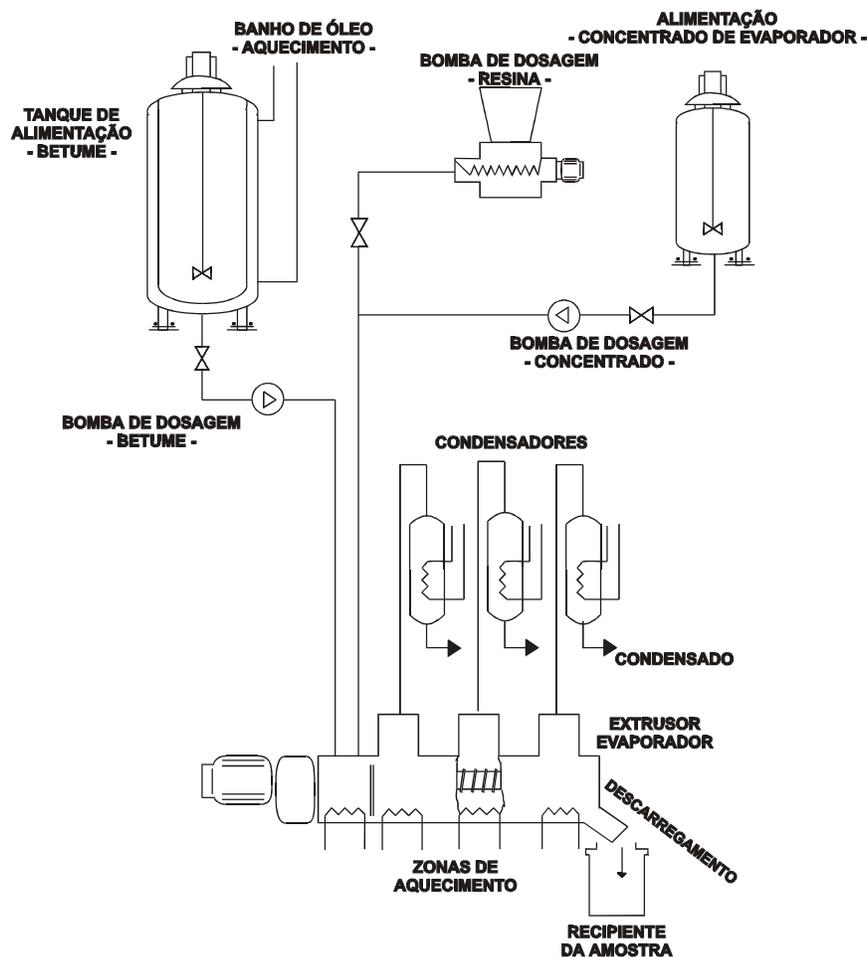


Figura 4.3 Fluxograma do processo de betuminização (GUZELLA et al., 2001b)



Figura 4.4 Sistema de betuminização piloto instalado no CDTN

4.4. Equipamentos utilizados

Os equipamentos da instalação de betuminização e os materiais utilizados no desenvolvimento desta pesquisa são descritos a seguir.

4.4.1. Componentes da instalação piloto

Extrusor-evaporador. É o principal equipamento do sistema e foi construído na Alemanha pela empresa Werner & Pfleiderer (Figura 4.5). É composto de motor, redutor e de dois parafusos desenvolvidos para proporcionar mistura, moagem e transporte do rejeito e do betume, conforme detalhe mostrado na Figura 4.6. Possui cinco zonas de aquecimento responsáveis pela evaporação da parte líquida do rejeito e da manutenção da temperatura do betume. Após a condensação, o líquido é recolhido em balões volumétricos, que são resfriados com água. O produto de rejeito é recolhido em embalagens como mostrado na Figura 4.7.



Figura 4.5 Extrusor-evaporador piloto do CDTN

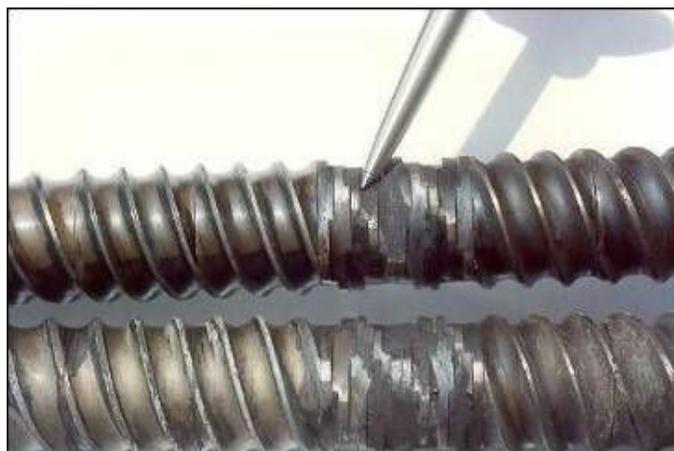


Figura 4.6 Detalhe do duplo parafuso do extrusor



Figura 4.7 Sistema de recolhimento do produto de rejeito

Banhos termostáticos. São três equipamentos da marca HAAKE que utilizam como fluido de aquecimento o óleo Thermia E da marca Shell com volume aproximado de 25 litros. Os banhos podem ser utilizados para aquecimento de fluidos até a temperatura de 350 °C. São utilizados para aquecimento das zonas 2, 3, 4 e 5 do extrusor e estão mostrados na Figura 4.8. O banho que aquece o tanque de betume é da marca LAUDA, modelo LHT 350S, capacidade aproximada de 30 litros e pode também ser utilizado para aquecimento de fluidos até a temperatura de 350 °C (Figuras 4.9 e 4.10). Ambos possuem dispositivo de segurança, onde são ajustadas as temperaturas de operação desejadas, evitando atingir temperaturas de aquecimento acima dos valores especificados.



Figura 4.8 Banhos termostáticos para as linhas de aquecimento do extrusor



Figura 4.9 Banho termostático para linha de aquecimento do betume



Figura 4.10 Banho termostático para tanque de betume - vista frontal

Bomba de betume. Tem capacidade de 230 a 1000 g.h⁻¹. A faixa de vazão deve ser mantida constante durante todo o período da campanha de incorporação de modo a manter a porcentagem de rejeito incorporado também constante (Figura 4.11).

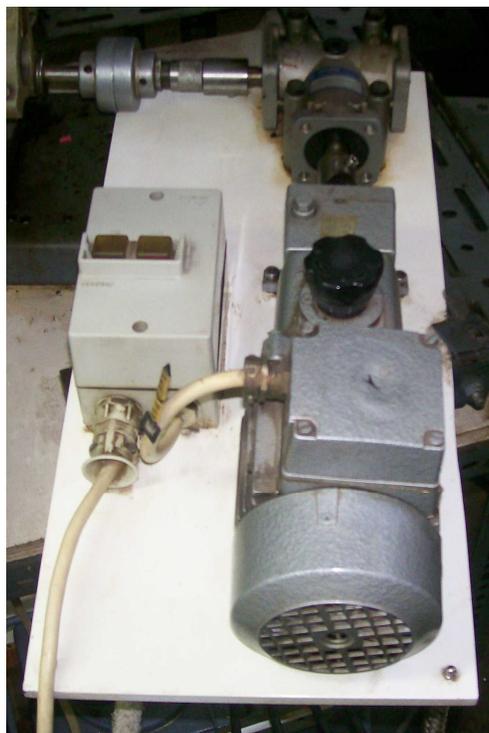


Figura 4.11 Bomba dosadora de betume

Bomba de precisão para dosagem de concentrado. É da marca B. Braun Melsungen e pode bombear soluções em temperatura até 80 °C, com viscosidade máxima de 1000 cSt com precisão de 100 mL.min⁻¹ (Figura 4.12).



Figura 4.12 Bomba dosadora de rejeito e recipiente do rejeito

Tanque de rejeito. Foi construído em vidro com espessura de 1,5 cm, diâmetro de 30 cm e altura de 46 cm, capacidade de 32,5 L. É mantido sobre uma chapa de aquecimento, convencional com controle de temperatura. Neste recipiente foi adaptado um termômetro para monitorar a temperatura do rejeito. Em algumas campanhas este tanque foi substituído por um béquer de 4 L.

Tanque de betume. Possui um misturador contendo dispositivo de segurança para evitar que o betume seja agitado em temperatura inferior à desejada para o processo de incorporação do rejeito. O agitador e o tanque de betume são mostrados na Figura 4.13. A capacidade do tanque é de 30 kg de betume.



Figura 4.13 Tanque de betume com misturador-agitador

Painel de controle. É utilizado para comando de todos os equipamentos e indicações da rotação e torque do extrusor (Figura 4.14). O painel possuía, quando o equipamento foi doado para o CDTN, alguns instrumentos analógicos para medidas de temperatura das zonas de aquecimento e do betume puro, que foram substituídos durante a realização desta pesquisa por indicadores digitais, de forma a aumentar a confiabilidade das leituras e o controle do processo.



Figura 4.14 Painel de controle do sistema de tratamento de rejeitos

Unidade de potência. É da marca CONTEMP, modelo UPC 01 e contém três controladores de temperatura microprocessados tiristorizados para cargas resistivas da marca LOTI, modelo LT 707 (Figura 4.15). Possui ventilação forçada e também sinalizações de energizado, acionamento, excesso de temperatura e bloqueio externo. São estas unidades que recebem sinais do controlador para aplicar potência na carga de forma a controlar as temperaturas dos banhos, mantendo-as constantes.



Figura 4.15 Unidades de potência para o sistema de betuminização

Sistema de recolhimento de condensado. É composto por três condensadores com balões volumétricos adaptados para coleta e análise do líquido condensado, conforme mostrado na Figura 4.16.

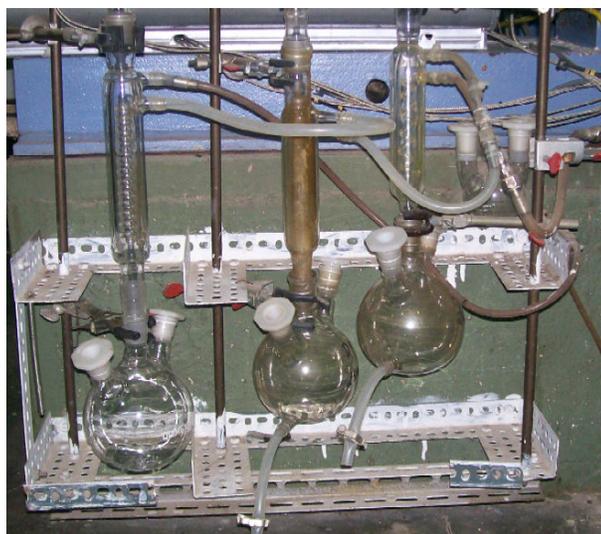


Figura 4.16 Sistema de recolhimento de condensado

Dosador de resina marca Gericke. É utilizado nos trabalhos de incorporação de resinas de troca iônica exauridas (Figuras 4.17 e 4.18). É acionado por um motor trifásico com redutor de velocidade, que é controlado por um inversor de frequência da marca WEG.



Figura 4.17 Dosador de resinas de troca-iônica exauridas



Figura 4.18 Dosador de resinas de troca-iônica exauridas - detalhe

Sistema de mistura de rejeitos em betume tipo batelada. É utilizado para testes preliminares de incorporação de rejeitos com um reator de mistura, agitador e banho termostático para aquecimento do reator e das linhas (Figura 4.19).



Figura 4.19 Sistema para testes em batelada com banho de aquecimento

4.4.2. Outros acessórios e materiais utilizados

Sistema supervisorio. É da marca INDUSOFT e a instrumentação associada da marca ADVANTECH. É utilizado para monitorar as temperaturas do processo, como mostrado na Figura 4.20. Utiliza termopares como sensores e os sinais analógicos são convertidos em digitais através do módulo de aquisição de dados denominado remota. Este conversor analógico digital possui entrada dos termoelementos tipo Ni-Cr-Ni ou tipo K. O sistema permite a medição e a plotagem de gráficos das diversas zonas de aquecimento (PINTO, 2001).



Figura 4.20 Tela do microcomputador indicando as temperaturas do processo

Microcomputador para implantação do controlador. Pentium IV, 1,6 GHz, memória RAM de 512 MB com Windows XP instalado.

Termômetros utilizados. Estão especificados na Tabela 4.2 os termômetros da marca INCOTERM, utilizados nos ensaios de caracterização dos betumes e dos produtos de rejeito.

Tabela 4.2 Especificação dos termômetros utilizados nos ensaios de caracterização.

Ensaio	Termômetro ASTM	Escala	Menor Divisão (°C)	Erro (°C)
P. Amolec.	113C	-1 a 175 °C	0,5	0,25
Penetração	17C	19 a 27 °C	0,1	0,05
Ponto Fulgor	11C	-6 a 400 °C	2	1

Termoelementos de isolamento mineral. São do tipo K, simples, com bainha em aço inoxidável 316, diâmetro de 1,5 mm, conectores macho e fêmea compensados, sem conexão, da Marca Ecil.

Embalagens para recolhimento dos produtos. Confeccionadas em alumínio com dimensões de 5,8 cm de diâmetro e 9,5 cm de altura. São usadas principalmente para os ensaios de lixiviação.

Coletor graduado (dean stark) de 5 mL. Adquirido da empresa Tec Labor – Laboratório de Volumetria, volume de 5,0 mL, subdivisão de 0,1mL e tolerância de $\pm 0,10$ mL (certificado nº 3.958).

Materiais e equipamentos de segurança. Incluem guarda-pós, luvas de raspa, máscaras e pinças.

Cronômetros. Utilizados para medição de vazões do betume e calibrações da solução de rejeito.

4.4.3. Equipamentos utilizados para caracterização de betumes e produtos de rejeito

Os processos e técnicas de caracterização de betumes, rejeitos e produtos de rejeito são realizados em um dos laboratórios do CDTN. Os seguintes equipamentos são utilizados:

- Aparelho para determinação do ponto de fulgor: Marca CONTENCO, modelo Fulgor Full Control PD-500-M.
- Penetrômetro: Marca CONTENCO, modelo Penetrômetro Universal sendo a menor divisão de 0,1 mm e erro de 0,05 mm.
- Aparelho para determinação do teor de água: Montagem executada com coletor TEC-LABOR TEC 65660, sendo a capacidade de 0,0 a 5,0 mL, menor divisão da escala de 0,05 mL.
- Aparelho para determinação do ponto de amolecimento: Marca CONTENCO, para materiais com ponto de amolecimento na faixa de 30 °C a 157 °C, utilizando como solvente água destilada ou glicerina, conforme a faixa (de 30 °C a 80 °C utiliza-se água destilada e de 81 °C a 157 °C utiliza-se glicerina).

- Analisador termodiferencial: Marca NETZSCH, modelo DTA 404 EP, com temperatura máxima de operação de 1100 °C.
- Banho para resfriamento de amostras: Marca QUIMIS Q-215.
- Peagâmetro: Marca DIGIMED, modelo DM-22.
- Balança: Marca MARTE, modelo AS 5500, com carga máxima de 5000 g e menor divisão de 0,01 g.
- Balança: Marca MICRONAL, modelo B 6000, com carga máxima de 6000 g e menor divisão de 0,1 g.
- Balança analítica de precisão: Marca SARTORIUS, com carga máxima de 200 g e menor divisão de 0,0001 g.
- Analisador de umidade de halogênio: Marca METTLER, modelo HG53, precisão de indicação 0,01 %, repetibilidade para a amostra de 2 g de 0,1% e repetibilidade para a amostra de 10 g de 0,02 %. O equipamento possui como acessórios uma balança e uma unidade de secagem. Opera em intervalos de temperatura de 50 a 200 °C com passos de ajuste de 5° C (Figura 4.21).



Figura 4.21 Analisador de umidade de halogênio

4.5. Técnicas de caracterização de betumes e produtos de rejeito

Os ensaios de caracterização são de grande importância, pois avaliam as propriedades das matrizes e dos produtos de rejeito e demonstram a eficiência do processo de solidificação, etapa importante no gerenciamento dos rejeitos.

Para a caracterização do betume é importante a realização dos ensaios, entre outros, de penetração, ponto de amolecimento, ponto de fulgor e análise termodiferencial. Para os produtos de rejeito, os ensaios devem ser os mesmos do betume puro, além daqueles necessários para a determinação da taxa de lixiviação e do teor de água no produto. Estas determinações são feitas, utilizando as normas da ABNT NBR 6.576, NBR 11.341, NBR 6.560, NBR 14.236 para produtos betuminosos (ABNT, 1998; 2000a; 2000b; 2002) e a Norma ISO 6.961 (ISO, 1982) para os ensaios de lixiviação. Em outros países, como Estados Unidos e Alemanha, estas normalizações são dadas respectivamente pela ASTM e DIN. A importância de cada uma das propriedades nas diversas etapas da gerência de rejeitos, entre elas, o tratamento, o armazenamento intermediário, o transporte e o armazenamento final, está mostrada na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 Propriedades importantes dos produtos de rejeito em várias fases da Gerência de Rejeitos (adaptado de IAEA, 1993 a)

Propriedade	Processo de solidificação	Armazenamento intermediário	Transporte	Disposição
Teor de Sólidos	MI	I	I	MI
Densidade	I	-	I	-
Efeito de Micro-organismos	-	-	-	MI
Ponto de Fulgor	MI	MI	MI	I
Análise Termodiferencial	MI	I	I	I
Homogeneidade	MI	I	I	MI
Lixiviação	-	I	I	MI
Penetração	-	I	MI	I
Porosidade	-	I	I	MI
Ponto de Amolecimento	MI	MI	MI	MI
Viscosidade	MI	I	-	I
Teor de Água	I	I	I	MI

MI: Muito Importante

I : Importante

- : Não importante

4.5.1. Ensaio de penetração

Para a realização deste ensaio, uma amostra fundida de betume é colocada em um recipiente e resfriada à temperatura ambiente em um banho de água com temperatura controlada. Após um tempo determinado, a amostra é submetida à penetração de uma agulha padronizada em um equipamento adequado denominado penetrômetro. Devem ser feitas pelo menos três determinações em diferentes pontos da superfície da amostra sendo que o valor da penetração é a média destas determinações (ABNT, 1998). Na Figura 4.22 é apresentada uma montagem, na qual são realizadas as determinações da penetração em amostras de betume e de produtos de rejeito, obtidos nas campanhas de imobilização.



Figura 4.22 Aparelho para determinação da penetração

4.5.2. Determinação do ponto de amolecimento

O ponto de amolecimento é a temperatura lida no momento em que uma esfera metálica padronizada, atravessando um anel também padronizado, perfeitamente cheio com o material betuminoso, toca uma placa de referência após ter percorrido uma distância de 25,4 mm, sob condições especificadas (ABNT, 2000b) (Figura 4.23).



Figura 4.23 Aparelho para determinação do ponto de amolecimento

4.5.3. Determinação do ponto de fulgor

Uma amostra de betume é colocada na cuba de ensaio até o nível indicado e aquecida na placa de aquecimento em temperatura controlada. Passa-se sobre a amostra uma chama piloto sob condições especificadas em intervalos regulares. O ponto de fulgor é a menor temperatura em que ocorre um lampejo provocado pela inflamação dos vapores da amostra pela passagem de uma chama piloto (ABNT, 2000a) (Figura 4.24).



Figura 4.24 Aparelho para determinação do Ponto de Fulgor

4.5.4. Análise Termodiferencial

A análise termodiferencial (DTA) é uma técnica térmica de medição contínua das temperaturas de uma amostra e de um material de referência termicamente inerte, à medida que ambos vão sendo aquecidos em um forno. Estas medidas de temperatura são diferenciais, pois se registra a diferença entre a temperatura de referência T_r , e da amostra, T_a , ou seja, $(T_r - T_a = \Delta T)$, em função da temperatura ou do tempo, dado que o aquecimento ou resfriamento devem ser sempre realizados de forma linear.

Através desta técnica, podem-se acompanhar os efeitos de calor associados com alterações físicas ou químicas da amostra, tais como transições de fase (fusão, ebulição, sublimação, congelamento, mudança de estrutura cristalina) ou reações de desidratação, de dissociação, de decomposição, de oxirredução, etc., capazes de causar variações de calor. A análise termodiferencial permite, também, estudar transições que envolvem variações de entropia (transições de segunda ordem), como por exemplo, as transições vítreas que certos materiais podem sofrer.

Na Figura 4.25 é apresentado o Laboratório de Termoanálise do CDTN, onde são caracterizados os betumes e os produtos de rejeito. O equipamento utilizado é o analisador termodiferencial.



Figura 4.25 Laboratório de Termoanálise do CDTN

4.5.5. Determinação do teor de água no produto

O método estabelecido pela ABNT para determinação de água em produto de rejeito baseia-se na destilação fracionada da amostra, cujos constituintes são separados devido à diferença de pontos de ebulição e à imiscibilidade dos líquidos (ABNT, 2002). Uma amostra de produto de rejeito com um solvente específico, volátil e não miscível em água, é colocada em um balão volumétrico e a mistura mantida sob aquecimento controlado. No processo ocorre a formação da fase gasosa e os vapores, à medida que vão sendo formados, são recolhidos em um coletor, após a condensação. Na mistura do produto de rejeito com xileno, o ponto de ebulição da mistura ocorre a 137 °C e esta temperatura permanece constante até a destilação completa da água contida na amostra de produto de rejeito. Na Figura 4.26 é apresentada uma montagem no CDTN, na qual são realizadas as determinações de água em amostras de produto de rejeito de cada campanha (CDTN, 2000).



Figura 4.26 Montagem para determinação do teor de água

4.5.6. Ensaio de lixiviação

Para avaliar a lixiviação dos produtos betuminizados, o método de longa duração proposto pela ISO 6.961 é utilizado com duração mínima do teste de um ano em amostras representativas do processo (ISO, 1982).

A área superficial da amostra exposta ao lixivante não deve variar mais que 5% durante todo o período da lixiviação. A troca do lixivante deve ser total e a periodicidade deve ser de 1, 3 e 7 dias após o início do ensaio, duas vezes por semana, na segunda semana e uma vez por semana, na terceira, quarta, quinta e sexta semanas e, a seguir, mensalmente. O teste não deve terminar antes que a taxa de lixiviação se torne virtualmente constante. Os resultados do ensaio são apresentados em um gráfico da taxa de lixiviação (R_n), para um determinado constituinte, em função do tempo (t) de lixiviação (ISO, 1982).

$$R_n = \frac{a_n}{A_0 \times F \times t_n} \quad (4.1)$$

onde,

R_n = Taxa de Lixiviação (TDL) incremental ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$),

a_n = massa do constituinte lixiviada a cada intervalo n (kg),

A_0 = fração em massa do constituinte no início do teste,

F = área superficial exposta do corpo de prova (m^2),

t_n = duração do n -ésimo intervalo de lixiviação (s),

n = intervalo.

Para produtos solidificados, a taxa de lixiviação (TDL) torna-se constante depois de um determinado tempo de renovação do lixivante, o que será indicado no gráfico R_n versus t , como pode ser visto pelo exemplo mostrado na Figura 4.27. A TDL do produto é o valor médio de R_n no intervalo onde ele é virtualmente constante.

Quanto aos frascos de lixiviação, estes devem ser quimicamente inertes, utilizando-se, por exemplo, o polietileno. O volume de lixivante utilizado deve ser suficiente para submergir toda a amostra e também não haver contato com as paredes do frasco. Os frascos devem ser lavados com água deionizada antes do uso e devem ser fechados para que a perda por evaporação seja menor que 10% do volume inicial.

O corpo de prova, que deve estar a pelo menos 1 cm de distância das paredes do frasco, após alguns intervalos de tempo definidos, deve ser retirado do frasco onde já ocorreu a lixiviação e transferido imediatamente para um novo frasco contendo lixivante. O corpo de prova não pode secar durante a transferência para evitar a perda de sais incorporados e é também importante que os frascos sejam mantidos em total repouso durante a lixiviação.

Uma amostra de produto de rejeito em processo de lixiviação é mostrada na Figura 4.28.

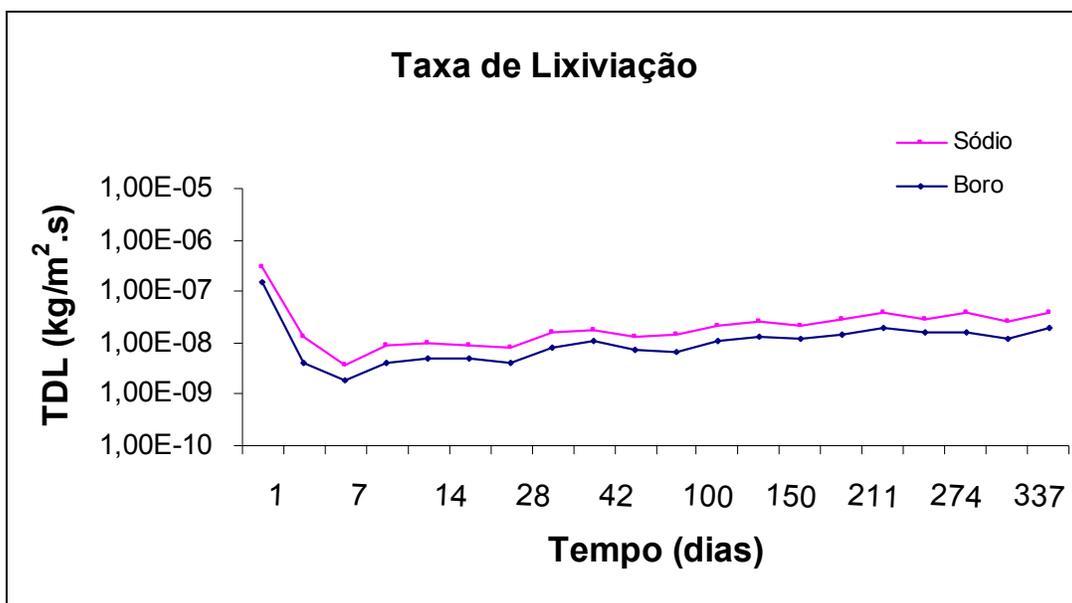


Figura 4.27 Exemplo de gráfico da taxa de lixiviação com ensaios realizados de acordo com a Norma 6.961 (ISO, 1982)

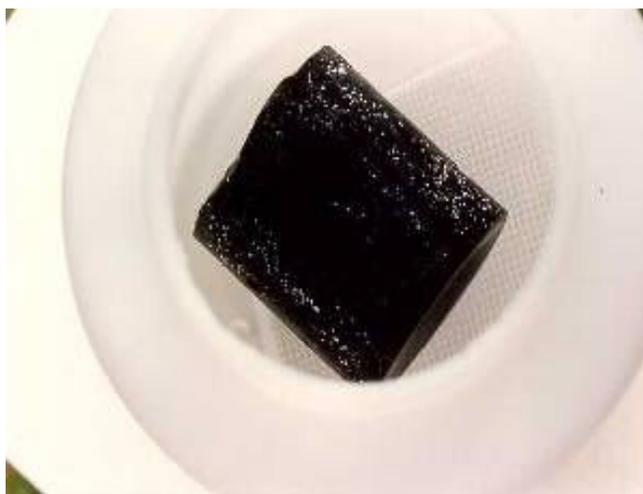


Figura 4.28 Produto betuminizado em processo de lixiviação

Para a análise deve-se agitar o frasco onde está o lixiviado para homogeneizar a solução a ser analisada e colocar o lixiviado em frascos menores, realizando-se ambientes nos mesmos, de forma a evitar qualquer contaminação.

O pH dos lixiviados deve ser analisado imediatamente após a remoção das amostras. Na Figura 4.29 é apresentado o Laboratório de Lixiviação do CDTN. Para outros tipos de resíduos, que não os produtos betuminizados, existem outras normas de lixiviação, como, por exemplo, a Norma 10.005 (ABNT, 2004b).



Figura 4.29 Laboratório de Lixiviação do CDTN

4.6. Planejamento de experimentos

Para iniciar o planejamento de experimentos foram determinados os fatores, isto é, as variáveis a ser controladas pelo experimentador e as respostas de interesse para o sistema estudado e seus respectivos níveis. Dados obtidos em diversas incorporações realizadas em trabalhos experimentais anteriores (GUZELLA et al., 2001a, 2008; CDTN, 2006) contribuíram para a seleção das variáveis resposta e dos fatores importantes para o estudo e seus respectivos níveis utilizados no planejamento de experimentos.

Este foi feito em dois níveis com repetição. Nesta etapa, foram selecionados como fatores, dois betumes (A e B) com diferentes pontos de amolecimento e duas concentrações do rejeito incorporado (30% e 40%). Como respostas foram selecionadas as caracterizações dos produtos de rejeito em termos de ponto de amolecimento, penetração e as taxas de lixiviação em 150

dias e em um ano. Na Tabela 4.4 são mostrados os ensaios e caracterizações necessários para a implantação deste planejamento fatorial 2². Para a repetição, outras quatro campanhas foram planejadas. Outras propriedades, como por exemplo, o ponto de fulgor e o teor de água no produto não foram incluídas como variáveis resposta no planejamento de experimentos por não serem influenciadas de forma significativa pelos fatores estudados.

Tabela 4.4 Ensaios e caracterizações previstos no Planejamento Fatorial 2²

Ensaio	Betume	Concentração de rejeito (%)	PA (°C)	P (1/10) mm	TDL Kg.m ⁻² s ⁻¹	Média das repetições (PA, P, TDL)
1	A	30				
2	A	40				
3	B	30				
4	B	40				

Devido à dificuldade da troca do betume, os ensaios foram feitos inicialmente com betume A e na sequência com o betume B. As mesmas campanhas de incorporação foram repetidas a seguir.

Os efeitos dos fatores e suas interações sobre as variáveis resposta foram quantificados com o auxílio do programa de computador específico para o planejamento de experimentos denominado FATORIAL (BARROS NETO et al., 1995). A partir destes efeitos foram elaborados modelos empíricos para a previsão das variáveis resposta sob diferentes fatores, o que diminui a necessidade de experimentos adicionais, especialmente ensaios de lixiviação. O modelo, que descreve o comportamento do processo (variáveis resposta) em função das condições experimentais (fatores) foi aplicado para diferentes condições visando sua validação.

Para este estudo foram realizadas campanhas com incorporação de rejeitos em porcentagens intermediárias para comparar os resultados das análises das variáveis analisadas com aqueles obtidos a partir do modelo.

Planilhas para acompanhamento das campanhas nas porcentagens definidas de incorporação e planilhas para os cálculos relativos aos ensaios de lixiviação foram desenvolvidas e utilizadas em cada campanha realizada.

4.7. Melhorias implantadas no sistema de betuminização

Durante o desenvolvimento deste trabalho foram necessárias algumas melhorias de forma a facilitar a operação do sistema de betuminização e viabilizar a realização dos experimentos previstos. São listadas abaixo as principais implementações realizadas:

- Tanque de betume. Foi projetado e instalado um novo tanque, com diâmetro menor que o tanque original da instalação, de forma a diminuir o tempo de aquecimento do betume;
- Bomba de betume. De forma a manter constante a vazão de betume, foi especificada, adquirida e instalada outra bomba, uma vez que a vazão constante é um parâmetro importante para o processo de incorporação;
- Bomba de solução. Foi também especificada, adquirida e instalada para manter a vazão de rejeito constante durante as campanhas de incorporação;
- Sistema para medição de temperatura das zonas de aquecimento. Com a utilização do software Supervisório INDUSOFT com instrumentação da ADVANTECH e termopares ECIL, os sinais analógicos foram convertidos em digitais, através de um módulo denominado “remota de aquisição de dados”. Um microcomputador foi conectado ao processo para aquisição de dados “on line”;
- Dosador de resina. Foi feita a adaptação de um motor trifásico com redutor, controlado por um inversor de frequência para manter a vazão de resina constante durante o processo de incorporação.

4.8. Procedimentos para operação do sistema de betuminização

Baseada na experiência adquirida na operação do sistema de betuminização, as seguintes recomendações deverão ser observadas tanto para a operação da instalação piloto, quanto para as instalações industriais de incorporação de rejeitos radioativos:

- A caracterização do rejeito a ser incorporado (pH, % de sólidos totais e análise termodiferencial) deve ser feita antes de iniciar as campanhas;
- O pH do concentrado de boro deve ser de $7,4 \pm 0,1$ para evitar incrustações e entupimentos nas tubulações;
- É de grande importância o controle de vazão do betume, o que vai determinar a homogeneidade do produto de rejeito;
- No caso do extrusor- evaporador piloto há uma peneira na saída do tanque de betume para reter qualquer impureza do betume. Isto impede que a vazão do betume permaneça constante e causa a não homogeneidade do produto;
- É necessário manter o perfil de temperatura adequado nas zonas de aquecimento para evitar água no produto e verificar constantemente a presença de água no último domo;
- Ao final de cada campanha deve-se passar betume puro para evitar incrustações devido aos sais presentes no concentrado de boro.

4.9. Acreditação de ensaios

O crescimento do uso de sistemas de qualidade, em geral, tem aumentado a necessidade de assegurar que laboratórios interessados em obter resultados tecnicamente válidos possam operar de acordo com um sistema da qualidade baseado nas Normas NBR ISO 9.001, ISO 14.001 e NBR ISO/IEC 17.025 “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração”. Esta norma foi produzida como resultado de ampla experiência na implementação das Normas ABNT ISO/IEC Guia 25 e DIN EM 45.001. Ela contém os requisitos que laboratórios de ensaio e calibração devem atender se desejarem demonstrar

que têm implementado um sistema de qualidade, que são tecnicamente competentes e que são capazes de produzir resultados tecnicamente válidos.

No diagrama de causa-efeito apresentado na Figura 4.30 são apresentados diversos fatores que devem ser observados para a obtenção de resultados confiáveis em atendimento às normas específicas para as análises realizadas. Observa-se que, em função do método empregado e do local onde será feita a determinação, alguns dos fatores podem ser desprezados sem comprometimento do resultado.

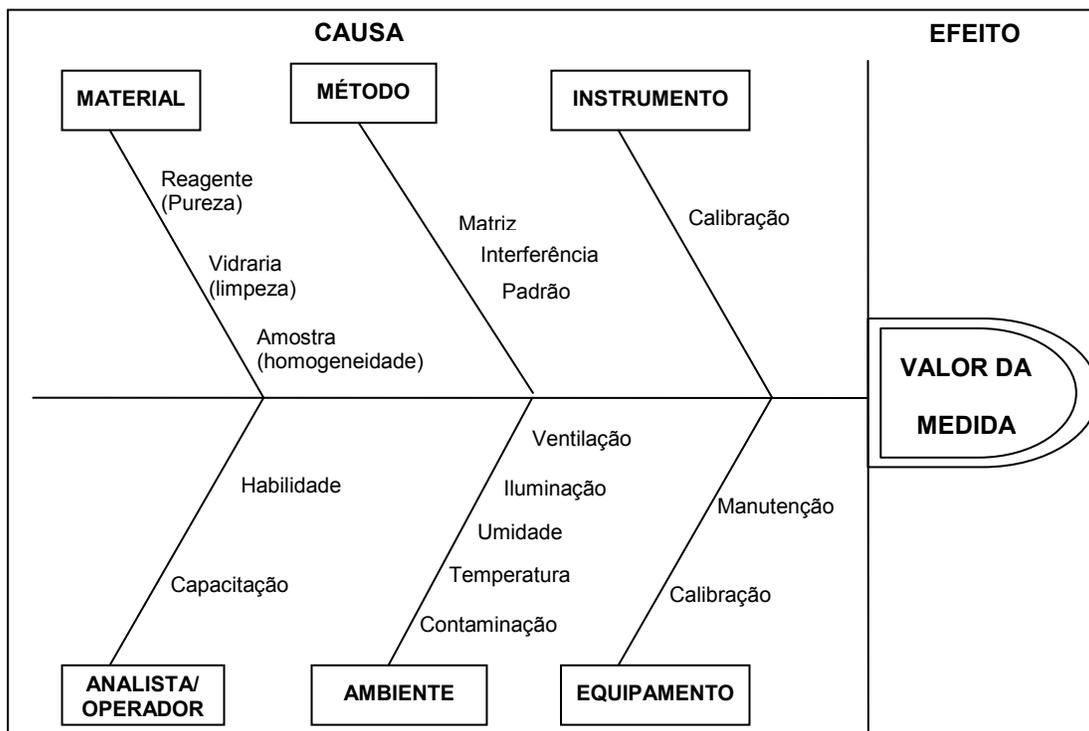


Figura 4.30 Diagrama de causa-efeito para o valor da medida de uma grandeza (NASCIMENTO, 2001)

Importante ressaltar a política do CDTN para a implantação do processo de acreditação de diversos laboratórios e ensaios, o que tem proporcionado a melhoria contínua de suas práticas e a confiabilidade dos seus resultados.

Em atendimento a Norma NBR ISO/IEC 17.025 (ABNT, 2001) várias melhorias foram realizadas na implantação dos diversos ensaios de caracterização:

Ensaio de Penetração. Várias agulhas utilizadas nos ensaios para determinar a penetração, que deveriam estar de acordo com a Norma NBR 6.576 (ABNT, 1998), foram analisadas. Foram feitas todas as medidas e ângulos nas agulhas e, após a avaliação, concluiu-se que as agulhas não possuíam as especificações indicadas na referida norma. Dois outros lotes de agulhas foram adquiridos e verificados as suas dimensões e ângulos e estas agulhas também não atenderam às especificações. A agulha certificada foi então adquirida, sendo esta utilizada para todos os ensaios de determinação da penetração, visando atender aos requisitos da norma quanto às dimensões da agulha.

Ensaio do Ponto de Amolecimento. Visando à repetição de ensaios nas mesmas condições, todas as guias das bolas utilizadas no ensaio de amolecimento foram pesadas e os diâmetros das bolas medidos. Cada conjunto foi identificado e estes dados foram registrados no certificado de análise, em caso de haver necessidade de repetição do ensaio. A alteração de peso das esferas pode ocorrer, pois durante os ensaios as esferas são envolvidas em betume e limpas com solvente. Outra melhoria implantada foi a substituição do etilenoglicol por água destilada para realização do ensaio de determinação do ponto de amolecimento para produtos com ponto de amolecimento entre 30°C a 80°C, conforme especificado na Norma NBR 6.560 (ABNT, 2000b). Para muitos dos ensaios realizados, a água destilada pôde ser utilizada, o que proporcionou economia na aquisição do etilenoglicol, que é um reagente tóxico e que deve ser armazenado para posterior tratamento.

Documentação e rotinas técnicas. Para o Laboratório de Betume e para a Instalação de processamento dos rejeitos, foram implantados os requisitos da Norma 17.025, especialmente quanto à confiabilidade dos resultados. Os dados de caracterização de betumes e de produtos de rejeito deverão ser utilizados no projeto de um depósito definitivo, que ainda não foi definido no Brasil, razão da necessidade tanto da confiabilidade quanto da rastreabilidade dos resultados. Alguns documentos técnicos preparados estão apresentados nos Anexos 2 a 7:

Preparação de solução de concentrado de evaporador.

Procedimento para determinação da porcentagem de sólidos no rejeito.

Operação do sistema de betuminização.

Protocolo de teste: extrusor ZDS -T28.

Preparo de amostras para determinação do tamanho de cristais.

Preparo da ulexita a partir do concentrado de evaporador.

Devido ao grande número de trocas realizadas em cada uma das campanhas nos ensaios de lixiviação foram feitos controles das trocas realizadas em formulários específicos com os resultados obtidos para cada uma das trocas de lixiviante. Foram então elaboradas planilhas de cálculos das taxas de lixiviação e das porcentagens de cada elemento lixiviado.

Outras implementações. As rotinas técnicas elaboradas foram inseridas no Manual da Qualidade do CDTN, onde estão registradas todas as rotinas do Centro. Todos os termômetros foram calibrados pelo Centro Tecnológico de Minas Gerais (CETEC-MG) de acordo com a norma ASTM E1-05: 2005 (Certificados de Calibração 502.923 a 502.925).

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são descritos os resultados experimentais da imobilização de rejeitos que simulam o concentrado de evaporador proveniente de usinas nucleares nos dois betumes nacionais (tipo A e tipo B), utilizados como matrizes. São também apresentadas as análises de caracterização dos betumes, do rejeito selecionado para imobilização e dos produtos de rejeito obtidos nas campanhas realizadas. Baseado em um planejamento estatístico de experimentos as incorporações dos rejeitos em betume foram realizadas no equipamento do CDTN, um extrusor-evaporador piloto, descrito em 4.4.1, adaptado para a realização deste trabalho.

Um modelo empírico para o cálculo das variáveis resposta estudadas foi ajustado aos dados do processo para uma determinada região de operação. Esta região foi definida em função da capacidade de incorporação do sistema de betuminização e da porcentagem média de incorporação de rejeitos utilizada em usinas nucleares no mundo.

As equações resultantes obtidas através dos fatores, calculadas com o auxílio do programa de computador FATORIAL (BARROS NETO et al., 1995), são apresentadas para as variáveis resposta estudadas. Para validação do modelo foram realizadas campanhas em concentrações intermediárias com um dos betumes estudados e os dados também estão apresentados em forma de equações.

Para a investigação do mecanismo de lixiviação predominante foi realizado o cálculo do coeficiente de difusão de alguns elementos, a partir do programa ALT (ASTM, 2001) desenvolvido para ensaios de lixiviação em períodos de 11 dias.

Estudos complementares foram feitos com outro tipo de rejeito gerado em usinas nucleares, que são as resinas de troca iônica. Foram feitas algumas campanhas para incorporação em betume A, ponto de amolecimento de 71,8 °C, das resinas de troca iônica carregadas em lítio e boro para simular o rejeito e os resultados são também apresentados neste capítulo.

Foi também realizado um estudo para incorporar o rejeito de concentrado de evaporador pré-tratado em betume B, ponto de amolecimento de 91,3 °C. Estes corpos de prova em processo de lixiviação durante um ano apresentaram taxas de lixiviação para os elementos boro e sódio menores que as obtidas com o concentrado de evaporador simulado a partir dos dados da usina nuclear. Para este estudo a fração lixiviada acumulada para os mesmos elementos foi também inferior, indicando a importância da continuação dos trabalhos de pesquisa nesta área.

5.1. Caracterização do rejeito e dos betumes

Os constituintes da solução de rejeito, que foi incorporada em betume, estão apresentados na Tabela 5.1. Estes dados foram fornecidos pela ELETRONUCLEAR (MONTE, 2005) e a concentração de cloreto de cézio foi obtida a partir do rejeito da Usina Nuclear de Goesgen, semelhante à Usina Nuclear de Angra 2. O procedimento para a preparação de cada batelada de solução de concentrado inclui as seguintes etapas:

- Adição de 50% do volume total de água deionizada em um béquer previamente tarado;
- Adição dos reagentes, previamente pesados, após a dissolução completa da porção adicionada;
- Lavagem dos recipientes que continham os reagentes pesados com pequenas porções de água deionizada;
- Determinação dos seguintes parâmetros: pH da água utilizada, temperatura ambiente e pH da solução final.

O acerto de pH da solução de rejeito é feito com hidróxido de sódio para o valor de $7,4 \pm 0,1$ (MONTE, 2005). Para cada uma das soluções preparadas para cada uma das campanhas é preenchida uma planilha, que está apresentada no Anexo 2.

Algumas alíquotas destas soluções utilizadas para incorporação em betume foram caracterizadas para a verificação dos elementos presentes e os resultados

estão apresentados na Tabela 5.2. Estes resultados de análise, referentes a alíquotas de três das soluções utilizadas para incorporação, foram também utilizados para o cálculo das quantidades de sódio e boro presentes nos produtos de rejeito selecionados para os ensaios de lixiviação. As determinações de cálcio e sulfato foram feitas pelo método gravimétrico, por absorção atômica e por colorimetria. A determinação de boro foi feita pelo método volumétrico e a análise do sódio por fotometria de chama. As técnicas de espectrofotometria UV-VIS e eletrodo seletivo por íon específico foram utilizadas, respectivamente, para a análise de fosfato e cloreto. Os elementos sódio e boro foram os selecionados para determinar as taxas de lixiviação.

Tabela 5.1 Solução de rejeito simulado 'concentrado de evaporador'

Produto	Quantidade (g) ⁽¹⁾
H ₃ BO ₃ (ácido bórico)	18,27
NaCl (cloreto de sódio)	0,396
Na ₂ EDTA.2 H ₂ O (sal dissódico de EDTA)	0,430
Na ₂ SO ₄ (sulfato de sódio anidro)	4,73
Na ₂ HPO ₄ .2 H ₂ O (fosfato dissódico)	4,73
CsCl (cloreto de cério ⁽²⁾)	0,015
Insolúveis (CaCO ₃)	2,39
Água	69,04

(1) Para 100 g de solução, reagentes p.a.

(2) Calculado a partir do rejeito da Usina Nuclear de Goesgen

Tabela 5.2 Caracterização da solução 'concentrado de evaporador'

Determinação	(% em massa) ^(*)
Boro	3,37±0,11
Sódio	4,73±0,46
Cloreto	0,28±0,12
Fosfato	1,41±0,12
Sulfato	3,31±0,49
Cálcio	1,08±0,07
% de sólidos	25,6±0,3

(*) Média de três determinações em três simulados de soluções de rejeito

Os resultados analíticos estão de acordo com os cálculos teóricos realizados. Ressalta-se a dificuldade da amostragem das soluções simuladas de rejeito devido à alta concentração de sólidos.

As propriedades reológicas e a composição química dos dois betumes estudados são apresentadas nas Tabelas 5.3 e 5.4, respectivamente. Estas caracterizações foram feitas no Laboratório de Betume do CDTN (média de três determinações) e os resultados intercomparados com análises realizadas no IPT. A composição química dos betumes foi também determinada no IPT.

Tabela 5.3 Propriedades reológicas dos betumes

Propriedade	A	B
Ponto de Amolecimento (°C)	71,8±0,4	91,3±0,4
Ponto de Fulgor (°C)	301,5±0,7	317,5±0,7
Penetração (1/10)mm	10,2±0,8	8,7±0,3

Os resultados dos ensaios realizados no Laboratório do CDTN e pelo IPT atendem aos critérios de reprodutibilidade estabelecidos pelas normas da ABNT para os ensaios de penetração, ponto de amolecimento e ponto de fulgor.

As análises termodiferenciais dos betumes foram realizadas no CDTN, sendo os termogramas para os betumes A e B apresentados nas Figuras 5.1 e 5.2, respectivamente. Estes demonstram que comportamento geral dessas amostras em relação à análise térmica é o mesmo. As curvas apresentam picos exotérmicos próximos a 400 °C e a 600 °C. Como os valores de temperatura relativos ao processo de extrusão alcançam no máximo 185 °C, significa que previsivelmente reações químicas e de degradação não deverão ocorrer durante esta operação de incorporação dos rejeitos em betume.

Tabela 5.4 Composição química dos betumes

Composição (% em massa)	Betume	
	A	B
Asfaltenos	32,5	36,8
Bases nitrogenadas	5,6	0,8
1 ^{as} acidafinas	33,7	28,9
2 ^{as} acidafinas	19,4	20,0
Saturados	8,8	13,5

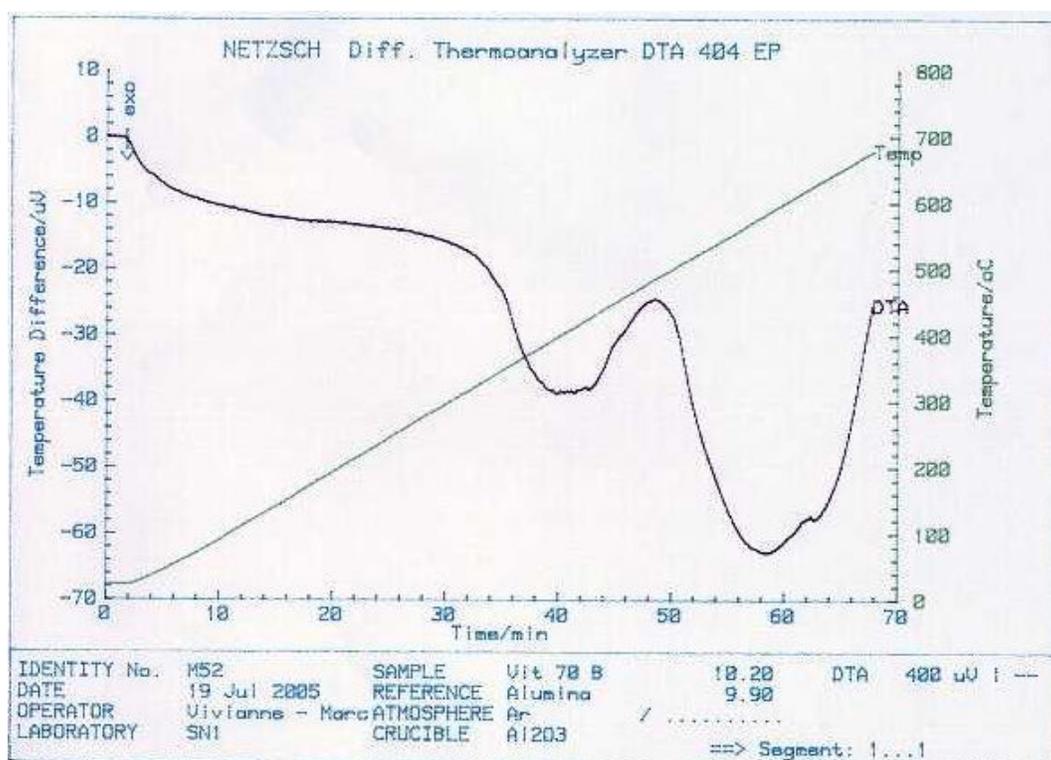


Figura 5.1 Termograma do Betume A

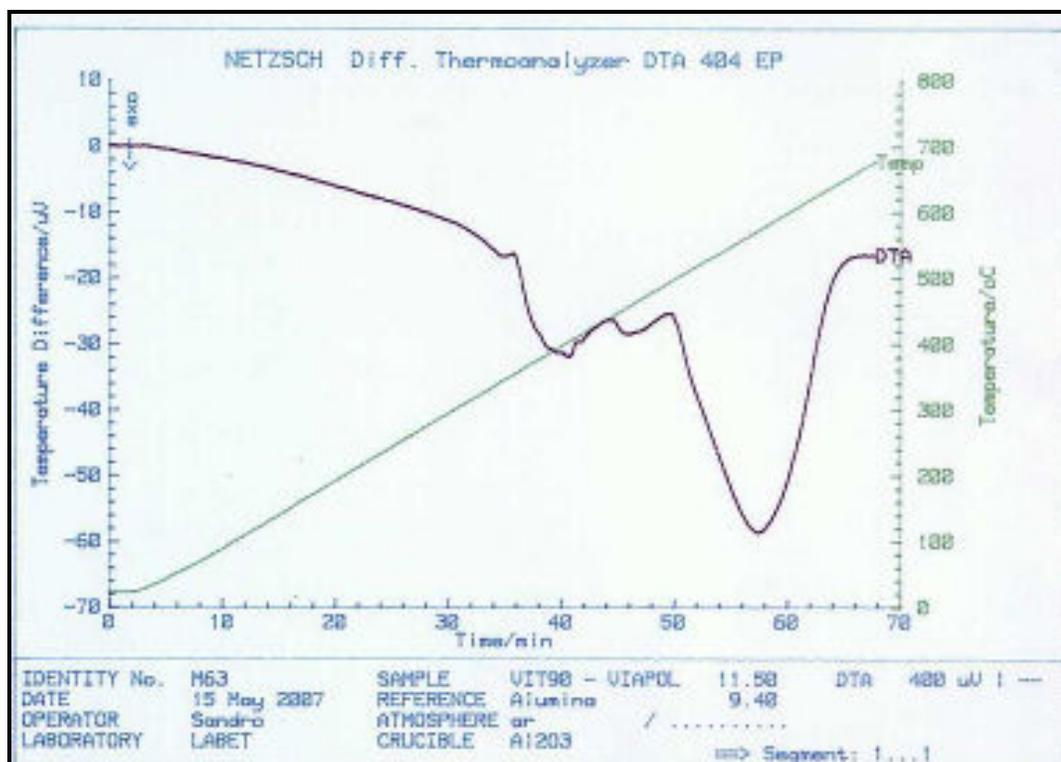


Figura 5.2 Termograma do Betume B

5.2. Apresentação dos resultados

Nesta seção são descritos os resultados experimentais da incorporação dos rejeitos em betumes A e B em duas diferentes concentrações, 30% e 40%. São apresentados os modelos empíricos relacionando os principais fatores em estudo com as variáveis respostas avaliadas do produto de rejeito, que são a penetração, o ponto de amolecimento e as taxas de lixiviação de sódio e boro nos períodos de 150 dias e de um ano.

5.2.1. Planejamento fatorial

Após a definição dos fatores, que são as variáveis controladas pelo experimentador e um dos primeiros passos a ser definido para o planejamento fatorial, foram realizadas as campanhas de incorporação para obtenção das respostas de interesse para o sistema estudado. Na Tabela 5.5 estão apresentados os fatores e os níveis estudados. As porcentagens de incorporação

de 30% e 40% foram definidas em função das porcentagens de rejeito normalmente utilizadas para incorporação em betume em usinas nucleares (IAEA, 1993b).

Tabela 5.5 Fatores determinados e níveis para o planejamento de experimentos

Fatores	Nível (-)	Nível (+)
Tipo de betume nacional	A ou PA = 71,8 °C	B ou PA = 91,3 °C
Concentração em % (massa)	30	40

A Tabela 5.6 apresenta os resultados obtidos com a execução do planejamento fatorial para as quatro respostas de interesse. O fator tipo de betume corresponde aos tipos A e B e também ao Ponto de Amolecimento (PA) do betume que são, respectivamente, de 71,8 °C e 91,3 °C. As determinações das penetrações e dos pontos de amolecimento foram feitas utilizando os métodos descritos nas Normas NBR 6.576 e NBR 6.560 (ABNT, 1998, 2000b). As amostras foram retiradas de cada uma das campanhas, durante o processo de incorporação e foram denominadas TB01, TB02, TB05 e TB07. Todos os dados de cada uma das campanhas estão apresentados nos Quadros 1, 2, 5 e 7.

Tabela 5.6 Resultados de planejamento fatorial 2² com as respostas PA, P e TDL para boro e sódio em 150 dias

Ensaio	Betume	Concentração de rejeito (%)	Média PA (°C)	Penetração (1/10) mm	TDL - Sódio 10 ⁻⁸ kg.m ⁻² s ⁻¹	TDL - Boro 10 ⁻⁸ kg.m ⁻² s ⁻¹
TB 01	A	30	72	9,7	0,73	0,79
TB 02	A	40	75	8,5	1,30	1,30
TB 05	B	30	103	5,3	5,16	6,39
TB 07	B	40	103,8	3,8	2,93	3,66

Para os ensaios de lixiviação duas amostras por campanha foram submetidas ao ensaio de acordo com a Norma 6.961 (ISO, 1982), que determina o período mínimo de troca de lixiviante de um ano. As taxas de lixiviação foram avaliadas em 150 dias e em um ano.

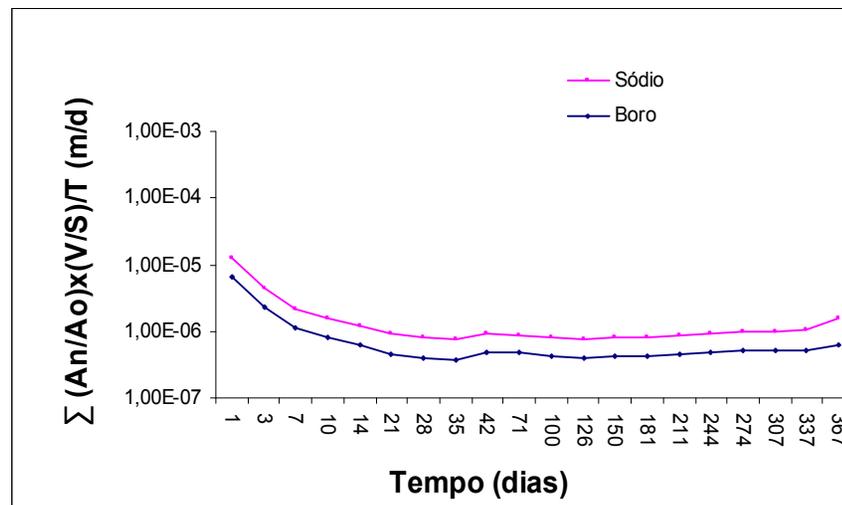
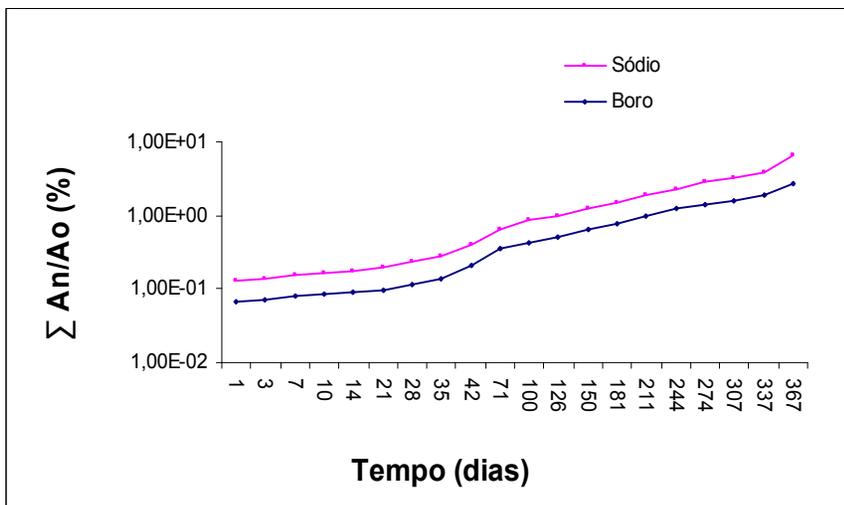
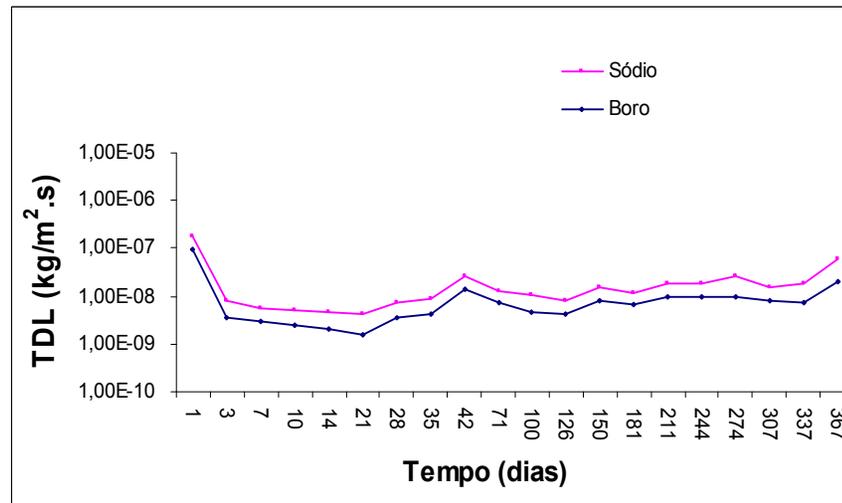
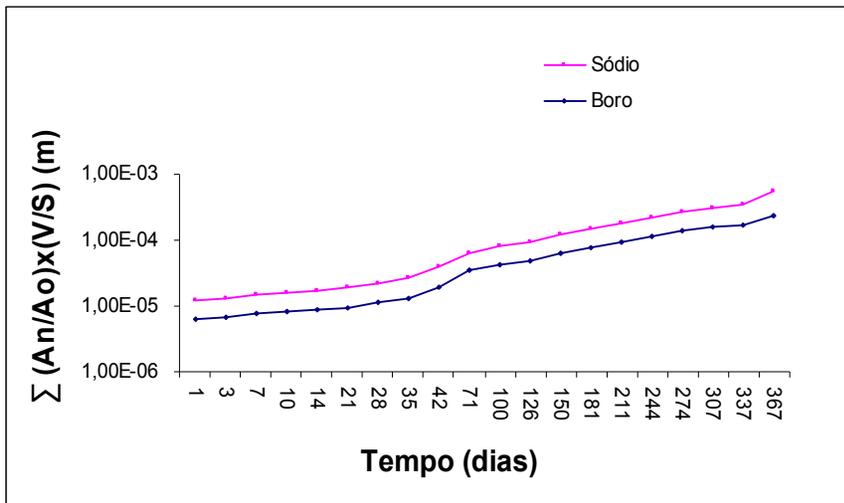
Os resultados dos testes de lixiviação durante o período do ensaio e os gráficos das taxas de lixiviação dos elementos sódio e boro para cada uma das campanhas estão apresentados nos Quadros 1 a 11. A vazão de betume, a vazão de solução de rejeito, a densidade da solução, a porcentagem de rejeito incorporado, a determinação de sódio e boro por quilo de solução, o volume e a área superficial dos corpos de prova são dados de entrada para os cálculos das taxas de lixiviação e para a obtenção dos gráficos.

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB01**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO				Corpo 3	Corpo 6
Betume	TIPO A	Ponto de Amolecimento (°C)		72,0	72,0				
Vazão de Betume (kg/h)	0,584	Peso Início de Lixiviação (g)		208,10	192,50				
Vazão de Concentrado (l/h)	0,740	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80				
Temperatura de operação (°C)	166	Altura Média (cm)		5,92	5,86				
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		160,71	159,62				
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,210	Volume (cm ³)		156,41	154,83				
Sólido no rejeito (%)	27,5	Densidade inicial (g/cm ³)		1,33	1,24				
Sais incorporado em betume (%)	29,65	Teor Boro Produto (mg)		6898	6381				
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		10484	9698				
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,60	1,60				

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 3		Amostra: 6		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	2,9	4,0	2,6	3,6	6,44E-06	5,85E-06	9,59E-08	8,72E-08	6,62E-02	6,02E-02	6,44E-06	5,85E-06	1
2	0,2	0,4	0,2	0,4	6,89E-06	6,47E-06	3,40E-09	4,59E-09	7,10E-02	6,66E-02	2,30E-06	2,16E-06	3
3	0,5	0,7	0,2	0,3	7,65E-06	7,26E-06	2,83E-09	2,98E-09	7,87E-02	7,47E-02	1,09E-06	1,04E-06	7
4	0,2	0,4	0,2	0,4	8,14E-06	7,84E-06	2,44E-09	2,87E-09	8,37E-02	8,06E-02	8,14E-07	7,84E-07	10
5	0,3	0,5	0,2	0,4	8,70E-06	8,48E-06	2,09E-09	2,41E-09	8,95E-02	8,73E-02	6,21E-07	6,06E-07	14
6	0,1	0,9	0,6	0,8	9,45E-06	9,76E-06	1,55E-09	2,74E-09	9,72E-02	1,00E-01	4,50E-07	4,65E-07	21
7	0,9	1,3	0,6	0,9	1,11E-05	1,14E-05	3,56E-09	3,52E-09	1,14E-01	1,17E-01	3,97E-07	4,07E-07	28
8	0,8	1,3	0,9	1,3	1,31E-05	1,34E-05	4,24E-09	4,26E-09	1,35E-01	1,38E-01	3,74E-07	3,83E-07	35
9	3,4	5,1	2,4	2,3	1,99E-05	1,90E-05	1,44E-08	1,21E-08	2,04E-01	1,96E-01	4,73E-07	4,53E-07	42
10	6,4	6,7	5,5	5,9	3,38E-05	2,87E-05	7,16E-09	4,98E-09	3,48E-01	2,96E-01	4,76E-07	4,05E-07	71
11	4,4	10,0	3,1	5,4	4,25E-05	4,05E-05	4,51E-09	6,09E-09	4,38E-01	4,17E-01	4,25E-07	4,05E-07	100
12	4,2	5,4	2,3	2,5	5,01E-05	4,65E-05	4,36E-09	3,48E-09	5,15E-01	4,78E-01	3,97E-07	3,69E-07	126
13	6,8	10,0	4,1	5,3	6,27E-05	5,82E-05	7,91E-09	7,31E-09	6,45E-01	5,98E-01	4,18E-07	3,88E-07	150
14	5,2	6,4	6,2	7,7	7,61E-05	6,91E-05	6,42E-09	5,22E-09	7,83E-01	7,11E-01	4,21E-07	3,82E-07	181
15	7,7	7,9	9,6	13,0	9,65E-05	8,53E-05	1,01E-08	8,00E-09	9,93E-01	8,78E-01	4,57E-07	4,04E-07	211
16	11,0	17,0	7,0	7,9	1,17E-04	1,04E-04	9,51E-09	8,65E-09	1,21E+00	1,07E+00	4,81E-07	4,27E-07	244
17	7,5	9,4	8,5	37,0	1,36E-04	1,41E-04	9,30E-09	1,78E-08	1,40E+00	1,45E+00	4,97E-07	5,14E-07	274
18	8,6	14,0	6,5	7,7	1,54E-04	1,57E-04	7,98E-09	7,54E-09	1,58E+00	1,62E+00	5,01E-07	5,13E-07	307
19	14,0	29,0	13,0	26,0	1,68E-04	1,83E-04	7,47E-09	1,00E-08	1,91E+00	2,06E+00	4,98E-07	5,44E-07	337
20	26,0	147,0	40,0	70,0	2,32E-04	3,23E-04	1,92E-08	4,14E-08	2,71E+00	3,76E+00	6,32E-07	8,79E-07	367

Quadro 1 – Campanha de incorporação de 30% de rejeito com betume A



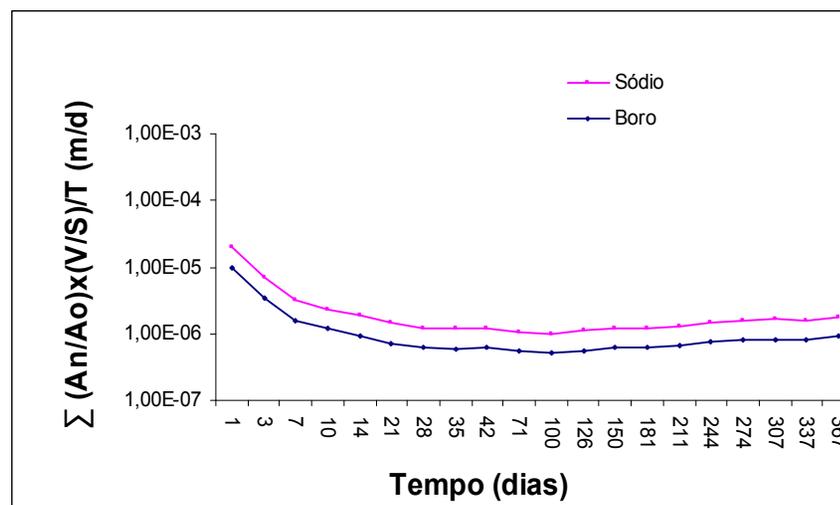
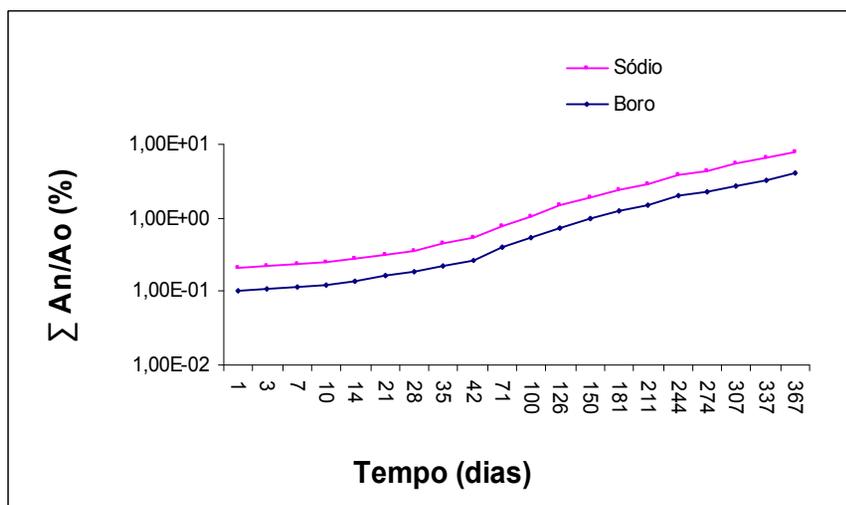
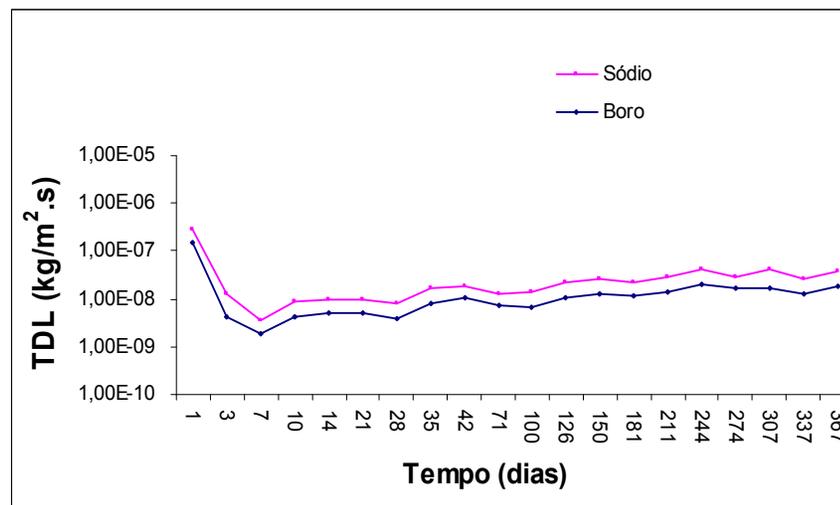
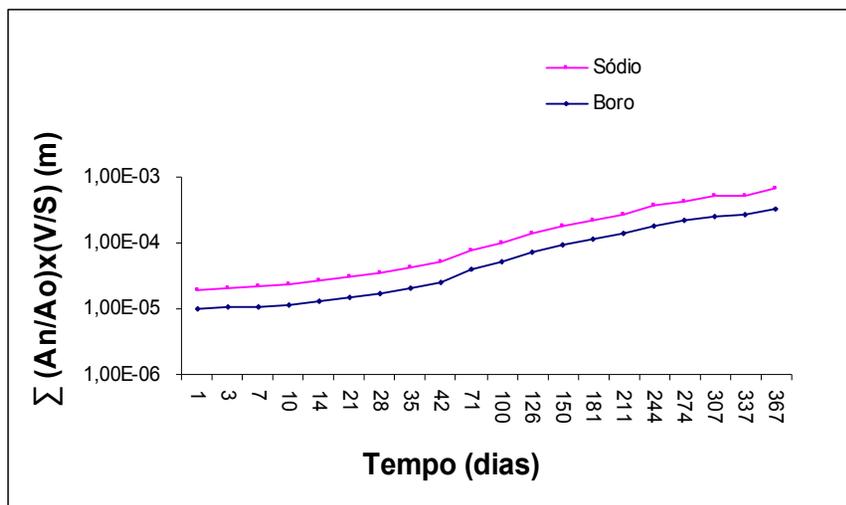
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 01 (Quadro 1)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB02**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO				Corpo 3	Corpo 4
Betume	TIPO A	Ponto de Amolecimento (°C)		75,0	75,0				
Vazão de Betume (kg/h)	0,459	Peso Início de Lixiviação (g)		191,80	188,90				
Vazão de Concentrado (l/h)	0,970	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80				
Temperatura de operação (°C)	160	Altura Média (cm)		5,50	5,45				
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		153,06	152,15				
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,215	Volume (cm ³)		145,31	143,99				
Sólido no rejeito (%)	30,0	Densidade inicial (g/cm ³)		1,32	1,31				
Sais incorporado em betume (%)	43,47	Teor Boro Produto (mg)		8555	8426				
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		13004	12807				
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,60	1,60				

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 3		Amostra: 4		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	6,6	10,0	4,5	6,1	9,90E-06	9,45E-06	1,51E-07	1,44E-07	1,04E-01	9,96E-02	9,90E-06	9,45E-06	1
2	0,4	1,1	0,2	0,9	1,04E-05	1,06E-05	4,14E-09	8,77E-09	1,10E-01	1,12E-01	3,48E-06	3,53E-06	3
3	0,3	0,5	0,2	0,3	1,09E-05	1,11E-05	1,84E-09	1,77E-09	1,15E-01	1,17E-01	1,56E-06	1,58E-06	7
4	0,6	1,1	0,3	0,4	1,17E-05	1,19E-05	4,08E-09	4,50E-09	1,24E-01	1,26E-01	1,17E-06	1,19E-06	10
5	0,4	0,3	1,1	1,8	1,31E-05	1,32E-05	5,04E-09	4,75E-09	1,38E-01	1,39E-01	9,33E-07	9,43E-07	14
6	1,2	1,7	1,3	1,8	1,53E-05	1,53E-05	4,86E-09	4,48E-09	1,61E-01	1,61E-01	7,28E-07	7,26E-07	21
7	1,0	1,5	1,0	1,5	1,71E-05	1,70E-05	3,89E-09	3,84E-09	1,80E-01	1,79E-01	6,10E-07	6,08E-07	28
8	2,8	4,2	1,5	2,2	2,09E-05	2,08E-05	8,35E-09	8,17E-09	2,21E-01	2,19E-01	5,97E-07	5,93E-07	35
9	2,5	2,9	2,8	3,4	2,56E-05	2,45E-05	1,03E-08	8,06E-09	2,71E-01	2,58E-01	6,11E-07	5,83E-07	42
10	7,3	8,7	7,8	10,0	3,91E-05	3,55E-05	7,08E-09	5,77E-09	4,13E-01	3,74E-01	5,51E-07	5,00E-07	71
11	10,0	17,0	4,6	5,9	5,21E-05	4,89E-05	6,84E-09	7,06E-09	5,50E-01	5,16E-01	5,21E-07	4,89E-07	100
12	16,0	26,0	4,6	6,2	7,05E-05	6,77E-05	1,08E-08	1,11E-08	7,43E-01	7,14E-01	5,59E-07	5,38E-07	126
13	15,0	23,0	7,9	12,0	9,09E-05	8,83E-05	1,30E-08	1,30E-08	9,59E-01	9,31E-01	6,06E-07	5,88E-07	150
14	18,0	21,0	8,8	11,0	1,15E-04	1,07E-04	1,17E-08	9,23E-09	1,21E+00	1,13E+00	6,34E-07	5,91E-07	181
15	24,0	35,0	7,8	10,0	1,43E-04	1,33E-04	1,44E-08	1,34E-08	1,51E+00	1,41E+00	6,78E-07	6,32E-07	211
16	35,0	59,0	12,0	17,0	1,85E-04	1,78E-04	1,93E-08	2,06E-08	1,95E+00	1,88E+00	7,58E-07	7,29E-07	244
17	26,0	33,0	10,0	13,0	2,17E-04	2,05E-04	1,63E-08	1,37E-08	2,29E+00	2,16E+00	7,92E-07	7,48E-07	274
18	28,0	50,0	12,0	37,0	2,53E-04	2,56E-04	1,65E-08	2,36E-08	2,66E+00	2,70E+00	8,23E-07	8,34E-07	307
19	38,0	68,0	20,0	35,0	2,69E-04	2,65E-04	1,25E-08	1,46E-08	3,21E+00	3,34E+00	7,97E-07	7,87E-07	337
20	45,0	70,0	39,0	52,0	3,28E-04	3,28E-04	1,90E-08	1,82E-08	4,00E+00	4,09E+00	8,93E-07	8,93E-07	367

Quadro 2 – Campanha de incorporação de 40% de rejeito com betume A



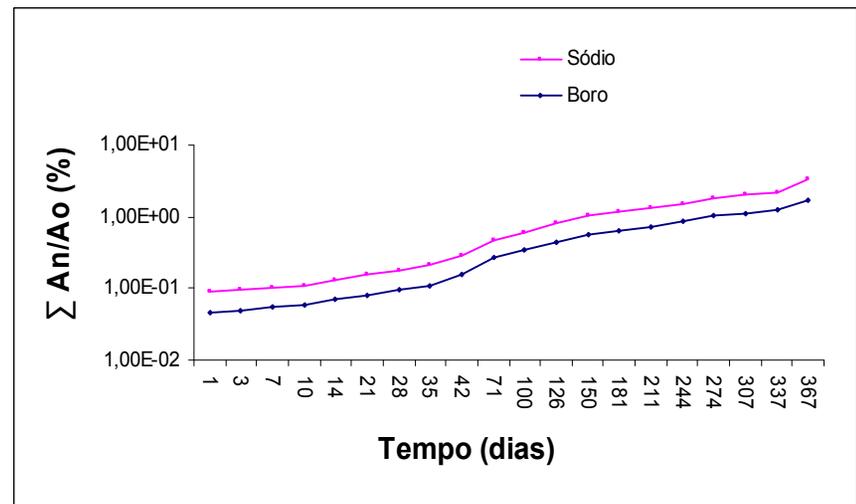
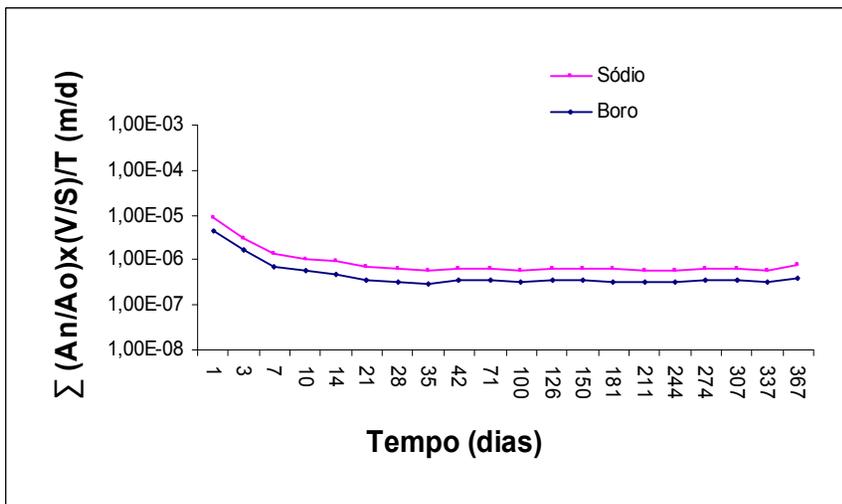
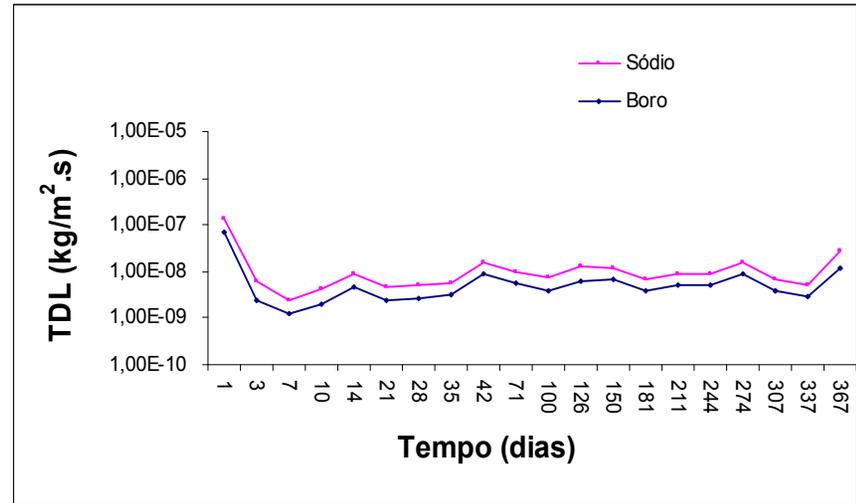
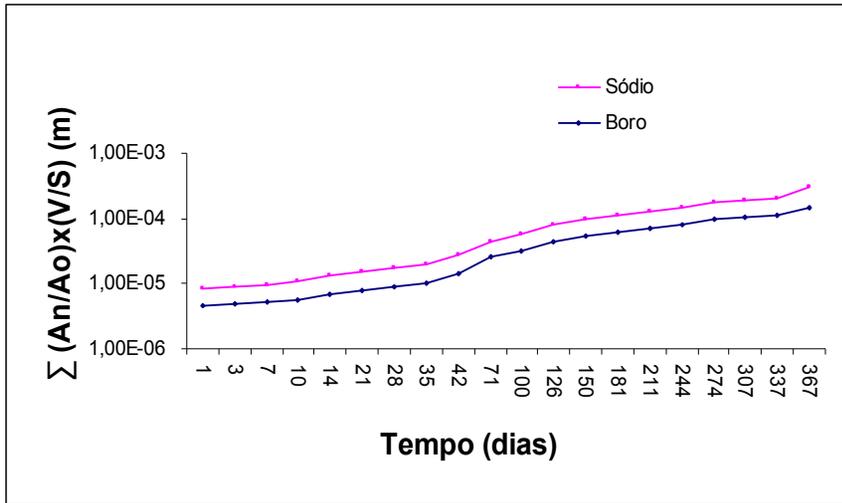
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 02 (Quadro 2)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB03**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO			Corpo 3	Corpo 6
Betume	TIPO A	Ponto de Amolecimento (°C)		73,5	73,5			
Vazão de Betume (kg/h)	0,590	Peso Início de Lixiviação (g)		219,20	188,80			
Vazão de Concentrado (l/h)	0,750	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80			
Temperatura de operação (°C)	160	Altura Média (cm)		5,70	5,70			
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		156,70	156,70			
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,215	Volume (cm ³)		150,60	150,60			
Sólido no rejeito (%)	29,9	Densidade inicial (g/cm ³)		1,46	1,25			
Sais incorporado em betume (%)	31,61	Teor Boro Produto (mg)		7116	6129			
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		10816	9316			
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,60	1,60			

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 3		Amostra: 6		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	2,0	2,9	1,9	2,2	4,54E-06	3,88E-06	7,10E-08	6,11E-08	4,73E-02	4,03E-02	4,54E-06	3,88E-06	1
2	0,1	0,3	0,1	0,3	4,85E-06	4,40E-06	2,37E-09	4,07E-09	5,04E-02	4,58E-02	1,62E-06	1,47E-06	3
3	0,1	0,2	0,2	0,2	5,18E-06	4,68E-06	1,27E-09	1,08E-09	5,39E-02	4,87E-02	7,40E-07	6,68E-07	7
4	0,2	0,2	0,2	0,3	5,58E-06	5,07E-06	2,06E-09	2,04E-09	5,80E-02	5,28E-02	5,58E-07	5,07E-07	10
5	0,3	0,4	0,7	0,9	6,80E-06	6,10E-06	4,64E-09	3,89E-09	7,08E-02	6,35E-02	4,86E-07	4,36E-07	14
6	0,4	0,8	0,6	0,7	7,89E-06	7,18E-06	2,39E-09	2,41E-09	8,21E-02	7,47E-02	3,76E-07	3,42E-07	21
7	0,5	0,7	0,5	0,8	9,13E-06	8,27E-06	2,76E-09	2,41E-09	9,50E-02	8,60E-02	3,26E-07	2,95E-07	28
8	0,6	0,8	0,6	0,8	1,06E-05	9,46E-06	3,20E-09	2,65E-09	1,10E-01	9,84E-02	3,02E-07	2,70E-07	35
9	1,8	1,9	1,7	2,0	1,46E-05	1,25E-05	9,10E-09	6,67E-09	1,52E-01	1,30E-01	3,49E-07	2,97E-07	42
10	5,2	6,4	4,1	3,4	2,54E-05	1,98E-05	5,84E-09	4,05E-09	2,64E-01	2,06E-01	3,58E-07	2,79E-07	71
11	3,0	4,1	3,2	4,9	3,27E-05	2,68E-05	3,89E-09	3,72E-09	3,40E-01	2,79E-01	3,27E-07	2,68E-07	100
12	4,0	5,6	5,0	7,7	4,33E-05	3,71E-05	6,30E-09	6,13E-09	4,50E-01	3,86E-01	3,43E-07	2,95E-07	126
13	5,8	8,0	2,8	3,4	5,30E-05	4,56E-05	6,52E-09	5,69E-09	5,52E-01	4,74E-01	3,54E-07	3,04E-07	150
14	3,6	4,5	2,8	2,7	6,04E-05	5,10E-05	3,76E-09	2,78E-09	6,29E-01	5,31E-01	3,34E-07	2,82E-07	181
15	4,7	6,0	3,4	3,7	6,98E-05	5,83E-05	4,91E-09	3,87E-09	7,26E-01	6,07E-01	3,31E-07	2,77E-07	211
16	5,3	5,4	4,3	4,6	8,09E-05	6,60E-05	5,30E-09	3,63E-09	8,42E-01	6,87E-01	3,32E-07	2,70E-07	244
17	7,9	10,0	6,3	7,2	9,73E-05	7,90E-05	8,62E-09	6,87E-09	1,01E+00	8,22E-01	3,55E-07	2,88E-07	274
18	2,8	2,9	4,4	4,9	1,06E-04	8,51E-05	3,97E-09	2,83E-09	1,10E+00	8,86E-01	3,45E-07	2,77E-07	307
19	5,4	5,7	5,0	5,6	1,09E-04	8,77E-05	3,00E-09	2,15E-09	1,23E+00	9,76E-01	3,25E-07	2,60E-07	337
20	20,0	62,0	18,0	19,0	1,50E-04	1,45E-04	1,15E-08	1,62E-08	1,69E+00	1,60E+00	4,09E-07	3,95E-07	367

Quadro 3 – Campanha de incorporação de 30% de rejeito com betume A



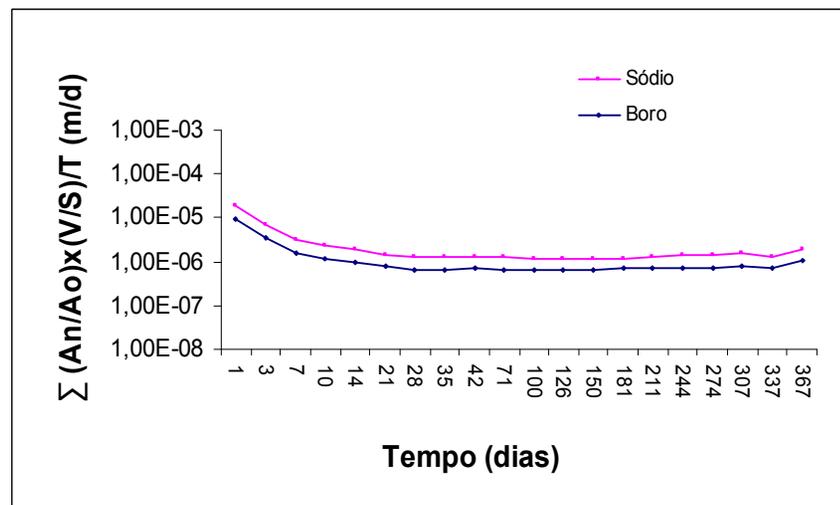
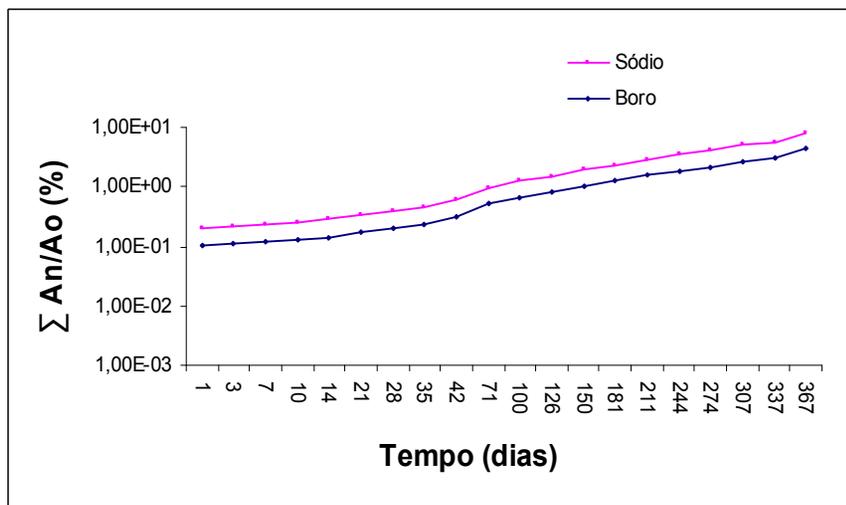
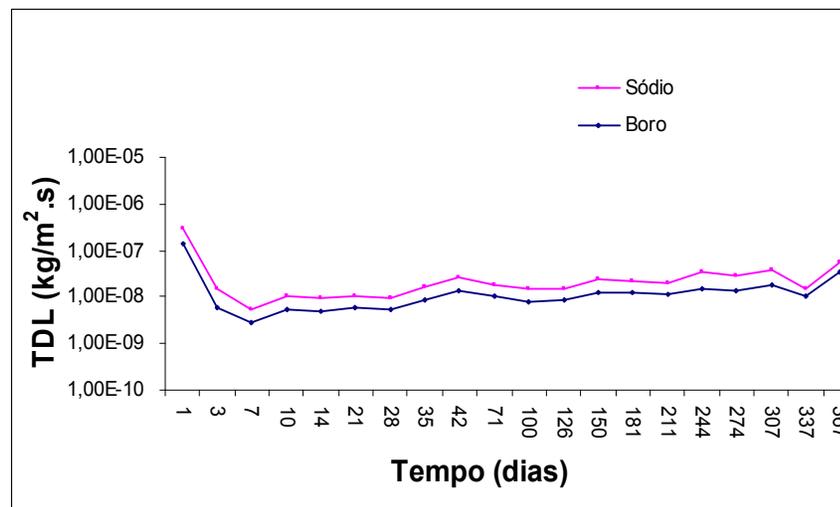
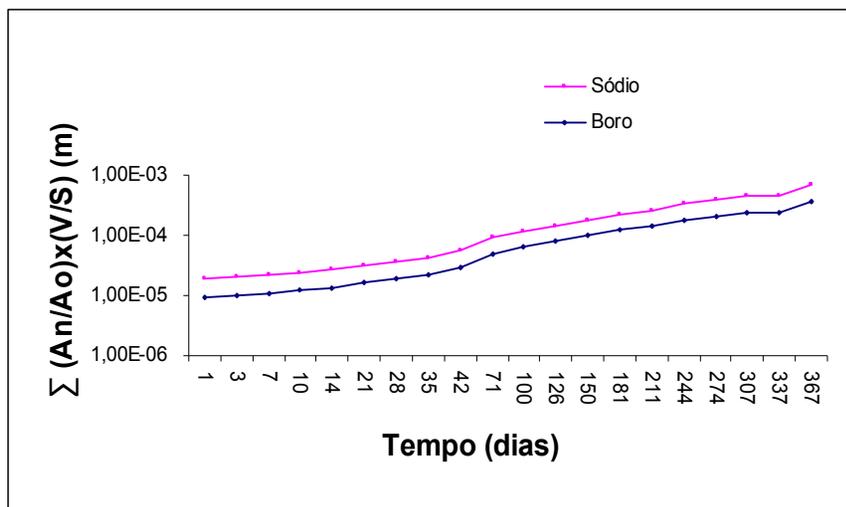
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 03 (Quadro 3)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB04**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO			Corpo 2	Corpo 5
Betume	TIPO A	Ponto de Amolecimento (°C)		76,0	76,0			
Vazão de Betume (kg/h)	0,550	Peso Início de Lixiviação (g)		183,40	188,00			
Vazão de Concentrado (l/h)	1,080	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80			
Temperatura de operação (°C)	166	Altura Média (cm)		5,25	5,30			
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		148,50	149,41			
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,215	Volume (cm ³)		138,71	140,03			
Sólido no rejeito (%)	28,3	Densidade inicial (g/cm ³)		1,32	1,34			
Sais incorporado em betume (%)	40,3	Teor Boro Produto (mg)		8028	8229			
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		12202	12508			
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,60	1,60			

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 5		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	5,0	7,6	5,3	7,6	9,48E-06	9,21E-06	1,46E-07	1,42E-07	1,01E-01	9,84E-02	9,48E-06	9,21E-06	1
2	0,4	1,4	0,4	0,6	1,03E-05	1,04E-05	5,96E-09	9,45E-09	1,10E-01	1,12E-01	3,42E-06	3,48E-06	3
3	0,5	0,6	0,3	0,4	1,10E-05	1,11E-05	2,95E-09	2,43E-09	1,18E-01	1,18E-01	1,57E-06	1,58E-06	7
4	0,7	1,0	0,5	0,6	1,21E-05	1,21E-05	5,45E-09	5,11E-09	1,29E-01	1,29E-01	1,21E-06	1,21E-06	10
5	0,9	1,2	0,5	0,7	1,34E-05	1,32E-05	4,98E-09	4,37E-09	1,43E-01	1,41E-01	9,56E-07	9,43E-07	14
6	2,1	2,6	0,8	1,0	1,61E-05	1,54E-05	5,89E-09	4,81E-09	1,72E-01	1,65E-01	7,65E-07	7,33E-07	21
7	1,7	2,2	1,0	1,1	1,85E-05	1,74E-05	5,42E-09	4,41E-09	1,98E-01	1,86E-01	6,62E-07	6,21E-07	28
8	2,7	3,5	1,5	2,0	2,24E-05	2,07E-05	8,53E-09	7,35E-09	2,40E-01	2,22E-01	6,40E-07	5,93E-07	35
9	4,0	6,1	2,7	3,3	2,86E-05	2,65E-05	1,36E-08	1,26E-08	3,06E-01	2,83E-01	6,81E-07	6,30E-07	42
10	12,0	15,0	9,2	11,0	4,81E-05	4,22E-05	1,04E-08	8,38E-09	5,15E-01	4,52E-01	6,78E-07	5,95E-07	71
11	10,0	12,0	6,6	8,2	6,35E-05	5,45E-05	8,13E-09	6,51E-09	6,79E-01	5,83E-01	6,35E-07	5,45E-07	100
12	9,3	6,2	7,0	9,2	7,85E-05	6,38E-05	8,91E-09	5,53E-09	8,39E-01	6,82E-01	6,23E-07	5,06E-07	126
13	14,0	18,0	7,4	10,0	9,83E-05	8,08E-05	1,27E-08	1,09E-08	1,05E+00	8,64E-01	6,55E-07	5,39E-07	150
14	14,0	15,0	13,0	14,0	1,23E-04	9,84E-05	1,24E-08	8,74E-09	1,32E+00	1,05E+00	6,80E-07	5,44E-07	181
15	13,0	17,0	10,0	12,0	1,44E-04	1,16E-04	1,09E-08	9,04E-09	1,54E+00	1,24E+00	6,84E-07	5,50E-07	211
16	21,0	49,0	13,0	18,0	1,76E-04	1,57E-04	1,46E-08	1,90E-08	1,88E+00	1,68E+00	7,20E-07	6,43E-07	244
17	18,0	31,0	10,0	15,0	2,02E-04	1,85E-04	1,33E-08	1,43E-08	2,16E+00	1,98E+00	7,36E-07	6,74E-07	274
18	22,0	36,0	22,0	34,0	2,42E-04	2,27E-04	1,89E-08	1,98E-08	2,59E+00	2,43E+00	7,89E-07	7,40E-07	307
19	27,0	5,6	19,0	30,0	2,44E-04	2,06E-04	1,04E-08	5,27E-09	3,04E+00	2,66E+00	7,24E-07	6,12E-07	337
20	100,0	76,0	46,0	44,0	3,77E-04	3,00E-04	3,46E-08	1,87E-08	4,49E+00	3,44E+00	1,03E-06	8,18E-07	367

Quadro 4 – Campanha de incorporação de 40% de rejeito com betume A



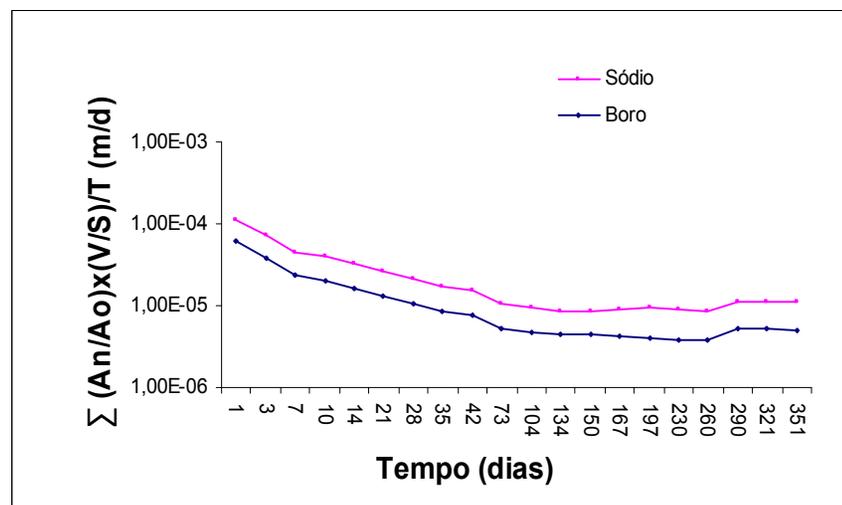
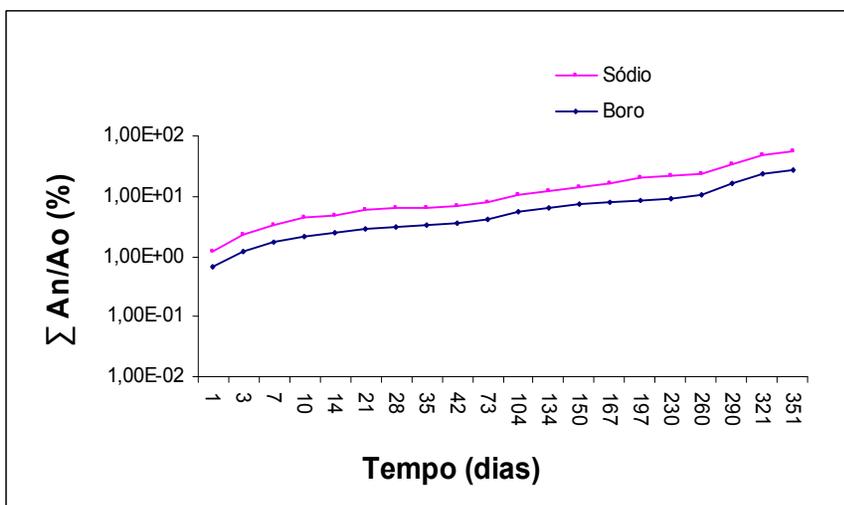
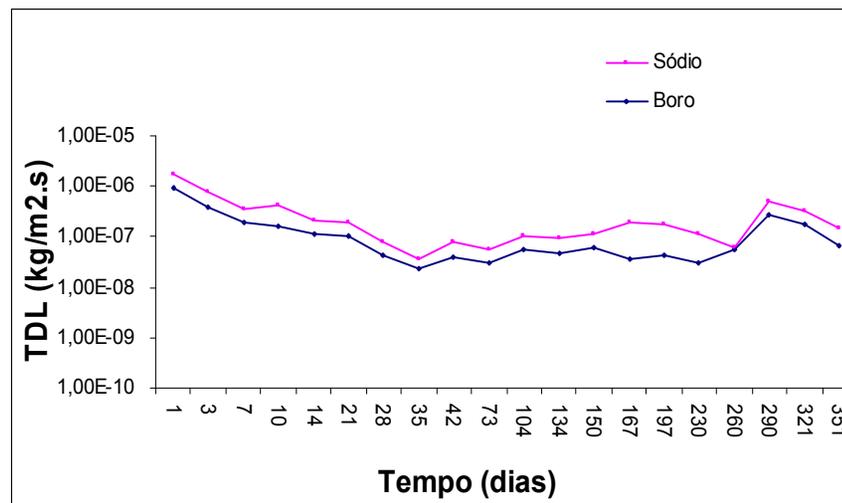
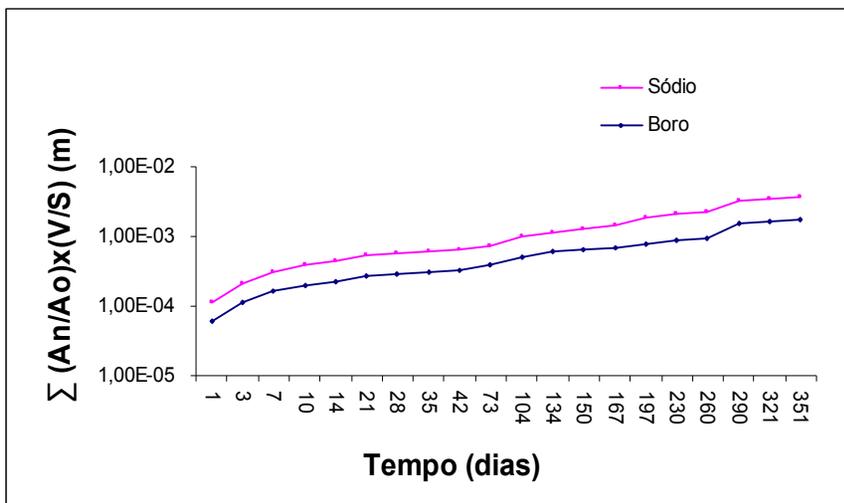
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 04 (Quadro 4)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB05**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO				Corpo 2	Corpo 4
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		103,0	103,0				
Vazão de Betume (kg/h)	0,540	Peso Início de Lixiviação (g)		174,85	174,59				
Vazão de Concentrado (l/h)	0,696	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80				
Temperatura de operação (°C)	168,5	Altura Média (cm)		5,10	5,10				
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		145,77	145,77				
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,198	Volume (cm ³)		134,75	134,75				
Sólido no rejeito (%)	27,8	Densidade inicial (g/cm ³)		1,30	1,30				
Sais incorporado em betume (%)	30,00	Teor Boro Produto (mg)		5807	5799				
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		8827	8814				
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,50	1,50				

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 4		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	23,4	30,0	27,7	36,0	6,11E-05	5,19E-05	9,16E-07	7,79E-07	6,60E-01	5,61E-01	6,11E-05	5,19E-05	1
2	21,7	31,0	23,2	31,0	1,15E-04	1,01E-04	4,03E-07	3,66E-07	1,24E+00	1,09E+00	3,82E-05	3,35E-05	3
3	22,0	30,0	19,0	31,0	1,64E-04	1,49E-04	1,84E-07	1,80E-07	1,77E+00	1,61E+00	2,34E-05	2,12E-05	7
4	14,6	47,0	11,9	19,0	1,95E-04	2,00E-04	1,58E-07	2,60E-07	2,11E+00	2,17E+00	1,95E-05	2,00E-05	10
5	13,7	18,0	11,4	14,0	2,25E-04	2,26E-04	1,13E-07	9,44E-08	2,44E+00	2,44E+00	1,61E-05	1,61E-05	14
6	21,4	31,0	17,6	26,0	2,72E-04	2,70E-04	9,99E-08	9,60E-08	2,94E+00	2,92E+00	1,29E-05	1,29E-05	21
7	8,7	12,0	7,6	8,7	2,91E-04	2,87E-04	4,18E-08	3,49E-08	3,15E+00	3,10E+00	1,04E-05	1,02E-05	28
8	5,1	4,1	4,3	3,6	3,03E-04	2,93E-04	2,41E-08	1,30E-08	3,27E+00	3,17E+00	8,65E-06	8,36E-06	35
9	8,4	12,0	7,0	11,0	3,21E-04	3,11E-04	3,94E-08	3,88E-08	3,47E+00	3,36E+00	7,64E-06	7,40E-06	42
10	27,0	36,0	26,0	34,0	3,84E-04	3,66E-04	3,07E-08	2,66E-08	4,16E+00	3,96E+00	5,26E-06	5,01E-06	73
11	53,0	71,0	46,0	62,0	5,03E-04	4,70E-04	5,73E-08	5,06E-08	5,44E+00	5,09E+00	4,83E-06	4,52E-06	104
12	44,0	65,0	34,0	49,0	5,96E-04	5,60E-04	4,66E-08	4,48E-08	6,45E+00	6,06E+00	4,45E-06	4,18E-06	134
13	34,0	40,0	23,0	30,0	6,64E-04	6,15E-04	6,39E-08	5,16E-08	7,18E+00	6,65E+00	4,43E-06	4,10E-06	150
14	20,0	17,0	15,0	200,0	7,06E-04	7,86E-04	3,69E-08	1,51E-07	7,63E+00	8,50E+00	4,23E-06	4,70E-06	167
15	37,0	235,0	34,0	93,0	7,90E-04	1,04E-03	4,24E-08	1,29E-07	8,55E+00	1,13E+01	4,01E-06	5,30E-06	197
16	29,0	35,0	26,0	193,0	8,56E-04	1,22E-03	2,99E-08	8,15E-08	9,26E+00	1,32E+01	3,72E-06	5,32E-06	230
17	41,0	7,2	52,0	6,5	9,67E-04	1,23E-03	5,56E-08	5,39E-09	1,05E+01	1,33E+01	3,72E-06	4,74E-06	260
18	218,0	274,0	241,0	315,0	1,52E-03	1,70E-03	2,74E-07	2,32E-07	1,64E+01	1,84E+01	5,23E-06	5,85E-06	290
19	339,0	477,0	268,0	341,0	1,69E-03	1,88E-03	1,78E-07	1,58E-07	2,42E+01	2,53E+01	5,27E-06	5,84E-06	321
20	136,0	241,0	83,0	180,0	1,78E-03	2,03E-03	6,44E-08	8,14E-08	2,71E+01	2,89E+01	5,06E-06	5,78E-06	351

Quadro 5 – Campanha de incorporação de 30% de rejeito com betume B



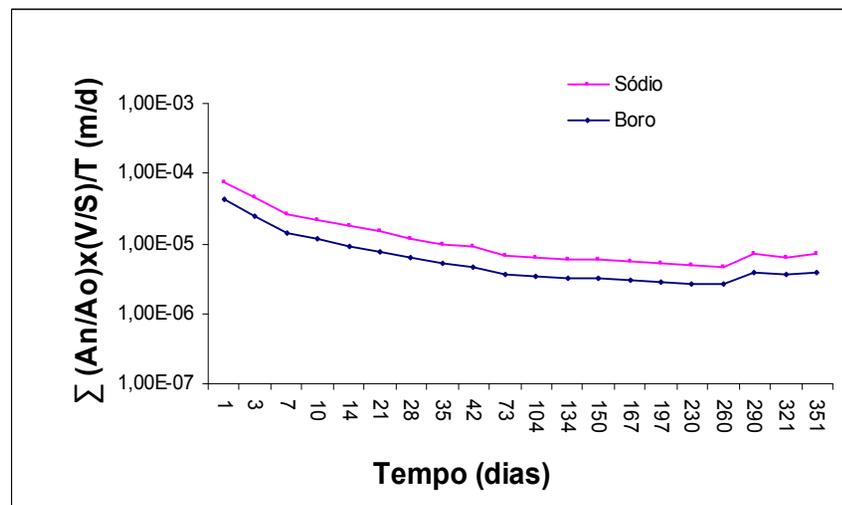
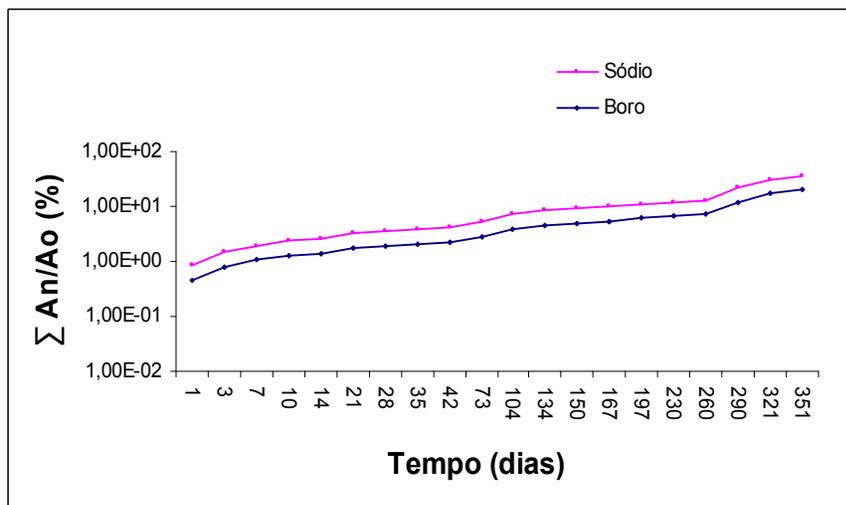
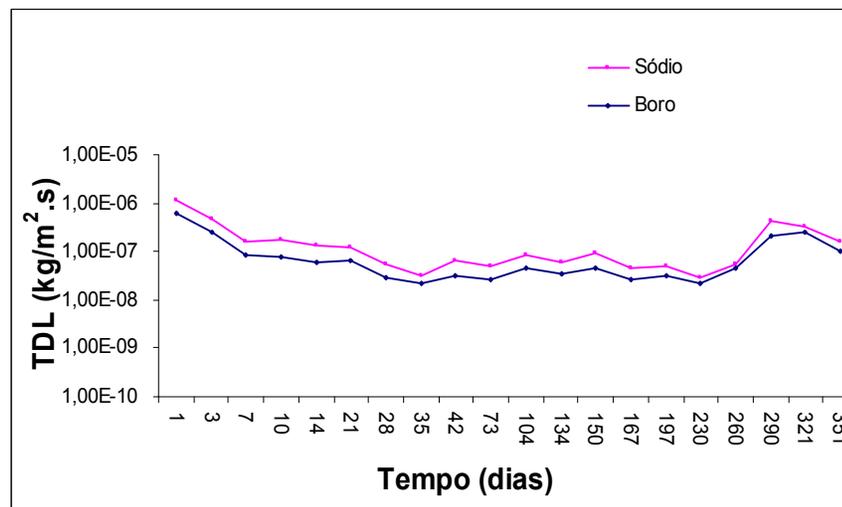
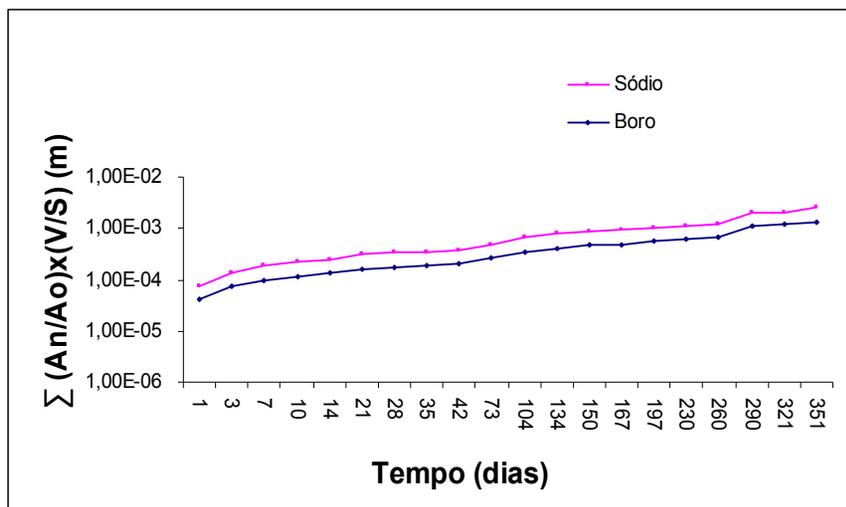
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 05 (Quadro 5)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB06**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO			Corpo 2	Corpo 3
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		103,5	103,5			
Vazão de Betume (kg/h)	0,543	Peso Início de Lixiviação (g)		174,02	175,70			
Vazão de Concentrado (l/h)	0,800	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80			
Temperatura de operação (°C)	170,8	Altura Média (cm)		5,10	5,10			
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		145,77	145,77			
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,212	Volume (cm ³)		134,75	134,75			
Sólido no rejeito (%)	28,1	Densidade inicial (g/cm ³)		1,29	1,30			
Sais incorporado em betume (%)	33,4	Teor Boro Produto (mg)		6362	6424			
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		9671	9764			
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,50	1,50			

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 3		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	16,8	21,0	21,9	28,0	4,19E-05	3,49E-05	6,30E-07	5,25E-07	4,54E-01	3,78E-01	4,19E-05	3,49E-05	1
2	12,7	17,0	17,3	22,0	7,45E-05	6,27E-05	2,44E-07	2,09E-07	8,05E-01	6,79E-01	2,48E-05	2,09E-05	3
3	9,7	14,0	11,4	15,0	9,73E-05	8,34E-05	8,59E-08	7,77E-08	1,05E+00	9,03E-01	1,39E-05	1,19E-05	7
4	7,5	12,0	7,4	13,0	1,13E-04	1,01E-04	8,09E-08	8,93E-08	1,23E+00	1,10E+00	1,13E-05	1,01E-05	10
5	7,6	10,0	7,6	15,0	1,30E-04	1,19E-04	6,19E-08	6,70E-08	1,41E+00	1,29E+00	9,28E-06	8,51E-06	14
6	14,1	18,0	14,3	18,0	1,61E-04	1,45E-04	6,61E-08	5,51E-08	1,74E+00	1,57E+00	7,66E-06	6,89E-06	21
7	6,2	7,3	5,9	8,4	1,74E-04	1,56E-04	2,82E-08	2,40E-08	1,88E+00	1,69E+00	6,21E-06	5,57E-06	28
8	5,2	4,3	4,3	2,8	1,84E-04	1,61E-04	2,21E-08	1,09E-08	1,99E+00	1,74E+00	5,26E-06	4,60E-06	35
9	7,4	11,0	6,4	8,9	1,99E-04	1,75E-04	3,21E-08	3,05E-08	2,15E+00	1,90E+00	4,74E-06	4,17E-06	42
10	28,0	37,0	24,0	32,0	2,56E-04	2,24E-04	2,73E-08	2,39E-08	2,76E+00	2,43E+00	3,50E-06	3,08E-06	73
11	45,0	65,0	41,0	60,0	3,49E-04	3,14E-04	4,52E-08	4,32E-08	3,77E+00	3,39E+00	3,35E-06	3,02E-06	104
12	30,0	37,0	32,0	42,0	4,16E-04	3,70E-04	3,37E-08	2,82E-08	4,50E+00	4,00E+00	3,11E-06	2,76E-06	134
13	26,0	37,0	18,0	35,0	4,64E-04	4,21E-04	4,48E-08	4,82E-08	5,02E+00	4,56E+00	3,09E-06	2,81E-06	150
14	14,0	15,0	14,0	17,0	4,94E-04	4,44E-04	2,68E-08	2,02E-08	5,35E+00	4,81E+00	2,96E-06	2,66E-06	167
15	29,0	16,0	28,0	32,0	5,56E-04	4,78E-04	3,09E-08	1,71E-08	6,02E+00	5,18E+00	2,82E-06	2,43E-06	197
16	20,0	13,0	24,0	9,2	6,04E-04	4,94E-04	2,17E-08	7,21E-09	6,53E+00	5,35E+00	2,62E-06	2,15E-06	230
17	41,0	17,0	40,0	8,7	6,92E-04	5,13E-04	4,40E-08	9,18E-09	7,48E+00	5,55E+00	2,66E-06	1,97E-06	260
18	221,0	356,0	177,0	239,0	1,12E-03	9,38E-04	2,16E-07	2,13E-07	1,22E+01	1,01E+01	3,87E-06	3,23E-06	290
19	221,0	192,0	238,0	300,0	1,19E-03	8,63E-04	2,41E-07	8,64E-08	1,75E+01	1,39E+01	3,70E-06	2,69E-06	321
20	81,0	180,0	100,0	190,0	1,32E-03	1,20E-03	9,83E-08	6,50E-08	1,97E+01	1,68E+01	3,76E-06	3,42E-06	351

Quadro 6 – Campanha de incorporação de 30% de rejeito com betume B



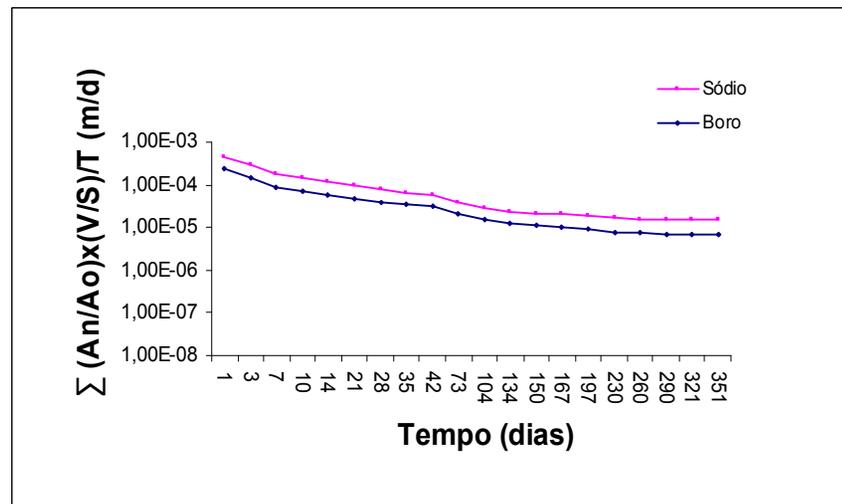
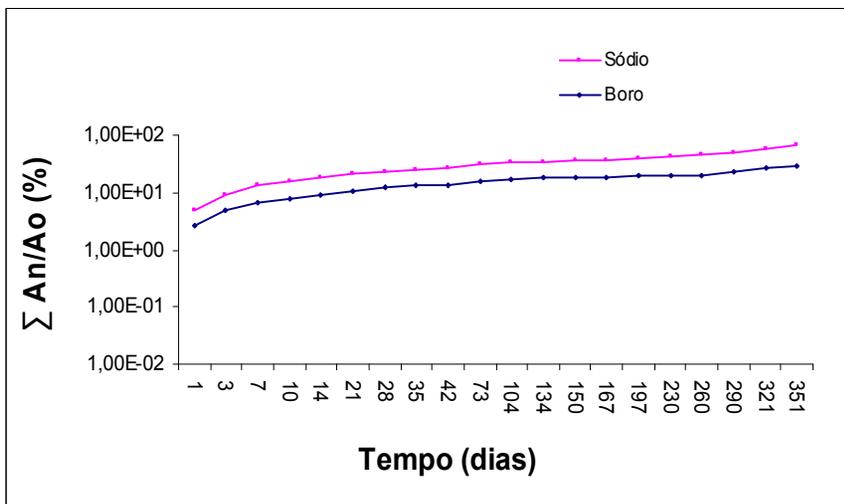
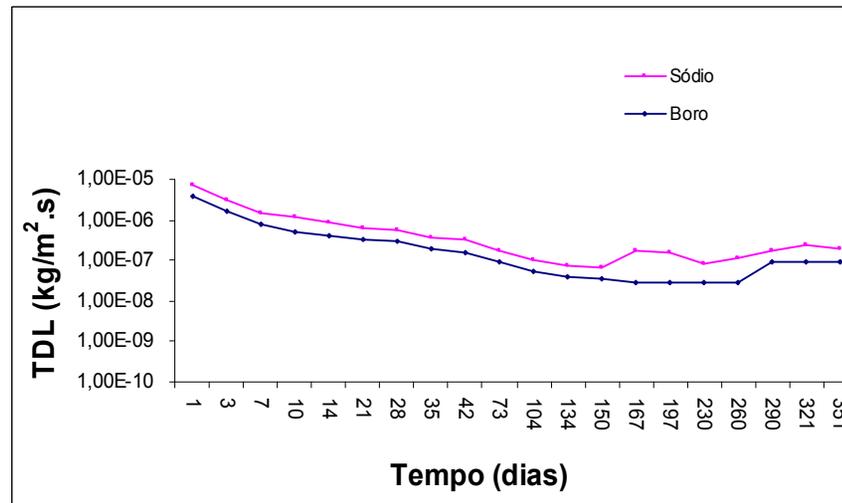
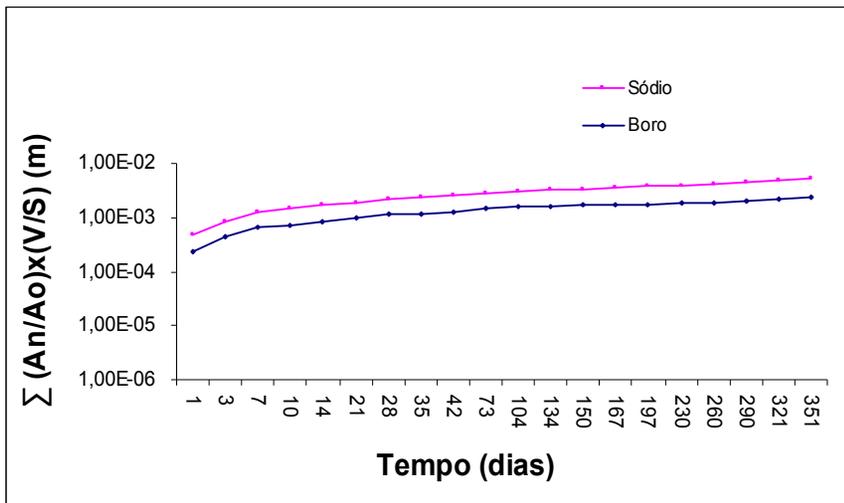
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 06 (Quadro 6)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB07**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO			Corpo 3	Corpo 5
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		103,8	103,8			
Vazão de Betume (kg/h)	0,540	Peso Início de Lixiviação (g)		174,95	187,16			
Vazão de Concentrado (l/h)	1,026	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80			
Temperatura de operação (°C)	160	Altura Média (cm)		4,90	5,10			
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		142,13	145,77			
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,210	Volume (cm ³)		129,46	134,75			
Sólido no rejeito (%)	29,0	Densidade inicial (g/cm ³)		1,35	1,39			
Sais incorporado em betume (%)	40,0	Teor Boro Produto (mg)		7416	7933			
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		11272	12059			
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,50	1,50			

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 3		Amostra: 5		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	129,0	190,0	140,0	190,0	2,41E-04	2,24E-04	3,83E-06	3,56E-06	2,63E+00	2,45E+00	2,41E-04	2,24E-04	1
2	114,0	160,0	109,0	160,0	4,41E-04	4,13E-04	1,59E-06	1,50E-06	4,81E+00	4,51E+00	1,47E-04	1,38E-04	3
3	112,0	160,0	101,0	135,0	6,33E-04	5,88E-04	7,58E-07	6,91E-07	6,90E+00	6,41E+00	9,04E-05	8,40E-05	7
4	56,8	168,0	50,0	52,0	7,29E-04	7,20E-04	5,07E-07	6,91E-07	7,95E+00	7,85E+00	7,29E-05	7,20E-05	10
5	65,4	100,0	54,6	79,0	8,37E-04	8,26E-04	4,27E-07	4,20E-07	9,12E+00	9,01E+00	5,98E-05	5,90E-05	14
6	87,0	118,0	71,0	93,0	9,79E-04	9,51E-04	3,22E-07	2,83E-07	1,07E+01	1,04E+01	4,66E-05	4,53E-05	21
7	84,0	107,0	66,0	88,0	1,11E-03	1,07E-03	3,05E-07	2,61E-07	1,21E+01	1,16E+01	3,98E-05	3,81E-05	28
8	52,0	75,0	40,0	62,0	1,20E-03	1,15E-03	1,87E-07	1,83E-07	1,31E+01	1,25E+01	3,42E-05	3,28E-05	35
9	41,0	62,0	40,0	62,0	1,27E-03	1,22E-03	1,65E-07	1,66E-07	1,38E+01	1,33E+01	3,02E-05	2,91E-05	42
10	115,0	160,0	80,0	102,0	1,45E-03	1,38E-03	8,97E-08	7,93E-08	1,58E+01	1,50E+01	1,98E-05	1,88E-05	73
11	73,0	100,0	49,0	70,0	1,56E-03	1,48E-03	5,61E-08	5,14E-08	1,70E+01	1,61E+01	1,50E-05	1,42E-05	104
12	49,0	62,0	34,0	42,0	1,63E-03	1,54E-03	3,95E-08	3,25E-08	1,78E+01	1,68E+01	1,22E-05	1,15E-05	134
13	25,0	26,0	16,0	24,0	1,67E-03	1,57E-03	3,66E-08	2,93E-08	1,82E+01	1,71E+01	1,11E-05	1,05E-05	150
14	21,0	135,0	14,0	115,0	1,70E-03	1,72E-03	2,94E-08	1,38E-07	1,85E+01	1,87E+01	1,02E-05	1,03E-05	167
15	33,0	241,0	25,0	180,0	1,75E-03	1,97E-03	2,76E-08	1,32E-07	1,91E+01	2,14E+01	8,89E-06	9,98E-06	197
16	41,0	73,0	27,0	123,0	1,81E-03	2,08E-03	2,94E-08	5,54E-08	1,98E+01	2,27E+01	7,88E-06	9,05E-06	230
17	30,0	143,0	29,0	140,0	1,87E-03	2,25E-03	2,80E-08	8,83E-08	2,03E+01	2,45E+01	7,18E-06	8,65E-06	260
18	135,0	192,0	62,0	94,0	2,04E-03	2,42E-03	9,39E-08	8,96E-08	2,23E+01	2,64E+01	7,05E-06	8,34E-06	290
19	283,0	498,0	125,0	396,0	2,24E-03	2,78E-03	9,56E-08	1,37E-07	2,63E+01	3,22E+01	6,96E-06	8,65E-06	321
20	258,0	446,0	121,0	242,0	2,39E-03	2,83E-03	8,88E-08	1,06E-07	3,01E+01	3,66E+01	6,80E-06	8,06E-06	351

Quadro 7 – Campanha de incorporação de 40% de rejeito com betume B



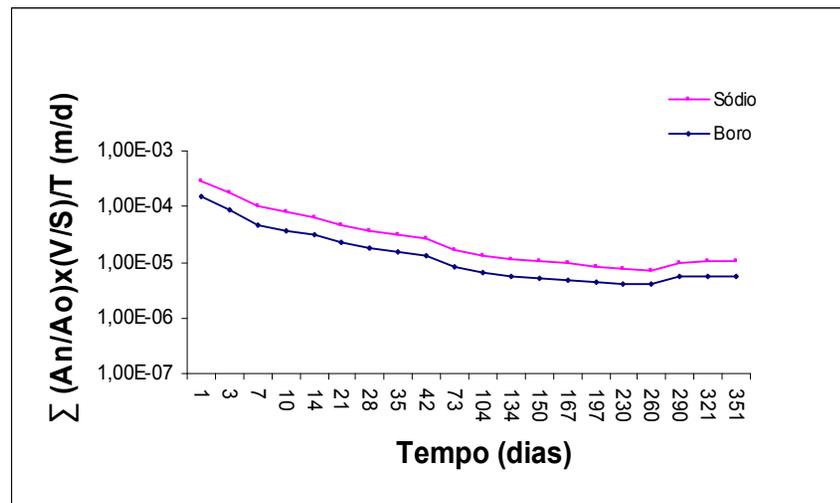
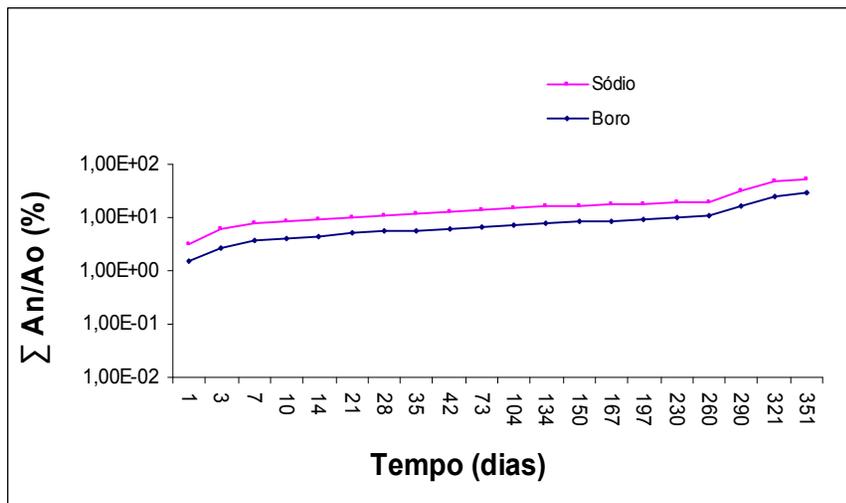
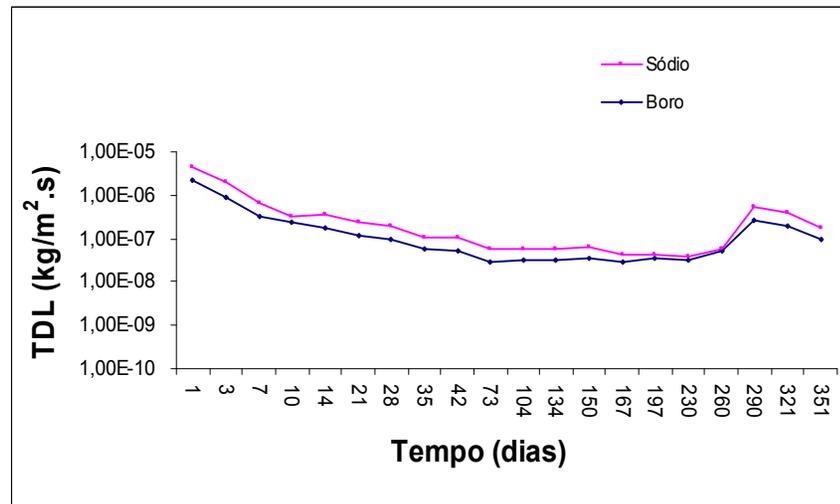
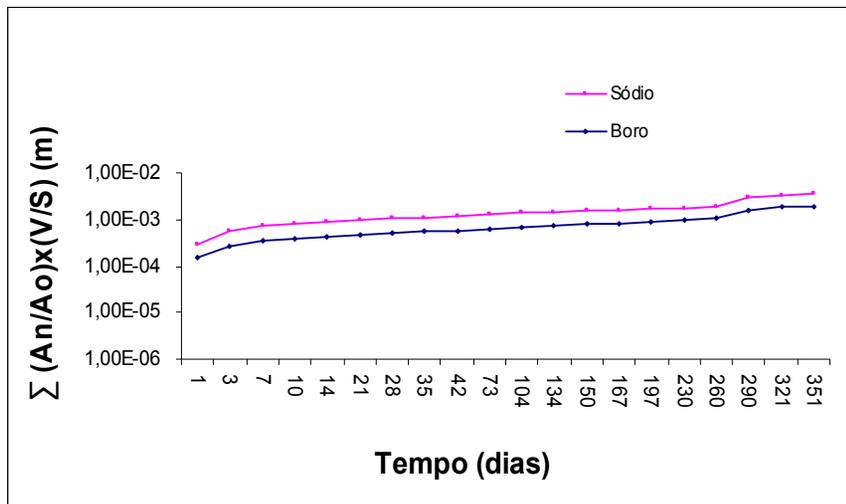
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 07 (Quadro 7)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB08**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO			Corpo 2	Corpo 3
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		105,0	105,0			
Vazão de Betume (kg/h)	0,503	Peso Início de Lixiviação (g)		190,16	184,60			
Vazão de Concentrado (l/h)	0,970	Diâmetro Médio (cm)		5,80	5,80			
Temperatura de operação (°C)	160	Altura Média (cm)		5,30	5,10			
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		149,41	145,77			
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,203	Volume (cm ³)		140,03	134,75			
Sólido no rejeito (%)	28,8	Densidade inicial (g/cm ³)		1,36	1,37			
Sais incorporado em betume (%)	40,1	Teor Boro Produto (mg)		8125	7887			
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		12349	11988			
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,50	1,50			

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 3		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	81,2	110,0	85,9	135,0	1,46E-04	1,41E-04	2,30E-06	2,22E-06	1,57E+00	1,51E+00	1,46E-04	1,41E-04	1
2	63,0	95,0	63,0	173,0	2,56E-04	2,95E-04	8,67E-07	1,22E-06	2,75E+00	3,17E+00	8,52E-05	9,83E-05	3
3	46,6	68,0	47,3	70,0	3,38E-04	3,74E-04	3,23E-07	3,13E-07	3,63E+00	4,02E+00	4,82E-05	5,34E-05	7
4	26,0	15,0	23,5	21,0	3,81E-04	3,95E-04	2,27E-07	1,09E-07	4,09E+00	4,25E+00	3,81E-05	3,95E-05	10
5	25,6	40,0	24,3	39,0	4,24E-04	4,40E-04	1,72E-07	1,79E-07	4,56E+00	4,73E+00	3,03E-05	3,14E-05	14
6	30,7	47,0	28,7	44,0	4,76E-04	4,92E-04	1,17E-07	1,18E-07	5,11E+00	5,29E+00	2,27E-05	2,34E-05	21
7	23,6	35,0	24,6	36,0	5,18E-04	5,33E-04	9,48E-08	9,19E-08	5,57E+00	5,73E+00	1,85E-05	1,90E-05	28
8	13,0	21,0	15,0	21,0	5,42E-04	5,57E-04	5,51E-08	5,43E-08	5,83E+00	5,99E+00	1,55E-05	1,59E-05	35
9	13,0	20,0	14,0	21,0	5,66E-04	5,81E-04	5,31E-08	5,31E-08	6,08E+00	6,24E+00	1,35E-05	1,38E-05	42
10	32,0	43,0	34,0	46,0	6,24E-04	6,32E-04	2,93E-08	2,60E-08	6,70E+00	6,79E+00	8,54E-06	8,65E-06	73
11	38,0	49,0	36,0	45,0	6,88E-04	6,86E-04	3,29E-08	2,75E-08	7,39E+00	7,37E+00	6,62E-06	6,59E-06	104
12	35,0	44,0	33,0	41,0	7,47E-04	7,34E-04	3,12E-08	2,57E-08	8,03E+00	7,89E+00	5,58E-06	5,48E-06	134
13	22,0	31,0	18,0	25,0	7,82E-04	7,66E-04	3,44E-08	3,17E-08	8,40E+00	8,24E+00	5,21E-06	5,11E-06	150
14	20,0	12,0	15,0	18,0	8,13E-04	7,84E-04	2,83E-08	1,60E-08	8,73E+00	8,42E+00	4,87E-06	4,69E-06	167
15	42,0	7,7	35,0	15,0	8,80E-04	7,97E-04	3,53E-08	6,88E-09	9,45E+00	8,56E+00	4,47E-06	4,04E-06	197
16	42,0	9,0	37,0	8,5	9,49E-04	8,07E-04	3,29E-08	4,80E-09	1,02E+01	8,67E+00	4,12E-06	3,51E-06	230
17	73,0	14,0	41,0	7,5	1,05E-03	8,19E-04	5,21E-08	6,47E-09	1,13E+01	8,80E+00	4,03E-06	3,15E-06	260
18	393,0	559,0	195,0	279,0	1,56E-03	1,30E-03	2,69E-07	2,52E-07	1,67E+01	1,39E+01	5,38E-06	4,48E-06	290
19	461,0	648,0	390,0	590,0	1,79E-03	1,53E-03	1,92E-07	1,84E-07	2,47E+01	2,16E+01	5,57E-06	4,76E-06	321
20	175,0	262,0	242,0	323,0	1,92E-03	1,63E-03	9,43E-08	8,70E-08	2,86E+01	2,52E+01	5,48E-06	4,66E-06	351

Quadro 8 – Campanha de incorporação de 40% de rejeito com betume B



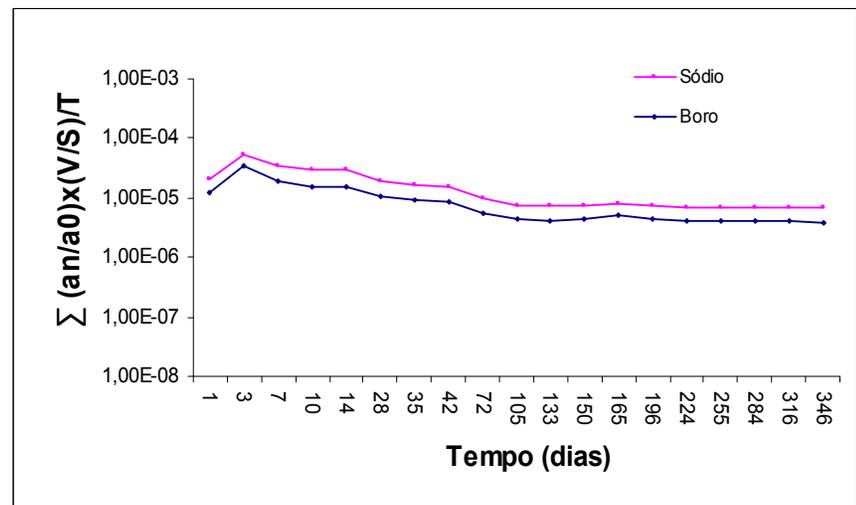
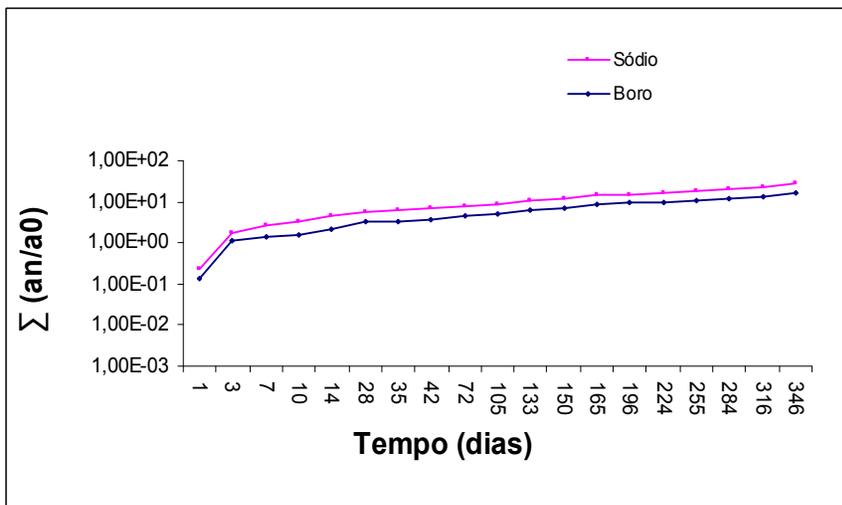
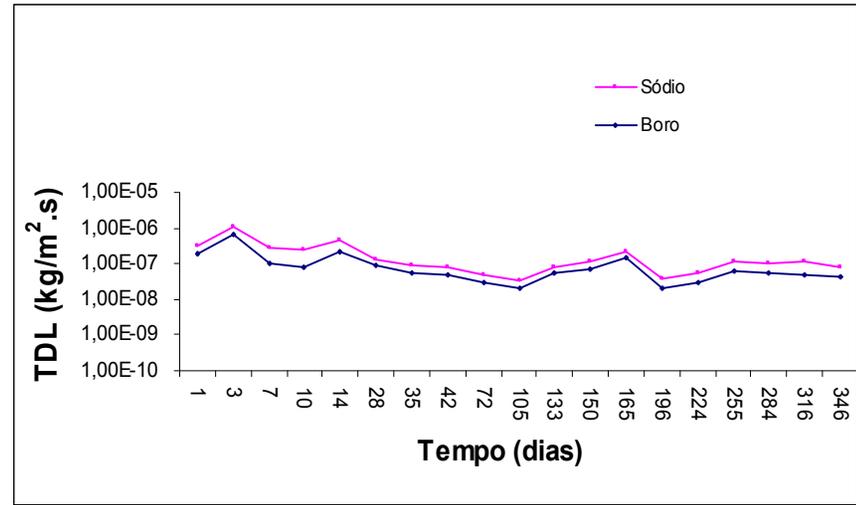
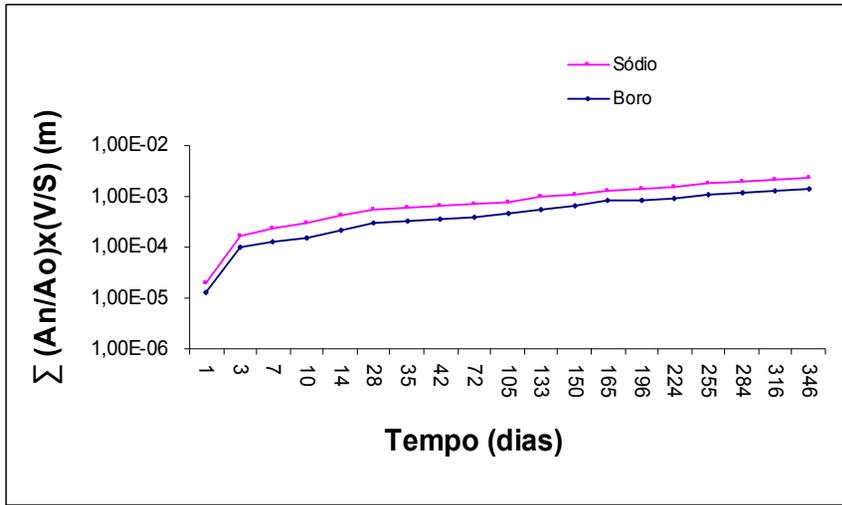
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 08 (Quadro 8)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB09**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO				Corpo 2	Corpo 3
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		95,0	95,0				
Vazão de Betume (kg/h)	0,564	Peso Início de Lixiviação (g)		177,20	169,90				
Vazão de Concentrado (l/h)	0,750	Diâmetro Médio (cm)		5,52	5,47				
Temperatura de operação (°C)	185	Altura Média (cm)		5,96	5,71				
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		151,22	145,12				
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,218	Volume (cm ³)		142,63	134,18				
Sólido no rejeito (%)	30,0	Densidade inicial (g/cm ³)		1,24	1,27				
Sais incorporado em betume (%)	32,67	Teor Boro Produto (mg)		5938	5694				
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		9026	8654				
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,55	1,55				

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 3		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	5,0	5,0	5,0	4,8	1,24E-05	8,02E-06	1,81E-07	1,16E-07	1,33E-01	8,59E-02	1,24E-05	8,02E-06	1
2	36,0	36,0	36,0	27,0	1,02E-04	5,95E-05	6,51E-07	3,73E-07	1,09E+00	6,37E-01	3,40E-05	1,98E-05	3
3	12,0	12,0	12,0	47,0	1,32E-04	1,08E-04	1,08E-07	1,78E-07	1,41E+00	1,16E+00	1,88E-05	1,55E-05	7
4	6,9	6,9	6,9	35,0	1,49E-04	1,43E-04	8,31E-08	1,68E-07	1,60E+00	1,53E+00	1,49E-05	1,43E-05	10
5	25,0	25,0	25,0	45,0	2,11E-04	2,00E-04	2,26E-07	2,09E-07	2,26E+00	2,15E+00	1,51E-05	1,43E-05	14
6	33,0	33,0	33,0	30,0	2,94E-04	2,52E-04	8,52E-08	5,35E-08	3,14E+00	2,70E+00	1,05E-05	8,99E-06	28
7	11,0	11,0	11,0	11,0	3,21E-04	2,70E-04	5,68E-08	3,74E-08	3,44E+00	2,90E+00	9,17E-06	7,71E-06	35
8	10,0	10,0	10,0	8,0	3,46E-04	2,85E-04	5,16E-08	3,05E-08	3,70E+00	3,05E+00	8,23E-06	6,77E-06	42
9	24,0	24,0	24,0	21,0	4,06E-04	3,21E-04	2,89E-08	1,78E-08	4,34E+00	3,45E+00	5,63E-06	4,46E-06	72
10	19,0	19,0	19,0	13,0	4,53E-04	3,48E-04	2,08E-08	1,15E-08	4,85E+00	3,73E+00	4,31E-06	3,31E-06	105
11	44,0	44,0	44,0	19,0	5,62E-04	3,99E-04	5,68E-08	2,65E-08	6,02E+00	4,28E+00	4,23E-06	3,00E-06	133
12	35,0	35,0	35,0	17,0	6,50E-04	4,41E-04	7,44E-08	3,61E-08	6,96E+00	4,73E+00	4,33E-06	2,94E-06	150
13	65,0	65,0	65,0	24,0	8,11E-04	5,14E-04	1,57E-07	6,99E-08	8,69E+00	5,50E+00	4,92E-06	3,11E-06	165
14	19,0	25,0	15,0	17,0	8,54E-04	5,48E-04	1,98E-08	1,60E-08	9,14E+00	5,87E+00	4,36E-06	2,80E-06	196
15	31,0	36,0	18,0	28,0	9,14E-04	6,00E-04	3,15E-08	2,71E-08	9,79E+00	6,43E+00	4,08E-06	2,68E-06	224
16	65,0	87,0	43,0	50,0	1,05E-03	7,12E-04	6,27E-08	5,23E-08	1,12E+01	7,62E+00	4,11E-06	2,79E-06	255
17	55,0	72,0	31,0	43,0	1,16E-03	8,06E-04	5,33E-08	4,69E-08	1,24E+01	8,63E+00	4,07E-06	2,84E-06	284
18	38,0	106,0	50,0	66,0	1,26E-03	9,47E-04	4,98E-08	6,36E-08	1,35E+01	1,01E+01	4,00E-06	3,00E-06	316
19	100,0	117,0	58,0	76,0	1,35E-03	9,64E-04	4,58E-08	3,68E-08	1,56E+01	1,18E+01	3,91E-06	2,79E-06	346

Quadro 9 – Campanha de incorporação de 32,5% de rejeito com betume B



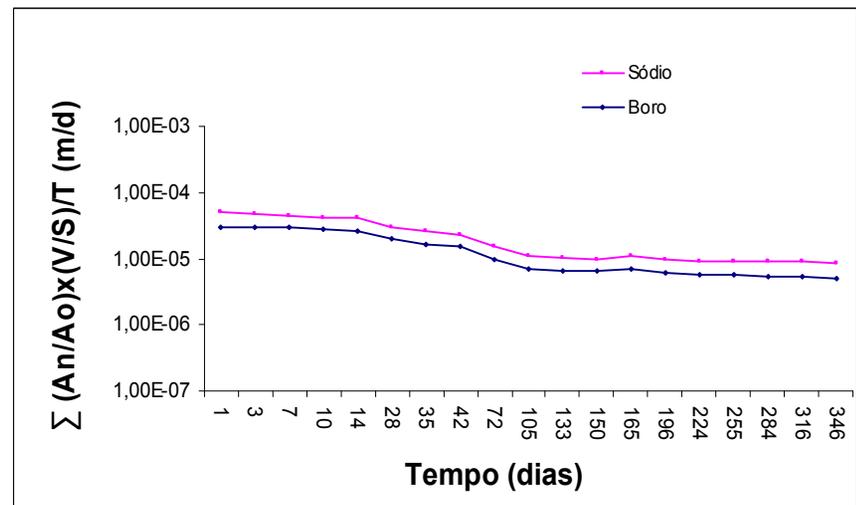
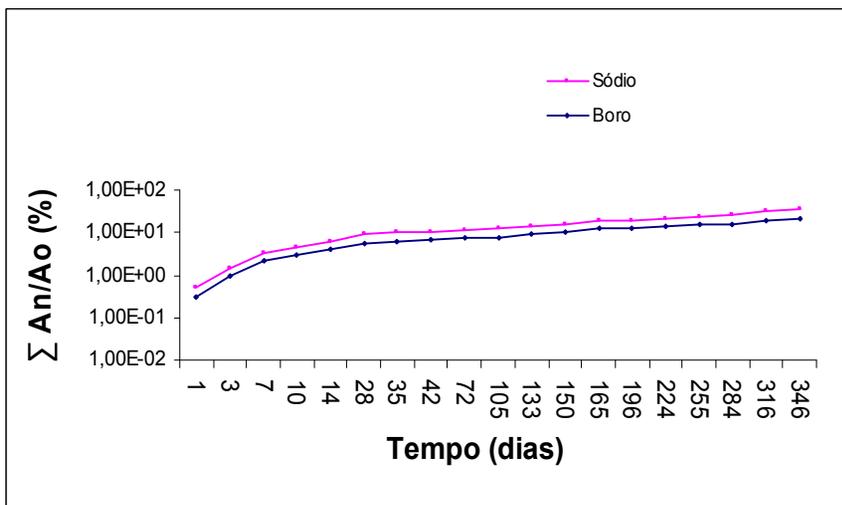
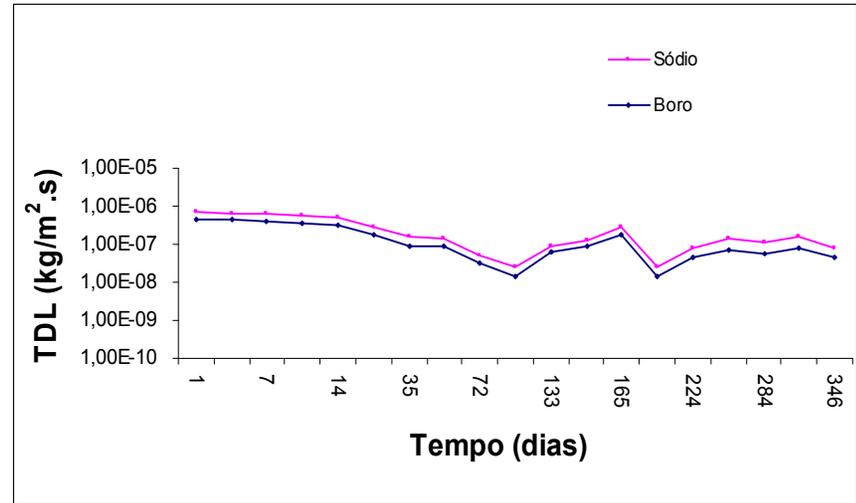
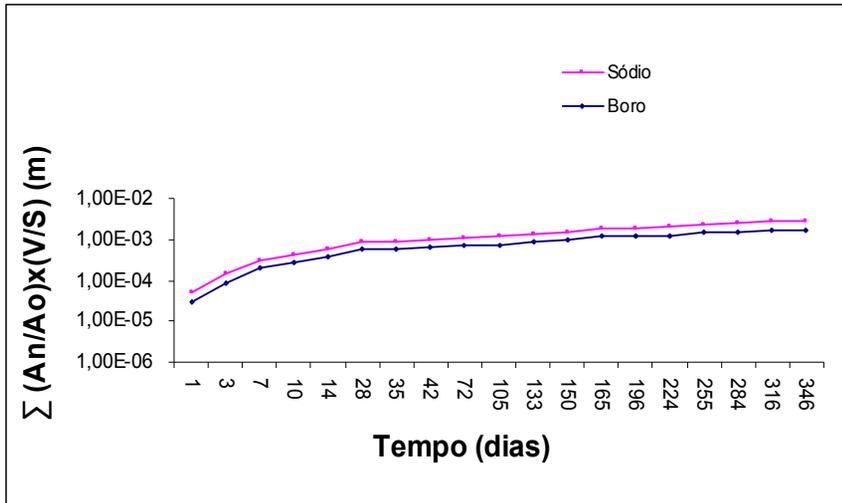
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 09 (Quadro 9)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB10**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO			Corpo 2	Corpo 3
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		99,0	99,0			
Vazão de Betume (kg/h)	0,556	Peso Início de Lixiviação (g)		177,30	178,60			
Vazão de Concentrado (l/h)	0,930	Diâmetro Médio (cm)		5,44	5,83			
Temperatura de operação (°C)	185	Altura Média (cm)		5,85	5,66			
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		146,46	157,06			
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,218	Volume (cm ³)		135,97	151,09			
Sólido no rejeito (%)	30,0	Densidade inicial (g/cm ³)		1,30	1,18			
Sais incorporado em betume (%)	37,90	Teor Boro Produto (mg)		6893	6943			
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		10477	10554			
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,55	1,55			

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 3		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	14,0	14,0	14,0	16,0	2,96E-05	2,09E-05	4,26E-07	3,00E-07	3,14E-01	2,21E-01	2,96E-05	2,09E-05	1
2	28,0	28,0	28,0	13,0	8,89E-05	4,93E-05	4,26E-07	2,08E-07	9,41E-01	5,24E-01	2,96E-05	1,64E-05	3
3	54,0	54,0	54,0	25,0	2,03E-04	1,04E-04	4,11E-07	2,00E-07	2,15E+00	1,11E+00	2,90E-05	1,49E-05	7
4	35,0	35,0	35,0	25,0	2,77E-04	1,46E-04	3,55E-07	2,01E-07	2,94E+00	1,55E+00	2,77E-05	1,46E-05	10
5	42,0	42,0	42,0	42,0	3,66E-04	2,04E-04	3,20E-07	2,10E-07	3,88E+00	2,17E+00	2,62E-05	1,46E-05	14
6	85,0	85,0	85,0	58,0	5,46E-04	3,04E-04	1,85E-07	1,03E-07	5,78E+00	3,22E+00	1,95E-05	1,08E-05	28
7	21,0	21,0	21,0	20,0	5,91E-04	3,32E-04	9,13E-08	5,87E-08	6,25E+00	3,53E+00	1,69E-05	9,49E-06	35
8	20,0	20,0	20,0	18,0	6,33E-04	3,59E-04	8,70E-08	5,45E-08	6,70E+00	3,81E+00	1,51E-05	8,54E-06	42
9	33,0	33,0	33,0	24,0	7,03E-04	3,98E-04	3,35E-08	1,91E-08	7,44E+00	4,23E+00	9,76E-06	5,53E-06	72
10	16,0	16,0	16,0	16,0	7,37E-04	4,21E-04	1,48E-08	9,71E-09	7,80E+00	4,46E+00	7,02E-06	4,01E-06	105
11	56,0	56,0	56,0	36,0	8,56E-04	4,84E-04	6,09E-08	3,32E-08	9,05E+00	5,14E+00	6,43E-06	3,64E-06	133
12	49,0	49,0	49,0	27,0	9,59E-04	5,37E-04	8,78E-08	4,52E-08	1,01E+01	5,70E+00	6,40E-06	3,58E-06	150
13	88,0	88,0	88,0	78,0	1,15E-03	6,53E-04	1,79E-07	1,11E-07	1,21E+01	6,92E+00	6,94E-06	3,96E-06	165
14	17,0	21,0	13,0	15,0	1,18E-03	6,78E-04	1,48E-08	1,17E-08	1,25E+01	7,19E+00	6,01E-06	3,46E-06	196
15	42,0	50,0	37,0	44,00	1,26E-03	7,43E-04	4,30E-08	3,37E-08	1,33E+01	7,88E+00	5,63E-06	3,32E-06	224
16	84,0	105,0	63,0	88,00	1,42E-03	8,77E-04	7,25E-08	6,25E-08	1,50E+01	9,31E+00	5,55E-06	3,44E-06	255
17	57,0	82,0	54,0	81,00	1,53E-03	9,91E-04	5,83E-08	5,63E-08	1,62E+01	1,05E+01	5,40E-06	3,49E-06	284
18	73,0	94,0	104,0	138,00	1,72E-03	1,15E-03	8,37E-08	7,21E-08	1,82E+01	1,22E+01	5,45E-06	3,65E-06	316
19	100,0	125,0	80,0	88,00	1,72E-03	1,14E-03	4,44E-08	3,46E-08	2,02E+01	1,38E+01	4,98E-06	3,29E-06	346

Quadro 10 – Campanha de incorporação de 37,5% de rejeito com betume B



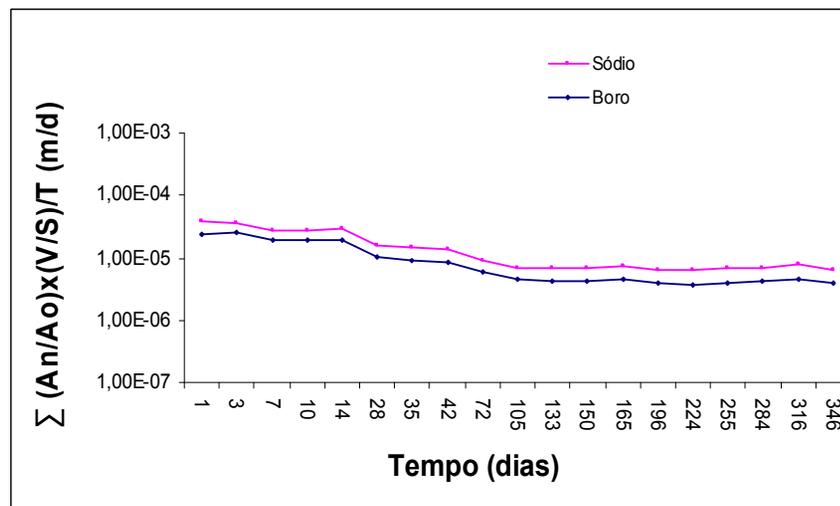
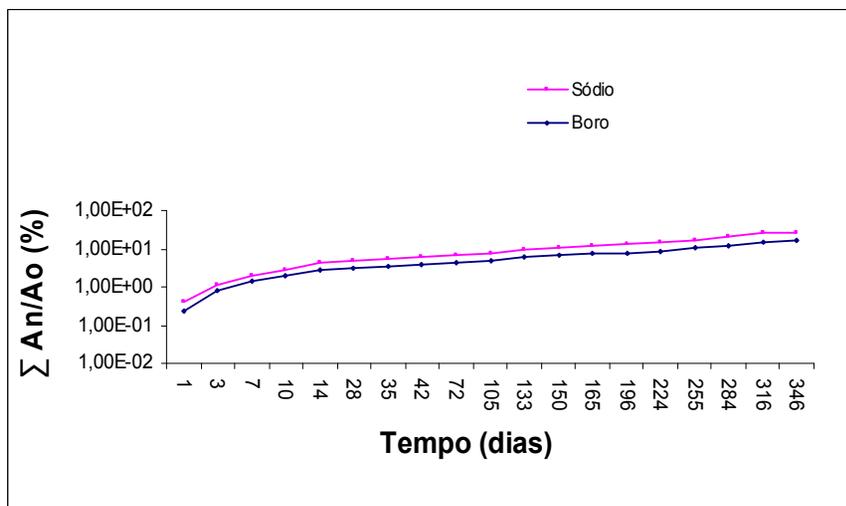
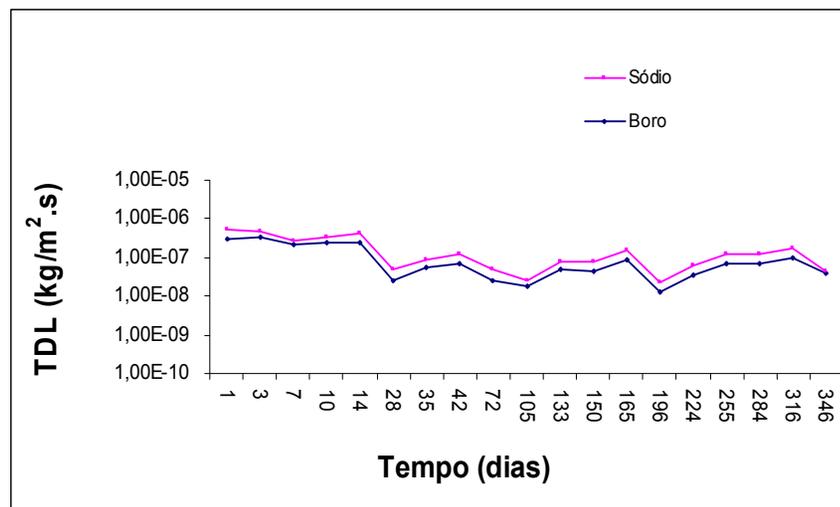
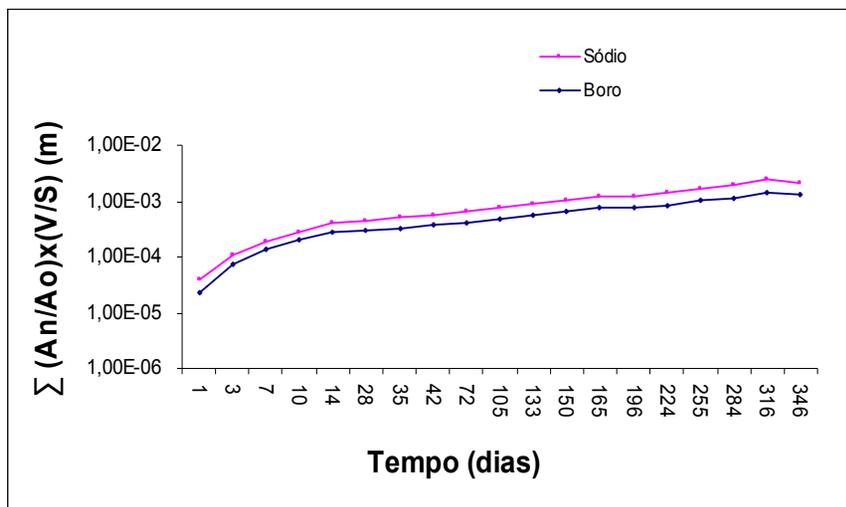
Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB 10 (Quadro 10)

AMOSTRA LIXIVIADA : **TB11**

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO				Corpo 3	Corpo 4
Betume	TIPO B	Ponto de Amolecimento (°C)		95,3	95,3				
Vazão de Betume (kg/h)	0,561	Peso Início de Lixiviação (g)		176,10	176,60				
Vazão de Concentrado (l/h)	0,850	Diâmetro Médio (cm)		5,82	5,83				
Temperatura de operação (°C)	185	Altura Média (cm)		5,87	5,82				
Tipo de Rejeito	conc. Cs	Área Superficial (cm ²)		160,53	159,99				
Densidade do Conc. (g/cm ³)	1,218	Volume (cm ³)		156,16	155,36				
Sólido no rejeito (%)	29,0	Densidade inicial (g/cm ³)		1,13	1,14				
Sais incorporado em betume (%)	34,86	Teor Boro Produto (mg)		6505	6524				
Na em 1 kg de concentrado (g)	46,71	Teor Sódio Produto (mg)		9888	9916				
B em 1 kg de concentrado (g)	30,73	Volume de Lixivante (dm ³)		1,55	1,55				

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 3		Amostra: 4		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	10,0	10,0	10,0	11,0	2,31E-05	1,60E-05	3,03E-07	2,09E-07	2,38E-01	1,64E-01	2,31E-05	1,60E-05	1
2	22,0	22,0	22,0	4,5	7,40E-05	3,62E-05	3,33E-07	1,32E-07	7,61E-01	3,72E-01	2,47E-05	1,21E-05	3
3	27,0	27,0	27,0	0,9	1,36E-04	5,74E-05	2,05E-07	6,93E-08	1,40E+00	5,90E-01	1,95E-05	8,20E-06	7
4	25,0	25,0	25,0	0,8	1,94E-04	7,70E-05	2,53E-07	8,54E-08	2,00E+00	7,92E-01	1,94E-05	7,70E-06	10
5	32,0	32,0	32,0	35,0	2,68E-04	1,28E-04	2,42E-07	1,67E-07	2,76E+00	1,32E+00	1,92E-05	9,14E-06	14
6	12,0	12,0	12,0	18,0	2,96E-04	1,51E-04	2,60E-08	2,14E-08	3,05E+00	1,55E+00	1,06E-05	5,39E-06	28
7	13,0	13,0	13,0	12,0	3,26E-04	1,70E-04	5,63E-08	3,56E-08	3,35E+00	1,75E+00	9,32E-06	4,85E-06	35
8	17,0	17,0	17,0	16,0	3,65E-04	1,95E-04	7,36E-08	4,70E-08	3,76E+00	2,01E+00	8,70E-06	4,64E-06	42
9	24,0	24,0	24,0	49,0	4,21E-04	2,50E-04	2,42E-08	2,43E-08	4,33E+00	2,58E+00	5,85E-06	3,48E-06	72
10	19,0	19,0	19,0	10,0	4,65E-04	2,72E-04	1,74E-08	8,76E-09	4,78E+00	2,80E+00	4,43E-06	2,60E-06	105
11	46,0	46,0	46,0	42,0	5,71E-04	3,39E-04	4,98E-08	3,13E-08	5,88E+00	3,49E+00	4,29E-06	2,55E-06	133
12	25,0	25,0	25,0	35,0	6,29E-04	3,85E-04	4,46E-08	3,52E-08	6,47E+00	3,96E+00	4,19E-06	2,57E-06	150
13	45,0	45,0	45,0	49,0	7,33E-04	4,57E-04	9,09E-08	6,25E-08	7,54E+00	4,70E+00	4,44E-06	2,77E-06	165
14	12,0	11,0	14,0	17,0	7,63E-04	4,78E-04	1,27E-08	9,01E-09	7,85E+00	4,92E+00	3,89E-06	2,44E-06	196
15	36,0	44,0	33,0	36,0	8,43E-04	5,39E-04	3,73E-08	2,85E-08	8,67E+00	5,54E+00	3,76E-06	2,40E-06	224
16	63,0	82,0	79,0	104,0	1,01E-03	6,80E-04	6,94E-08	5,98E-08	1,04E+01	7,00E+00	3,95E-06	2,67E-06	255
17	84,0	102,0	47,0	64,0	1,16E-03	8,07E-04	6,84E-08	5,70E-08	1,19E+01	8,30E+00	4,08E-06	2,84E-06	284
18	93,0	117,0	113,0	149,0	1,40E-03	1,01E-03	9,76E-08	8,29E-08	1,44E+01	1,04E+01	4,42E-06	3,19E-06	316
19	85,0	11,0	78,0	11,0	1,35E-03	8,23E-04	3,98E-08	3,54E-09	1,63E+01	1,06E+01	3,89E-06	2,38E-06	346

Quadro 11 – Campanha de incorporação de 35% de rejeito com betume B



Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano para a amostra TB11 (Quadro 11)

Na Tabela 5.7 estão apresentados os resultados das campanhas, que foram realizadas nas mesmas condições de operação e com as mesmas porcentagens estudadas utilizados no programa FATORIAL (BARROS NETO et al., 1995). As taxas de lixiviação calculadas são apresentadas nos Quadros 3, 4, 6 e 8, que se referem às campanhas TB03, TB04, TB06 e TB08.

Tabela 5.7 Resultados de planejamento fatorial 2^2 com as respostas PA, P e TDL para boro e sódio em 150 dias - repetição

Ensaio	Betume	Concentração de rejeito (%)	Média PA (°C)	Penetração (1/10) mm	TDL -Sódio $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$	TDL - Boro $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
TB 03	A	30	73,5	11,2	0,57	0,65
TB 04	A	40	76,0	9,2	1,09	1,27
TB 06	B	30	103,5	4,3	4,82	4,48
TB 08	B	40	105,0	2,8	3,17	3,44

Os valores utilizados para os cálculos da influência das variáveis no processo foram os valores médios das propriedades estudadas nas mesmas condições de operação e estão mostrados na Tabela 5.8. Estes dados foram calculados através do programa computacional FATORIAL.

Tabela 5.8 Resultados médios utilizados no Programa FATORIAL

Betume	Concentração de rejeito (%)	Média-PA (°C)	Penetração (1/10) mm	TDL - Sódio $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$	TDL - Boro $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
A	30	72,8	10,4	0,65	0,72
A	40	75,5	8,8	1,20	1,28
B	30	103,2	4,8	5,00	5,43
B	40	104,4	3,3	3,05	3,55

A partir destes resultados foi também utilizado o programa FATORIAL para cálculos de todos os efeitos principais e efeitos de interação dos fatores, bem como os gráficos normais e seminormais úteis para identificar os efeitos estatisticamente significativos.

5.2.2. Resultados com a resposta 'Ponto de Amolecimento'

Os resultados dos cálculos dos efeitos para a resposta 'Ponto de Amolecimento' são apresentados na Tabela 5.9. Neste planejamento realizado com dois fatores em dois níveis, para a decisão da interferência dos fatores e das interações sobre a resposta foi utilizado um teste *t de Student*. Este teste determina os intervalos de confiança, tendo zero como ponto central, com a suposição que os erros se distribuem normalmente. Estes resultados são os coeficientes da equação que relaciona a variável resposta 'Ponto de Amolecimento' com os fatores estudados, que são o tipo de betume e a concentração de rejeito. A influência destes fatores e a interação entre eles são determinadas pelo teste de Student.

Tabela 5.9 Efeitos calculados para resposta 'Ponto de Amolecimento'

Parâmetro	Efeito
Média	89,025
Tipo de betume	29,75
Concentração	1,95
Interação dos dois fatores	-0,75

5.2.3. Resultados com a resposta 'Penetração'

Os resultados dos cálculos dos efeitos para a resposta 'Penetração', também obtidos pelo programa FATORIAL são apresentados na Tabela 5.10.

Tabela 5.10 Efeitos calculados para resposta 'Penetração'

Parâmetro	Efeito
Média	6,875
Tipo de betume	-5,65
Concentração	-1,55
Interação dos dois fatores	0,05

5.2.4. Resultados com a resposta – ‘Taxa de Lixiviação de boro e de sódio em 150 dias’

Nas Tabelas 5.11 e 5.12 estão os resultados dos cálculos dos efeitos para as respostas das taxas de lixiviação de boro e sódio em 150 dias, calculadas pelo programa FATORIAL.

Tabela 5.11 Efeitos calculados para resposta ‘Taxa de Lixiviação de boro’

Parâmetro	Efeito x10 ⁻⁸
Média	2,783
Tipo de betume	3,565
Concentração	-0,735
Interação dos dois fatores	-1,295

Tabela 5.12 Efeitos calculados para resposta ‘Taxa de Lixiviação de sódio’

Parâmetro	Efeito x10 ⁻⁸
Média	2,525
Tipo de betume	3,200
Concentração	0,736
Interação dos dois fatores	1,296

5.2.5. Equações para verificação da influência dos efeitos

Como as observações individuais no planejamento fatorial foram realizadas em duplicatas (Tabelas 5.6 e 5.7), a estimativa combinada da variância de uma observação individual s^2 , para um conjunto de N ensaios duplicados é dada por:

$$s^2 = \sum d^2/2 \quad (5.1)$$

sendo d a diferença entre dois valores do par numérico.

No Planejamento Fatorial 2^2 cada efeito é uma combinação linear de 4 valores com coeficiente $\pm 1/2$. Admitindo que esses valores sejam independentes,

uma vez que as repetições foram autênticas, a estimativa da variância populacional da combinação linear

$$\sigma_y^2 = \sum a_i^2 \sigma_i^2 \quad (5.2)$$

sendo a_i o coeficiente e σ_i a variância da variável aleatória.

Utilizando-se estas fórmulas, foram calculadas, para todas as variáveis-resposta, as variâncias estimadas de cada efeito e o erro padrão de cada um dos efeitos, com o valor da variável de Student (t_n) para, o nível de confiança de 95% e 4 graus de liberdade.

São considerados estatisticamente significativos os efeitos, cujos valores excederem a

$$0 \pm t_n \times \text{erro padrão do efeito} \quad (5.3)$$

Na Tabela 5.13 estão apresentados os valores limites calculados para as variáveis resposta em estudo.

Tabela 5.13 Cálculo dos valores limite para consideração dos efeitos calculados

Resposta	Valores limite $0 \pm (t_n \times \text{erro padrão do efeito})$
Penetração	1,06
Ponto de amolecimento	1,15
Taxa de lixiviação de Na (150 d)	$0,17 \times 10^{-8}$
Taxa de lixiviação de B (150 d)	$0,08 \times 10^{-8}$

A partir dos cálculos realizados através do programa FATORIAL e da avaliação da influência dos fatores nas variáveis resposta, são apresentadas a seguir as equações para cada uma das variáveis resposta estudadas em função dos fatores:

$$P = 6,875 - 2,825 \times \frac{P_{bet} - 10,5}{0,50} - 0,775 \times \frac{C_{inc} - 35}{5} \quad (5.4)$$

$$PA = 89,025 + 14,875 \times \frac{PA_{bet} - 81,1}{10,7} + 0,975 \times \frac{C_{inc} - 35}{5} \quad (5.5)$$

$$TDL_{Na} (150 d) =$$

$$= 2,525 + 1,600 \times \frac{P_{bet} - 10,5}{0,50} - 0,375 \times \frac{C_{inc} - 35}{5} - 0,650 \times \left(\frac{P_{bet} - 10,5}{0,50} \right) \times \left(\frac{C_{inc} - 35}{5} \right) \quad (5.6)$$

$$TDL_B (150 d) =$$

$$= 2,783 + 1,782 \times \frac{P_{bet} - 10,5}{0,50} - 0,368 \times \left(\frac{C_{inc} - 35}{5} \right) - 0,648 \times \left(\frac{P_{bet} - 10,5}{0,50} \right) \times \left(\frac{C_{inc} - 35}{5} \right) \quad (5.7)$$

onde,

PA_{bet} : Ponto de Amolecimento do betume puro

P_{bet} : Penetração do betume puro

C_{inc} : concentração de rejeito incorporado

Os fatores estudados, tipo de betume e concentração de rejeito, foram os que influenciaram as respostas 'Ponto de Amolecimento' e a 'Penetração'. A interação entre os fatores pôde ser desprezada nas duas equações, após cálculos realizados apresentados na Tabela 5.13 para verificação da influência de todos os fatores, pois apresentaram resultados inferiores aos limites calculados.

A lixiviação em 150 dias dos íons boro e sódio, também variáveis resposta escolhidas para a realização do Planejamento de Experimentos, são influenciadas tanto pelos fatores tipo de betume e concentração de rejeito incorporado quanto pela interação entre os fatores, conforme os valores obtidos da Tabela 5.13. Os valores dos efeitos calculados foram superiores aos valores limites para estas variáveis resposta estudadas, como apresentados nas Tabelas 5.11 e 5.12.

Após a realização do ensaio de lixiviação no período de um ano, conforme recomendado pela Norma ISO 6.961 (ISO, 1982), são apresentados na Tabela 5.14 os resultados médios, que foram utilizados para o cálculo da influência dos

fatores, concentração de rejeito e tipo de betume, na variável resposta 'taxa de lixiviação' no período de um ano.

Os resultados médios das variáveis resposta, taxa de lixiviação para sódio e boro, que foram utilizados para o cálculo da influência dos fatores, concentração de rejeito e tipo de betume, após a realização do ensaio de lixiviação são apresentados na Tabela 5.14. Estes dados foram obtidos nas planilhas de lixiviação apresentadas nos Quadros 1 a 8.

Tabela 5.14 Resultados médios da variável resposta 'Taxa de Lixiviação' em 1 ano

Betume	Concentração de rejeito (%)	TDL - Sódio $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$	TDL - Boro $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
A	30	2,88	1,54
A	40	1,84	2,68
B	30	7,32	8,13
B	40	9,65	9,16

Os dados foram avaliados de acordo com o programa computacional FATORIAL e foram calculadas as médias e também os efeitos principais e os efeitos de interação. Os gráficos normais e seminormais úteis para a identificação dos efeitos estatisticamente significativos foram feitos utilizando o mesmo software.

A Tabela 5.15 apresenta os efeitos calculados para as variáveis resposta taxa de lixiviação para boro e sódio em um ano.

Tabela 5.15 Efeitos calculados para resposta 'TDL de sódio e boro' em 1 ano

Parâmetro	Efeito $\times 10^{-8}$	
	Na	B
Média	5,478	5,463
Tipo de betume	6,236	6,706
Concentração	0,530	0,910
Interação dos dois fatores	1,570	-0,220

Da mesma forma que nas respostas anteriores estudadas, foram estimados os valores limite, que estão apresentados na Tabela 5.16, os quais foram utilizados para a decisão da influência dos fatores sobre a taxa de lixiviação em um ano.

Tabela 5.16 Valores limite para a decisão da influência dos fatores nas TDL

Resposta	Valores limite $0 \pm (t_n \times \text{erro padrão do efeito})$
Taxa de lixiviação de Na (1 ano)	$1,65 \times 10^{-8}$
Taxa de lixiviação de B (1 ano)	$2,18 \times 10^{-8}$

As equações para cálculos das taxas de lixiviação de sódio e boro no período de um ano para os elementos sódio e boro são apresentadas a seguir:

$$TDL_{Na} (1 \text{ ano}) = 5,478 + 3,118 \times \frac{(P_{bet} - 10,5)}{0,5} \quad (5.8)$$

$$TDL_B (1 \text{ ano}) = 5,463 + 3,353 \times \frac{(P_{bet} - 10,5)}{0,5} \quad (5.9)$$

A partir das campanhas de incorporação e da avaliação dos resultados pôde-se constatar que a variável de processo com efeito significativo para as variáveis resposta, taxas de lixiviação de boro e sódio em um ano foi o tipo de betume. Na faixa de concentração estudada, entre 30 e 40%, o fator concentração, não influenciou a variável resposta.

Os elementos sódio e boro foram analisados, respectivamente, pelo método por fotometria de chama e por absorção atômica. Pôde-se verificar que, independente do elemento lixiviado, sódio ou boro, analisados por métodos diferentes, as equações que descrevem a lixiviação são bem semelhantes.

Nas lixiviações realizadas no período de 150 dias, a equação para cálculo desta resposta apresenta termos dependentes não apenas do tipo de betume, como também da concentração de rejeito estudada e da interação entre os fatores. Pode ser, portanto, prematura a utilização desta equação para inferir

dados em períodos maiores, pois o processo a lixiviação pode não ter se completado em 150 dias.

Para validação do modelo empírico, apresentado nas equações 5.4 a 5.9, foram realizadas outras três campanhas de incorporação com o betume B com ponto de amolecimento médio de 91,3 °C, incorporando o rejeito em concentrações intermediárias àquelas inicialmente estudadas, que foram 30% e 40%. Os resultados de análise das propriedades referentes às variáveis resposta avaliadas, ou seja, ponto de amolecimento, penetração e taxas de lixiviação em 1 ano, destas campanhas estão apresentados na Tabela 5.17.

Os dados das campanhas TB 09 a TB11 estão mostrados nos Quadros 9 a 11.

Tabela 5.17 Resultados experimentais para validação do modelo empírico

Ensaio	Betume	Concentração de rejeito (%)	Média-PA (°C)	Penetração (1/10) mm	TDL - Sódio $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$	TDL - Boro $10^{-8} \text{ kg.m}^{-2} \text{ s}^{-1}$
TB 09	B	32,5	95,0	8,1	3,68	4,58
TB 10	B	37,5	99,0	7,3	3,46	4,44
TB 11	B	35,0	95,3	8,4	0,35	3,98

Na Figura 5.3 estão indicados os valores correspondentes à variável resposta analisada, segundo o método da ABNT e também os valores calculados a partir do modelo empírico estabelecido para a resposta 'Penetração' (equação 5.4). Estão mostradas no gráfico as respostas de todos os ensaios realizados, os valores correspondentes ao modelo e também os dados intermediários de verificação do modelo. Estes valores representam uma boa estimativa, considerando a faixa aceitável de resultados de dois ensaios de até 4 (1/10)mm, segundo a Norma da ABNT NBR 6.576. Com relação ao betume puro, os resultados são inferiores, indicando produtos mais rígidos devido ao rejeito incorporado.

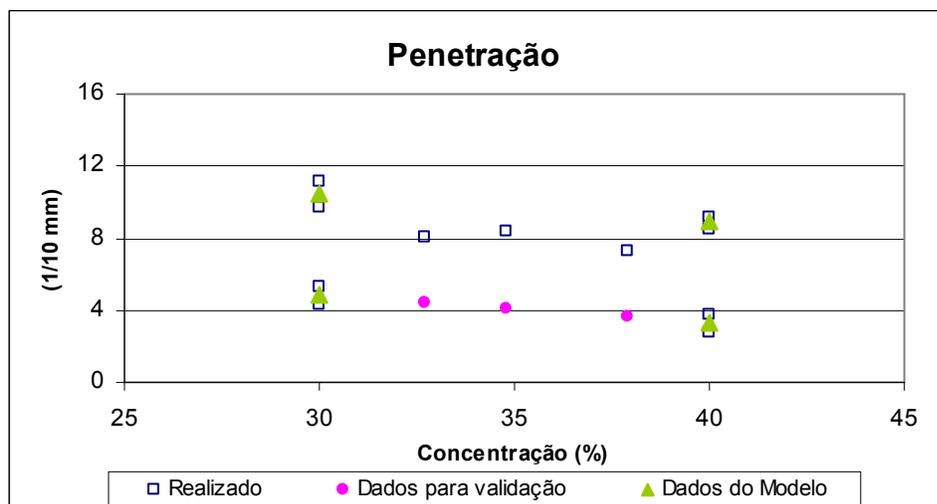


Figura 5.3 Comparação entre resultados dos ensaios de penetração dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)

Nas Figuras 5.4, 5.6 e 5.8 são apresentadas as mesmas verificações realizadas, tanto com o modelo empírico proposto (equações 5.5; 5.6 e 5.7), quanto das medidas realizadas para o ponto de amolecimento e também para as taxas de lixiviação em 150 dias para os elementos boro e sódio.

As taxas de lixiviação para o período de lixiviação de um ano estão nas Figuras 5.7 e 5.9.

Os valores do 'Ponto de amolecimento' (realizado) foram obtidos através de análises e para as taxas de lixiviação os valores foram obtidos nos Quadros 1 a 8. Os dados para validação foram obtidos nas planilhas apresentadas nos Quadros 9 a 11.

Vale ressaltar que os dados do modelo, quanto ao ponto de amolecimento, podem ser considerados como estimativa dos resultados analíticos e aceitáveis, pois são superiores ao ponto de amolecimento do betume puro. Esta é uma propriedade importante no armazenamento final dos rejeitos, pois pode prever que nesta faixa de temperatura os produtos de rejeito armazenados se manterão estáveis.

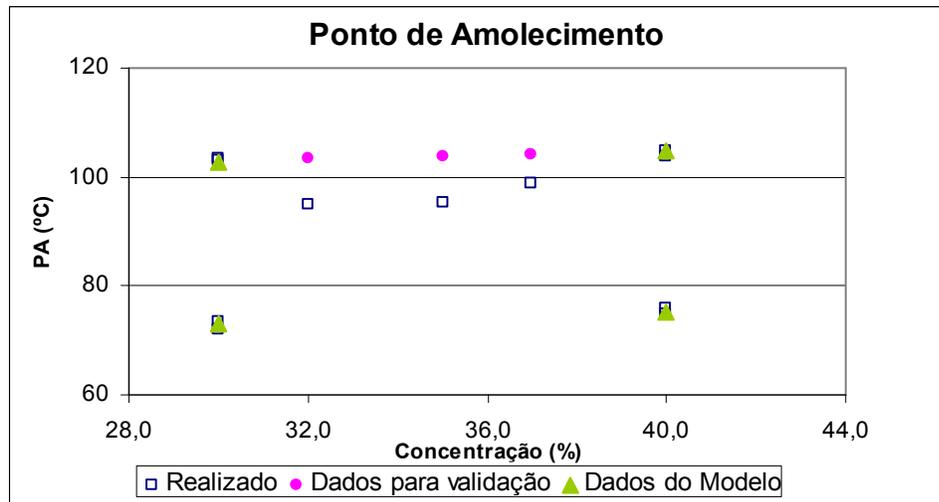


Figura 5.4 Comparação entre resultados dos ensaios do ponto de amolecimento dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)

Outra investigação foi realizada, utilizando o modelo para a variável resposta 'Ponto de amolecimento'. Dados de campanhas realizadas em concentrações fora da faixa estudada, ou seja, 30% e 40%, foram colocados no gráfico apresentado na Figura 5.5.

Estes dados demonstram a importância da resposta, 'Ponto de amolecimento', no processo de incorporação de rejeitos, como também a aplicabilidade do modelo proposto mesmo para faixas que extrapolam as estudadas. A importância desta propriedade em todas as etapas do processo até a disposição final é apresentada na Tabela 4.3.

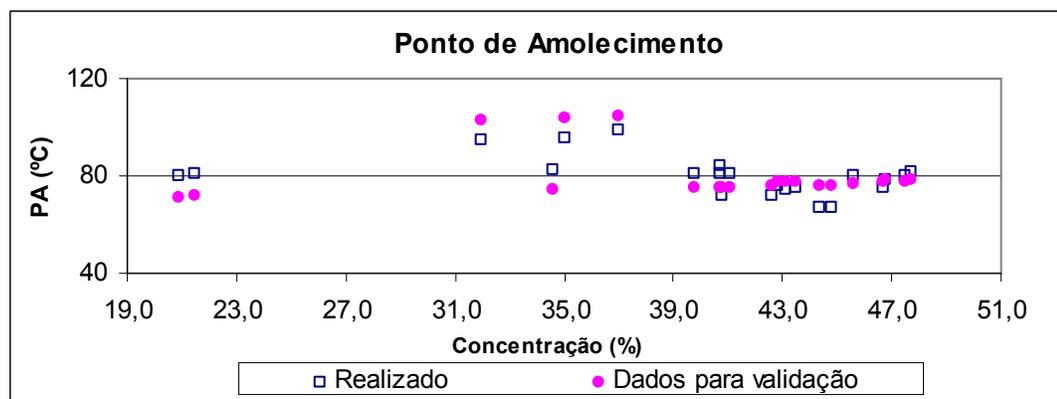


Figura 5.5 Resultados dos ensaios do PA dos corpos de prova conforme o modelo empírico proposto em diferentes faixas de incorporação

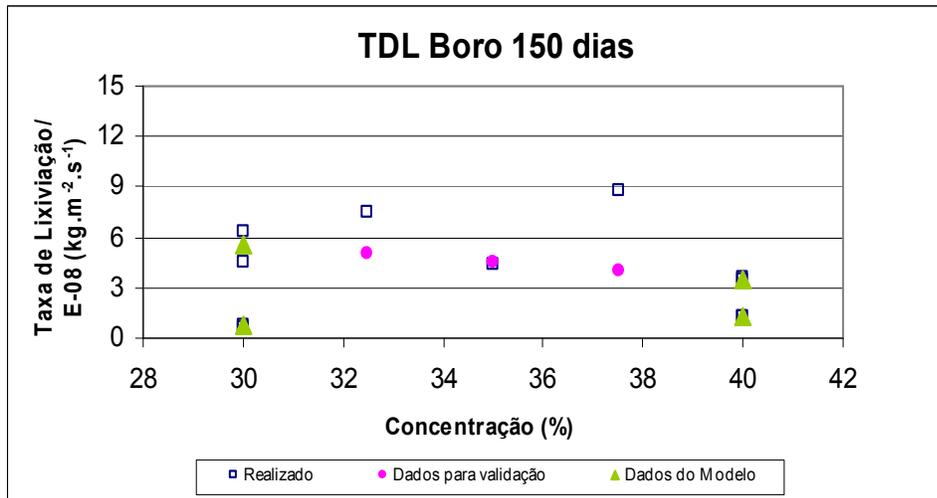


Figura 5.6 Comparação entre resultados da TDL de boro em 150 dias dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)

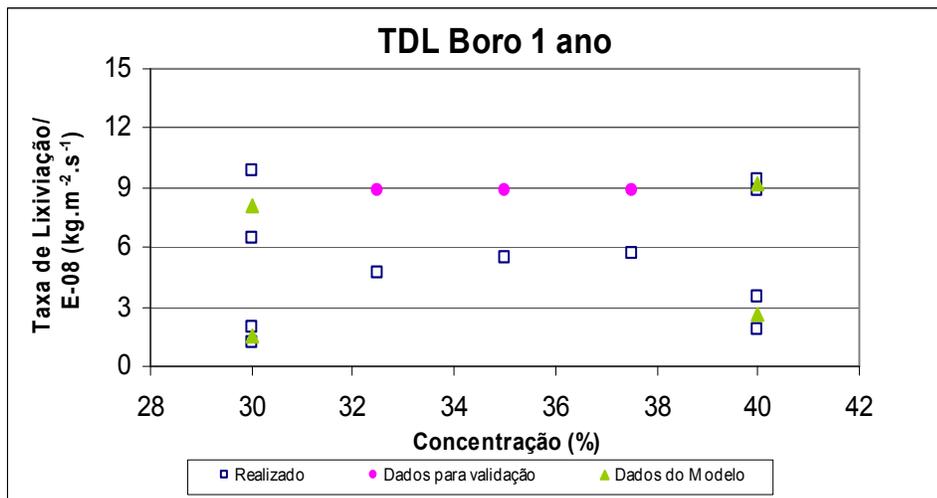


Figura 5.7 Comparação entre resultados da TDL de boro em um ano dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)

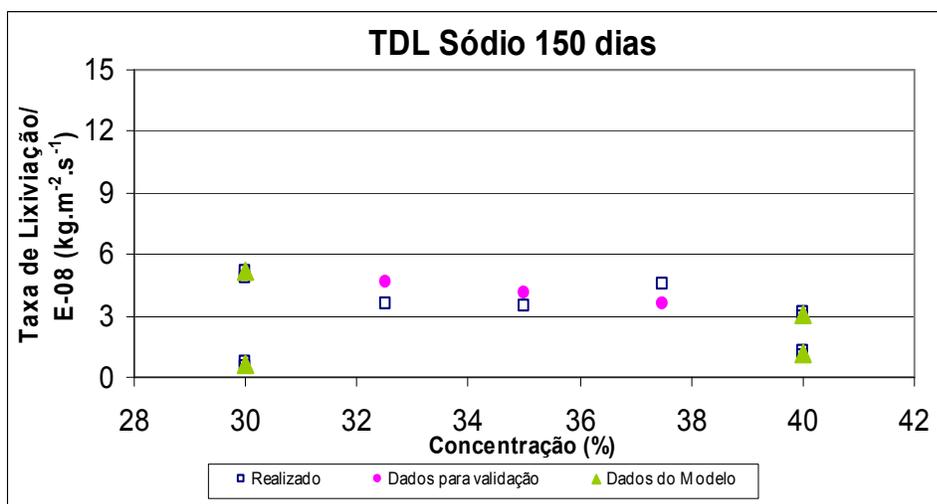


Figura 5.8 Comparação entre resultados da TDL de sódio em 150 dias dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)

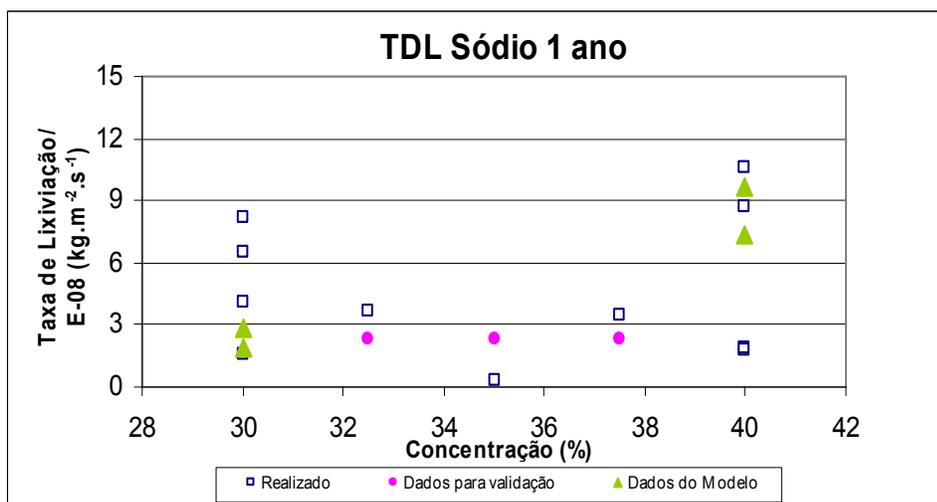


Figura 5.9 Comparação entre resultados da TDL de sódio em um ano dos corpos de prova e do modelo (porcentagens intermediárias de rejeito)

Para a variável resposta ‘Taxa de lixiviação’, todos os resultados para os elementos sódio e boro lixiviados nos períodos de 150 dias e 1 ano estão na mesma ordem de grandeza, valor que pode ser utilizado para estimativa desta propriedade em estudos de repositório.

Na Figura 5.10 são apresentadas as taxas de lixiviação acumuladas para 150 dias e para um ano. Estes dados estão nos Quadros 1 a 11 e se referem a cada uma das campanhas realizadas. O valor de referência ($5 \times 10^{-5} \text{ m.d}^{-1}$) é o valor da Norma NN 6.09 (CNEN, 2002) para produtos de rejeito imobilizados em

betume. Para os dois betumes estudados e para as concentrações de rejeito que simula o concentrado de evaporador as taxas de lixiviação obtidas após a realização dos ensaios com amostras de todas as campanhas no período de um ano apresentaram valores aceitáveis e estão abaixo da norma.

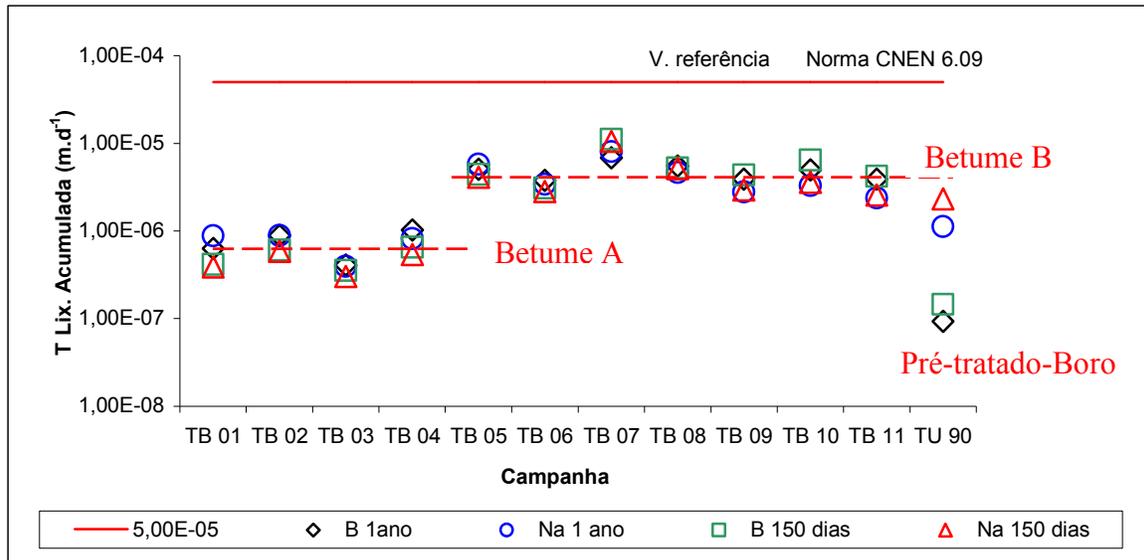


Figura 5.10 Resultados dos ensaios de TLA de boro e sódio em 150 dias e um ano dos corpos de prova selecionados comparados com o valor da Norma

Na Figura 5.11 são apresentadas as frações lixiviadas acumuladas após o período de um ano para as campanhas realizadas. Os dados revelam que para o betume A, ou seja, para as campanhas TB01, TB02, TB03 e TB04, as frações lixiviadas foram menores que 4%. Para as campanhas realizadas com betume B, as frações lixiviadas acumuladas apresentaram valores superiores.

Em inspeções visuais realizadas durante as trocas de lixivantes, os corpos de prova selecionados das campanhas TB05 a TB11 apresentaram inchamento, o que pode explicar o aumento das taxas acumuladas. Este inchamento pode ter sido causado pela não homogeneidade do produto de rejeito, pela alta concentração de rejeito incorporada ou por condições de operação do sistema, como por exemplo, pequenas alterações nas vazões de betume e rejeito (IAEA, 1993a).

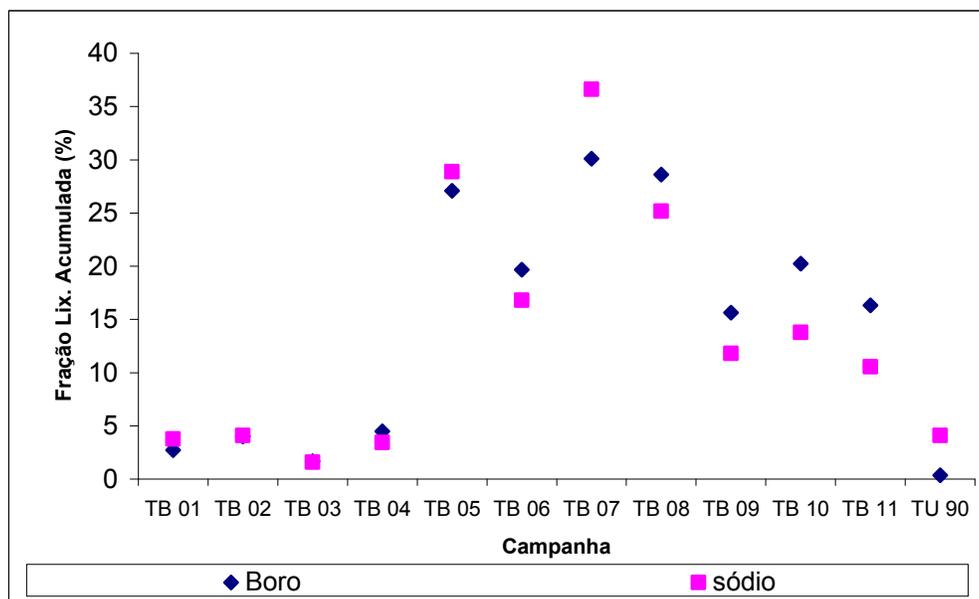


Figura 5.11 Frações lixiviadas acumuladas para as campanhas realizadas com os dois betumes

Um estudo para verificação deste inchamento nos corpos de prova e também das possíveis reduções das taxas de lixiviação e dos valores das frações lixiviadas acumuladas foi realizado. O rejeito de concentrado de evaporador na mesma formulação utilizada em todas as campanhas foi pré-tratado para obtenção de um composto estável, a ulexita.

Este composto é obtido após tratamento da solução de concentrado de evaporador em condições controláveis. O pré-tratamento para a obtenção da ulexita, anterior à incorporação do rejeito em uma matriz de betume é sugerido em literatura (AWWAL et al., 1996), como uma forma de reduzir o inchamento dos produtos de rejeito, quando em processo de lixiviação. Na obtenção da ulexita, há a formação de borato de sódio e cálcio provenientes do ácido bórico presente na solução de rejeito.

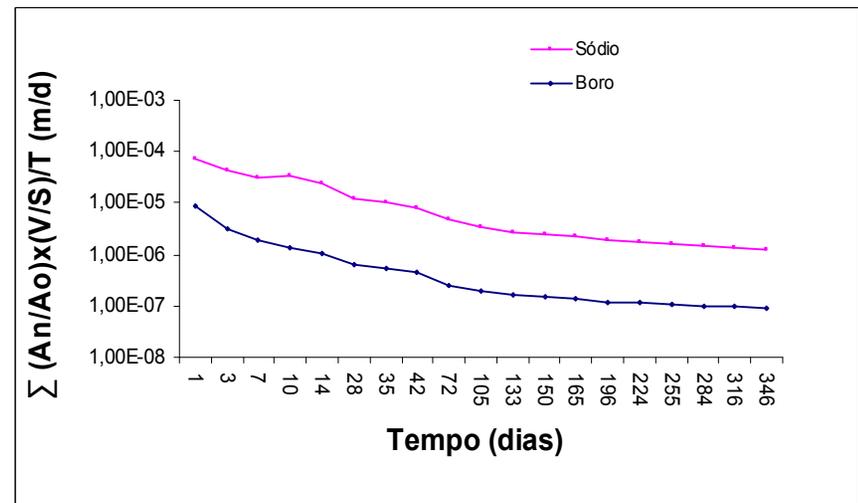
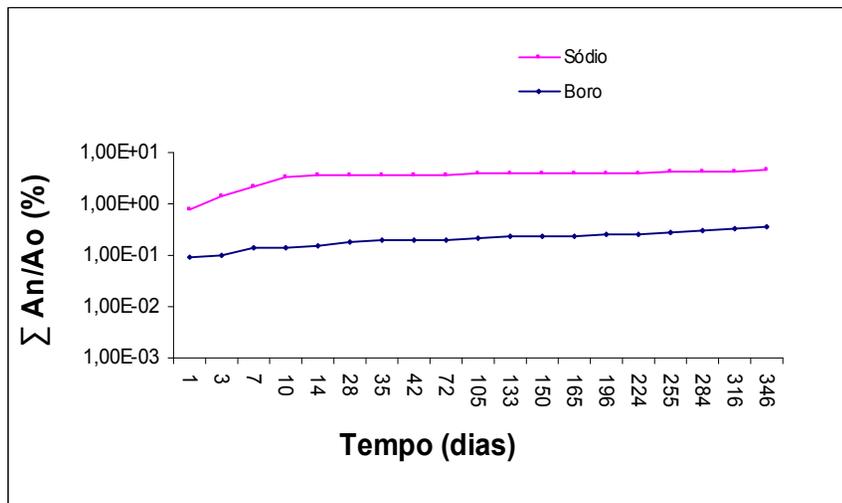
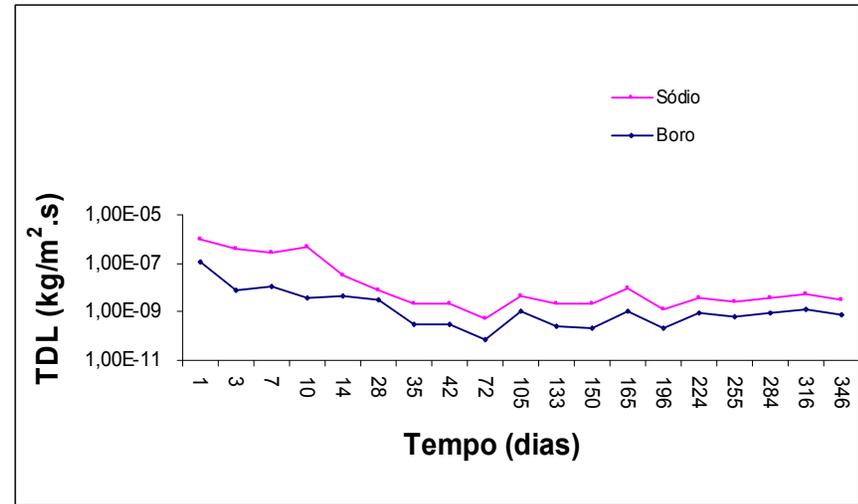
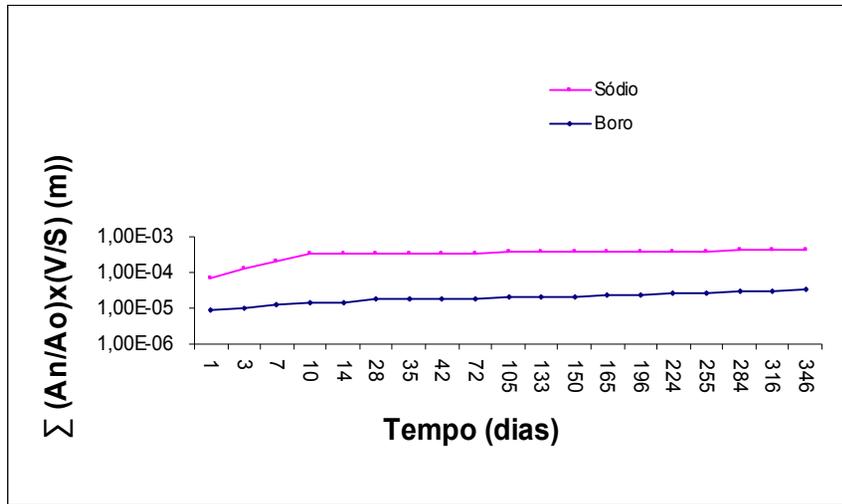
Foi feito o preparo deste rejeito simulado pré-tratado, descrito no Anexo 7 para a sua incorporação. O rejeito foi incorporado em betume tipo B utilizando a mesma instalação piloto e os dados da campanha TU90 são apresentados no Quadro 12.

AMOSTRA LIXIVIADA : TU90

DADOS DO PROCESSO				DADOS DO PRODUTO				Corpo 2	Corpo 3
Betume	TIPO B			Ponto de Amolecimento (°C)				96,0	96,0
Vazão de Betume (kg/h)	0,532			Peso Início de Lixiviação (g)				182,00	171,80
Vazão de Concentrado (l/h)	0,352			Diâmetro Médio (cm)				5,51	5,87
Temperatura de operação (°C)	181			Altura Média (cm)				5,94	5,82
Tipo de Rejeito	Ulexita			Área Superficial (cm ²)				150,51	161,45
Densidade do Conc. (g/cm ³)	-			Volume (cm ³)				141,64	157,50
Sólido no rejeito (%)	100,0			Densidade inicial (g/cm ³)				1,28	1,09
Sais incorporado em betume (%)	39,82			Teor Boro Produto (mg)				10291	9714
Na em 1 kg de concentrado (g)	20,00			Teor Sódio Produto (mg)				1449	1368
B em 1 kg de concentrado (g)	142,00			Volume de Lixivante (dm ³)				1,55	1,55

TROCA	CONCENTRAÇÃO (mg/L)				SOMA (An/Ao)(V/S)		TDL		S(An/Ao)		S(An/Ao)(V/S)/T		TEMPO TOTAL
	Amostra: 2		Amostra: 3		(Média) (m)		(Média) (Kg/m ² s)		(Média) (%)		(Média) (m/d)		
Nº	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	B	Na	(dia)
1	5,9	5,9	5,9	6,0	8,77E-06	6,28E-05	1,20E-07	8,60E-07	9,15E-02	6,55E-01	8,77E-06	6,28E-05	1
2	0,7	0,7	0,7	10,0	9,81E-06	1,22E-04	7,13E-09	3,75E-07	1,02E-01	1,26E+00	3,27E-06	4,05E-05	3
3	2,1	2,1	2,1	13,0	1,29E-05	2,04E-04	1,07E-08	2,66E-07	1,35E-01	2,11E+00	1,85E-06	2,91E-05	7
4	0,5	0,5	0,5	20,0	1,37E-05	3,17E-04	3,46E-09	4,78E-07	1,43E-01	3,27E+00	1,37E-06	3,17E-05	10
5	0,9	0,9	0,9	0,6	1,51E-05	3,25E-04	4,74E-09	2,82E-08	1,57E-01	3,35E+00	1,08E-06	2,32E-05	14
6	2,8	0,2	1,4	0,8	1,82E-05	3,31E-04	3,09E-09	4,95E-09	1,90E-01	3,41E+00	6,48E-07	1,18E-05	28
7	0,1	0,1	0,1	0,1	1,83E-05	3,32E-04	2,91E-10	2,07E-09	1,91E-01	3,42E+00	5,23E-07	9,47E-06	35
8	0,1	0,1	0,1	0,1	1,84E-05	3,33E-04	2,91E-10	2,07E-09	1,93E-01	3,43E+00	4,39E-07	7,92E-06	42
9	0,1	0,1	0,1	0,1	1,86E-05	3,34E-04	6,79E-11	4,82E-10	1,94E-01	3,44E+00	2,58E-07	4,63E-06	72
10	1,3	0,8	1,9	0,9	2,10E-05	3,43E-04	9,81E-10	3,78E-09	2,19E-01	3,54E+00	2,00E-07	3,27E-06	105
11	0,4	0,4	0,4	0,5	2,15E-05	3,47E-04	2,69E-10	2,11E-09	2,25E-01	3,58E+00	1,62E-07	2,61E-06	133
12	0,2	0,2	0,2	0,3	2,18E-05	3,50E-04	2,16E-10	1,94E-09	2,28E-01	3,61E+00	1,45E-07	2,33E-06	150
13	0,8	0,8	0,8	0,8	2,31E-05	3,58E-04	1,13E-09	7,77E-09	2,41E-01	3,70E+00	1,40E-07	2,17E-06	165
14	0,3	0,2	0,3	0,3	2,35E-05	3,61E-04	1,94E-10	1,09E-09	2,45E-01	3,72E+00	1,20E-07	1,84E-06	196
15	1,1	0,6	1,2	0,60	2,52E-05	3,67E-04	8,35E-10	3,05E-09	2,63E-01	3,79E+00	1,13E-07	1,64E-06	224
16	1,0	0,5	0,8	0,39	2,65E-05	3,72E-04	5,78E-10	2,13E-09	2,76E-01	3,84E+00	1,04E-07	1,46E-06	255
17	1,5	0,6	1,2	0,58	2,85E-05	3,78E-04	9,52E-10	2,97E-09	2,97E-01	3,90E+00	1,00E-07	1,33E-06	284
18	2,2	1,0	1,8	0,79	3,15E-05	3,87E-04	1,28E-09	4,06E-09	3,28E-01	4,00E+00	9,95E-08	1,23E-06	316
19	2,4	1,0	2,3	1,00	3,20E-05	3,88E-04	7,73E-10	2,33E-09	3,65E-01	4,11E+00	9,24E-08	1,12E-06	346

Quadro 12 – Campanha de incorporação de 40% de ulexita em betume B



GráficoTU 90-2- Frações lixiviadas acumuladas e TDL em 1 ano.

Resultados indicaram o valor aproximado de 0,4% para a fração lixiviada acumulada de boro no período de um ano. Na Figura 5.12 são apresentados dois corpos de prova, submetidos ao ensaio de lixiviação no período de um ano. A homogeneidade do produto e a reduzida fração lixiviada acumulada do boro demonstraram a importância do pré-tratamento do rejeito para ser incorporado ao betume tipo B e da continuidade deste estudo.

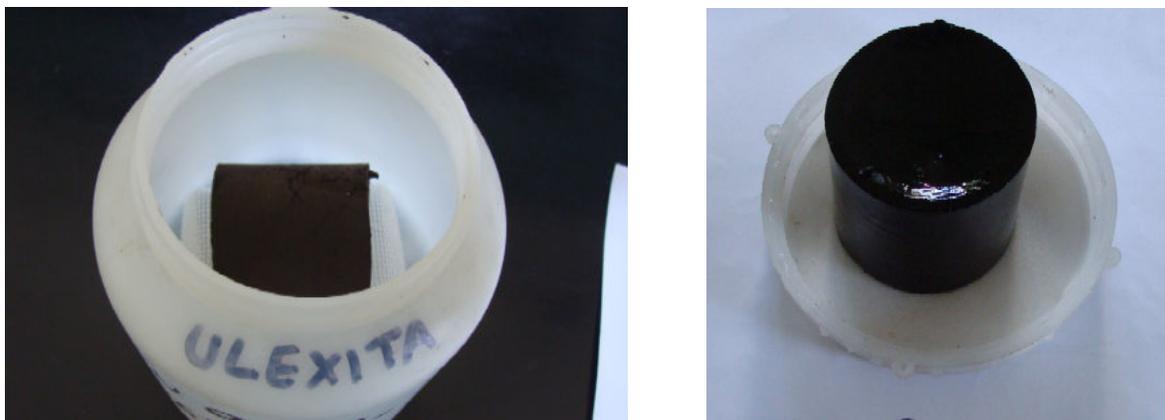


Figura 5.12 Corpos de prova submetidos ao processo de lixiviação - rejeito pré-tratado com betume B

5.3. Análise termodiferencial do rejeito e do produto

A análise termodiferencial para avaliação do produto de rejeito foi realizada de modo semelhante à do betume puro. Os termogramas apresentados na Figuras 5.13 e 5.14 referem-se, respectivamente, aos produtos de rejeito obtidos com betume A e com betume B. Em relação ao betume puro o termograma da Figura 5.13 mostra um pequeno pico endotérmico em temperatura de aproximadamente 100 °C, o que pode ser atribuído à porcentagem de água incorporada ao produto. Este pico endotérmico não foi visto no termograma obtido com o betume B.

Em nenhum dos produtos de rejeito analisados das diversas campanhas de incorporação realizadas pôde ser constatada a presença de picos referentes a reações exotérmicas abaixo de 300 °C, o que implicaria em operações inseguras do sistema na faixa de temperatura especificada para o processo.

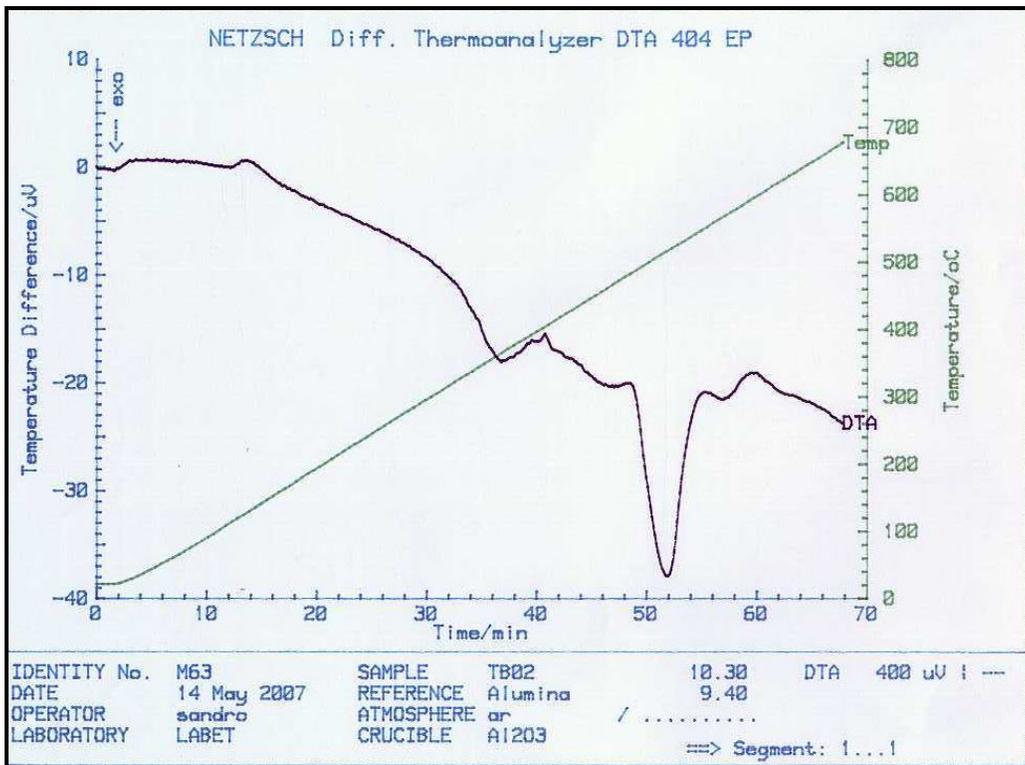


Figura 5.13 Termograma do produto de rejeito com betume A

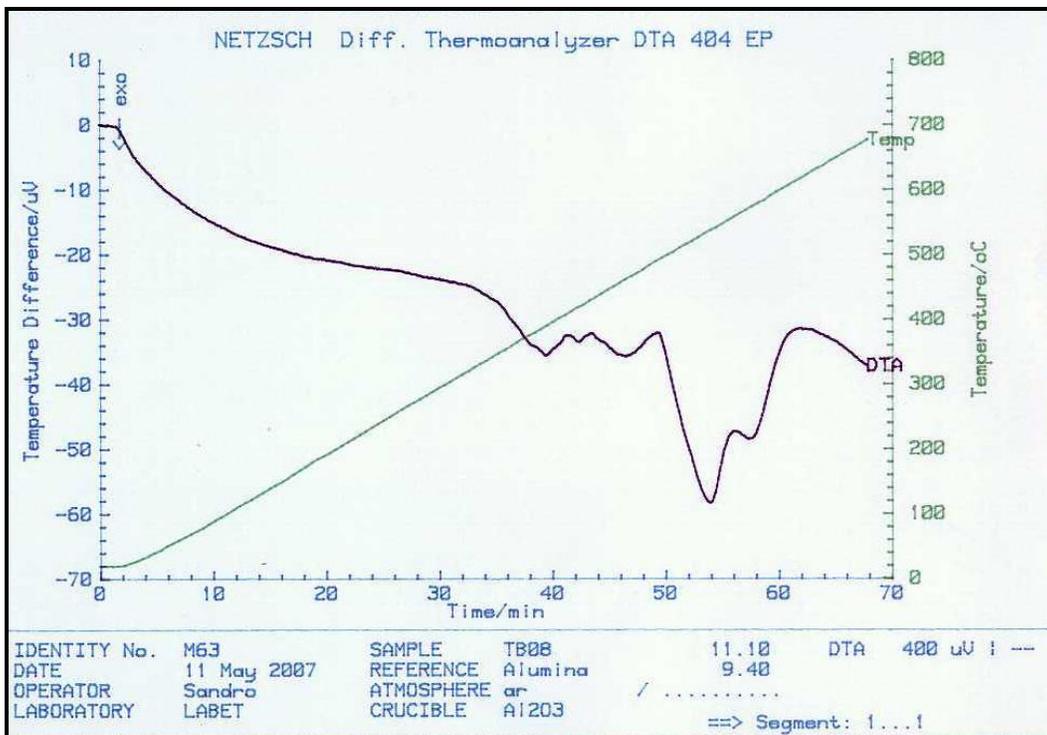


Figura 5.14 Termograma do produto de rejeito com betume B

5.4. Homogeneidade do produto de rejeito

Para que um material apresente um desempenho satisfatório ele deve ter uma série de características representadas por suas propriedades, que estão intimamente relacionadas com a sua estrutura. Além das relações *estrutura x propriedades*, tradicionalmente estudadas são necessárias relações intermediárias do tipo *processamento x estrutura*, que incluem a estrutura do arranjo atômico, a nanoestrutura, a microestrutura e a macroestrutura (VASCONCELOS, 1997).

A homogeneidade do produto de rejeito é uma propriedade importante dos produtos obtidos da incorporação do rejeito em betume e está relacionada à sua estrutura. Os duplos parafusos do extrusor-evaporador, sistema utilizado no processo de incorporação para mistura, trituração e transporte do rejeito, são responsáveis por esta homogeneidade e pela quebra das partículas dos sais contidos no rejeito.

Para verificar esta propriedade foram analisados os tamanhos de cristais em cinco diferentes corpos de prova de produto de rejeito. As amostras foram preparadas seguindo um procedimento específico para separar os cristais (sais do produto de rejeito) da matriz de betume. As lâminas preparadas contendo os sais foram analisadas por microscopia no CDTN e os resultados são apresentados na Tabela 5.18.

Tabela 5.18 Percentual de distribuição dos tamanhos de cristais em amostras de produto de rejeito contendo concentrado de evaporador

Amostra	Tamanho de cristais (mm)			
	< 0,018	0,018 a 0,036	0,036 a 0,054	> 0,054 mm
T1	42,4	32,6	19,6	5,4
T2	35,7	38,3	16,3	9,7
T3	37,3	28,6	22,6	11,9
T4	35,2	25,1	28,9	10,7
T5	48,7	31,3	16,3	3,7

Para o concentrado de evaporador, mais de 90% (em média) dos cristais incorporados estão abaixo de 0,054 mm, indicando uma granulometria adequada para a homogeneidade do produto, conforme a bibliografia (IAEA, 1993a). Na Figura 5.15 pode ser verificada a distribuição dos cristais no produto de rejeito.

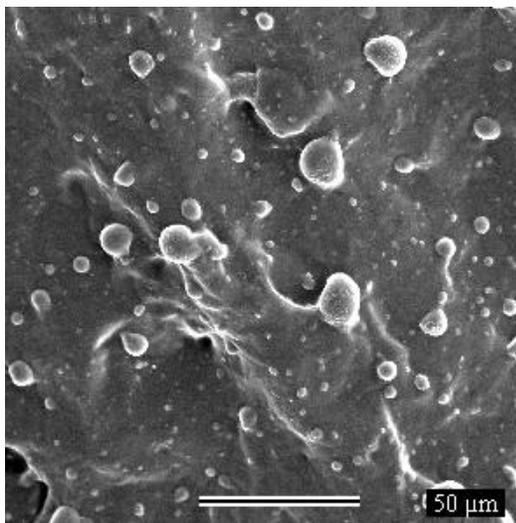


Figura 5.15 Distribuição dos cristais em betume no produto de rejeito

Outras propriedades analisadas em amostras de produtos de rejeito obtidos nas campanhas de incorporação foram a porcentagem de água incorporada, o ponto de fulgor e a concentração de boro e sódio no condensado. Os resultados indicaram teores de água de no máximo 0,6%, valor abaixo daquele considerado aceitável pela experiência relatada em literatura (<2%) (IAEA, 1993a) e o ponto de fulgor mínimo de 314 °C, o que permitiu que as campanhas fossem realizadas com segurança.

Na Tabela 5.19 estão os dados das análises para o ponto de fulgor e determinação do teor de água por destilação segundo a Norma NBR 11.341 (ABNT, 2000a) e a NBR 14.236 (ABNT, 2002), respectivamente.

Tabela 5.19 Determinação do Ponto de Fulgor e porcentagem de água nos produtos de rejeito

Ensaio	Betume	Concentração de rejeito (%)	Água incorporada (%)	Ponto de Fulgor (°C)
TB 01	A	30	0,4	314
TB 02	A	40	0,4	314
TB 03	A	30	0,2	322
TB 04	A	40	<0,2	318
TB 05	B	30	0,6	>400
TB 06	B	30	0,4	356
TB 07	B	40	0,6	344
TB 08	B	40	0,6	350

Na Tabela 5.20 são apresentados os resultados de análises da concentração de boro e sódio, recolhidos nos domos após a finalização de cada uma das campanhas realizadas. Os percentuais máximos de boro e sódio recolhidos no condensado são, respectivamente, 0,18% e 0,01%. Estes valores foram calculados em relação às massas de boro e de sódio totais referentes ao volume de solução rejeito consumido em cada campanha. As baixas porcentagens liberadas nos condensados indicaram que os elementos estão incorporados no produto de rejeito.

Tabela 5.20 Determinação de sódio e boro nos condensados

Ensaio	Betume	Concentração de rejeito (%)	Concentração (mg.L ⁻¹)	
			Na	B
TB 01	A	30	10 ± 1	82 ± 4
TB 02	A	40	8,3 ± 0,8	76 ± 4
TB 03	A	30	6,3 ± 0,3	78 ± 4
TB 04	A	40	25 ± 3	119 ± 6
TB 05	B	30	2,6 ± 3	64 ± 3
TB 06	B	30	1,3 ± 0,1	58 ± 3
TB 07	B	40	2,7 ± 0,3	57 ± 3
TB 08	B	40	3,8 ± 0,4	60 ± 3

5.5. Investigação dos mecanismos de lixiviação

A Norma ISO 6.961 (ISO, 1982) estabelece o procedimento para os testes de lixiviação para produtos de rejeito, prevendo ensaios de longa duração e grande quantidade de análises. A investigação do mecanismo de lixiviação e a estimativa do coeficiente de difusão são importantes para a extrapolação de resultados e para a redução do número de ensaios, o que pode também reduzir os custos das análises necessárias para os cálculos das taxas de lixiviação.

Na Norma ASTM C1.308 (ASTM, 2001) é proposto um ensaio de lixiviação de curta duração, teste semidinâmico, que pode ser aplicado para material que não degrade, não deforme e cujo mecanismo de lixiviação não se altere durante o ensaio. Para a realização deste teste são utilizadas amostras de pequenas dimensões e grandes volumes de lixiviante.

Foi utilizado o software ALT, recomendado pela Norma C1.308 utilizando as frações lixiviadas acumuladas em função do tempo, extrapolados para cem dias e foram estimados os coeficientes de difusão para produtos de rejeito obtidos com os dois betumes estudados.

5.5.1. Preparação dos corpos de prova

Foi utilizada uma solução de NaCl com 25% de sólidos em massa para simular o rejeito a ser incorporado. O betume testado foi o do tipo A com ponto de amolecimento de 71,8° C e penetração de 10,2 mm. A percentagem incorporada de rejeitos em massa foi de 35% sendo que as amostras foram recolhidas em recipientes de diâmetro e altura de 2,5 cm, conforme recomendado pela Norma ASTM C1. 308.

Três corpos de prova foram imersos em recipientes inertes de PVC com três litros de água desmineralizada, tampado para redução de evaporação. Este volume corresponde a aproximadamente cem vezes a área superficial dos corpos de prova em processo de lixiviação. Utilizou-se um suporte para manter a amostra suspensa no centro do recipiente.

O líquido lixiviado foi amostrado durante onze dias para determinação da concentração dos elementos, Na e Cl. No primeiro dia foram realizadas três

amostragens em intervalos de tempo de 2h, 5 h e 17 h. A partir do segundo dia, as amostragens foram feitas em períodos de 24 horas.

O sódio foi analisado por espectrometria de emissão atômica e o cloro por cromatografia líquida. Os limites de detecção dos métodos são, respectivamente, de 0,10 mg. L⁻¹ e 0,25 mg. L⁻¹.

5.5.2. Resultados dos ensaios de lixiviação

Foi utilizado o software ALT para o ajuste dos dados experimentais aos modelos que descrevem diferentes mecanismos de lixiviação (difusão, dissolução e partição). Com este programa são obtidos os valores do coeficiente de difusão e da porcentagem de erro do ajuste do modelo. De acordo com a Norma C1.308, estes resultados podem ser extrapolados para até cem dias, se o erro de ajuste for inferior a 0,5%.

Após onze dias de lixiviação, os resultados da fração lixiviada acumulada (FLA) em função do tempo são apresentados e nas Figuras 5.16 e 5.17 sugerindo que o mecanismo de lixiviação é a difusão, como descrito por vários autores (SHON, 2001; PLECAS, 2005; OJOVAN, 2005). O coeficiente de difusão (D_e) para o sódio e o cloro, calculados pelo programa foram de, respectivamente, de $1,27 \times 10^{-12} \text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ e $3,96 \times 10^{-12} \text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$.

Os erros relativos de ajuste apresentaram valores maiores que 0,5%, recomendado pela Norma C1.308 (1,17% e 1,16% para o sódio e cloro respectivamente). Estes desvios podem ser explicados pelos valores das concentrações lixiviadas de sódio e cloro que, para algumas trocas realizadas, são inferiores aos limites de detecção dos métodos utilizados.

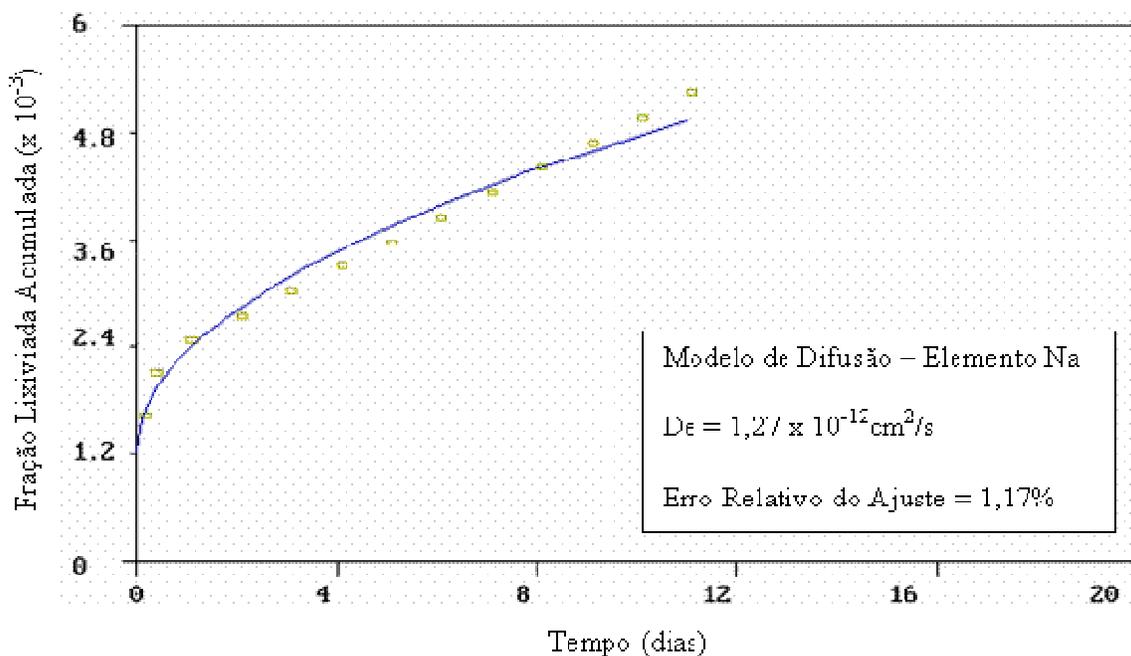


Figura 5.16 Curva obtida para amostra com 35% de NaCl incorporada em betume A – sódio

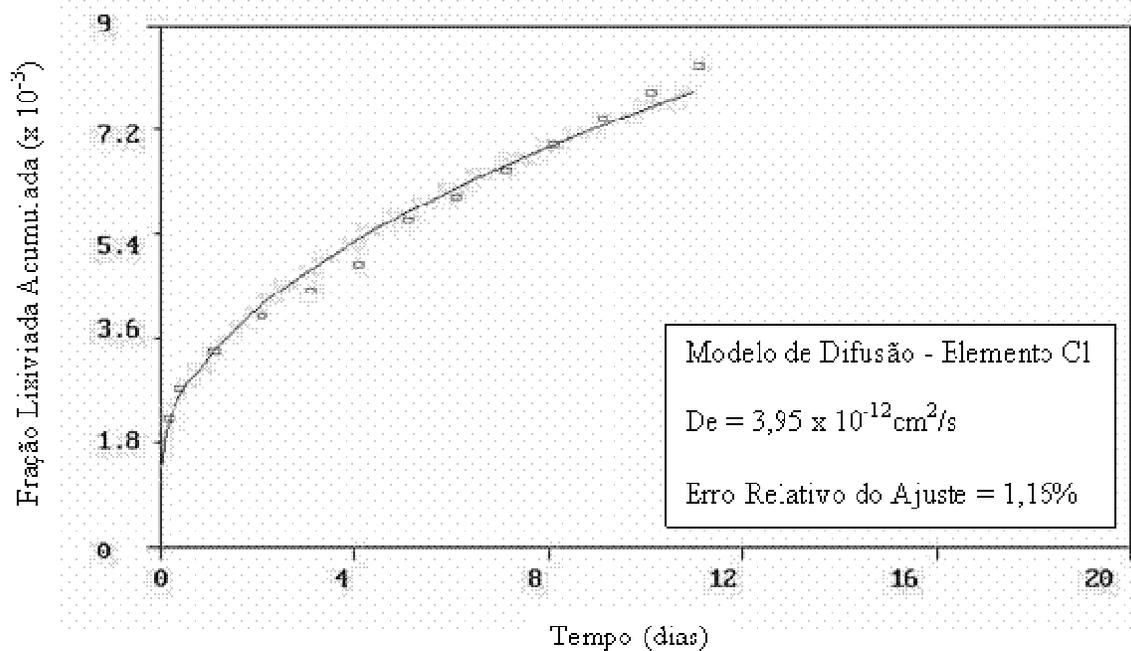


Figura 5.17 Curva obtida para amostra com 35% de NaCl incorporada em betume A – cloro

Utilizando o mesmo software ALT foram lançados os dados das frações lixiviadas acumuladas em função do tempo para todas as campanhas realizadas com os dois tipos de betume. O tempo de cem dias foi determinado, considerando

a recomendação da norma da possibilidade de extensão deste período. Na Tabela 5.21 são apresentadas as estimativas dos coeficientes de difusão para os produtos de rejeito para os betumes estudados.

Tabela 5.21 Estimativa do coeficiente de difusão para os produtos de rejeito obtidos com os betumes A e B

Campanha	Coeficiente de Difusão - 100 dias ($\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	
	Boro	Sódio
Betume A	$1,5 \times 10^{-12}$ a $1,9 \times 10^{-12}$	$1,3 \times 10^{-12}$ a $1,6 \times 10^{-12}$
Betume B	$1,8 \times 10^{-10}$ a $2,1 \times 10^{-9}$	$1,6 \times 10^{-10}$ a $1,9 \times 10^{-9}$

As amostras lixiviadas que foram obtidas das campanhas com betume A e concentrado de evaporador como rejeito incorporado apresentaram menores coeficientes de difusão e conseqüentemente terão menores taxas de lixiviação.

5.6. Incorporação de resinas de troca iônica em betume

Outro tipo de rejeito proveniente de usinas nucleares são as resinas de troca iônica exauridas. A incorporação de resinas de troca iônica (aniônica e catiônica), em betume nacional do tipo A foi também realizado, considerando a porcentagem de rejeito incorporado de 30% em massa, porcentagem de resina normalmente incorporada em betume nas usinas nucleares, que utilizam este processo.

As campanhas de incorporação foram realizadas no extrusor-evaporador piloto e, para simular o rejeito, estas resinas catiônica e aniônica, foram carregadas em lítio e boro. Os produtos de rejeito foram avaliados segundo as propriedades reológicas, o teor de água e a resistência à lixiviação.

5.6.1. Caracterização do betume e da resina de troca iônica

Para os experimentos de incorporação de resinas foi utilizado o betume do tipo A. Este foi caracterizado no CDTN, sendo determinados o ponto de amolecimento, o ponto de fulgor e a penetração.

Resinas aniônicas e catiônicas da marca Bayer, foram carregadas em lítio e boro, separadamente, de modo a simular o rejeito gerado em usinas nucleares.

Após o carregamento das resinas aniônicas e catiônicas, estas foram misturadas para composição da resina mista. A resina mista assim obtida apresentou um teor de água na faixa de 45% em massa. A resina mista foi submetida ao processo de secagem em estufa a 70 °C, até apresentar uma porcentagem de água na faixa de 20% em massa, de forma a manter constante a vazão de resina durante o processo de incorporação. Em seguida, esta foi transferida para um dosador automático, colocado próximo ao recipiente de entrada de rejeito no extrusor, onde resina e betume foram alimentados de forma simultânea.

5.6.2. Campanhas de incorporação de resinas em betume

As campanhas foram realizadas no sistema piloto de betuminização. As temperaturas de operação nas zonas de aquecimento do extrusor foram ajustadas para 150 °C (zona 2), 160 °C (zona 3) e 170 °C (zona 4). A temperatura do betume no tanque foi ajustada para 160 °C. A zona 1 está relacionada à alimentação simultânea de betume e resina e a zona 5 à saída de produto. Apresentaram temperaturas de 100 °C e 150 °C, respectivamente. Este perfil de temperatura é similar àquele utilizado em uma usina nuclear. Os produtos de rejeito foram recolhidos em embalagens de alumínio e o condensado foi recolhido em domos e analisado para controle do processo.

Os dados das cinco campanhas de incorporação de resina mista em betume tipo A estão na Tabela 5.22. Os principais dados de operação do sistema de betuminização bem como as porcentagens de resina incorporada em cada campanha realizada são apresentados. A porcentagem média de incorporação de 32,2% está de acordo com a utilizada em usinas nucleares.

Tabela 5.22 Dados de operação das campanhas com resina mista

Nº da Campanha	Vazão de betume (kg.h ⁻¹)	Vazão de resina (kg. h ⁻¹)	Concentração em (%)
TR 01	0,342	0,203	31
TR 02	0,301	0,183	32
TR 03	0,345	0,185	32
TR 04	0,349	0,223	33
TR 05	0,347	0,223	33

Foram registradas em planilhas todas as condições operacionais como os ajustes de vazão de betume e resina de forma a obter a vazão determinada, os controles das temperaturas das zonas de aquecimento, a verificação do comportamento dos parafusos duplos do extrusor, os pesos dos corpos de prova e os tempos de operação de cada campanha.

Os produtos de rejeito obtidos da incorporação foram avaliados quanto às propriedades reológicas, quanto ao teor de água (ABNT, 2002) e resistência à lixiviação. Foram analisados o boro e o lítio no ensaio de lixiviação para avaliar a taxa na qual um contaminante é liberado, quando em contato com água deionizada.

Os resultados da caracterização dos produtos referentes às propriedades reológicas são apresentados na Tabela 5.23.

Tabela 5.23 Propriedades do produto de rejeito

Nº da Campanha	Ponto de amolecimento (°C)	Ponto de fulgor (°C)	Penetração (1/10) mm
TR 01	78	250	6,5
TR 02	80	242	6,5
TR 03	78	234	7
TR 04	80	228	7
TR 05	81	230	6

Conforme os resultados apresentados, houve um aumento dos pontos de amolecimento quando comparados ao betume puro (71,8 °C). Com relação à penetração observaram-se valores menores do que aqueles dados médios apresentados pela matriz. Isto indica que os produtos são mais rígidos devido ao conteúdo de resina incorporada. Na avaliação dos pontos de fulgor, também houve uma diminuição em relação ao betume puro, devido à incorporação das resinas. Como a faixa de trabalho para a incorporação de resinas é de 100 °C a 170 °C, não há riscos de ocorrência de reações exotérmicas durante o processo e a incorporação de resinas de resinas pode ser realizada com segurança. Quanto ao teor de água no produto a porcentagem média de água obtida nas cinco campanhas realizadas foi de 1%, abaixo do valor recomendado em literatura (IAEA,1993a).

Para os estudos de resistência à lixiviação foram selecionadas duas amostras representativas de cada campanha. As amostras foram retiradas da embalagem original e colocadas em um recipiente de polietileno contendo determinado volume de água deionizada, calculado a partir de dados das dimensões dos corpos.

Amostras dos lixivantes foram retiradas, na frequência determinada pela Norma 6.961 (ISO, 1982) e analisadas. As determinações de boro e lítio para as resinas mistas foram feitas através dos métodos de espectrofotometria e fotometria de chama. Adicionalmente foi feita a inspeção visual de cada corpo para verificação de alteração de volume.

Foram colocados em planilhas os resultados dos cálculos efetuados para as taxas de lixiviação obtidas ao longo de um ano de trocas. Após este período as taxas de lixiviação de lítio e boro foram, respectivamente, da ordem de 10^{-9} kg.m⁻² s⁻¹ e de 10^{-8} kg.m⁻² s⁻¹, resultados que indicam a retenção destes elementos na matriz de betume e taxas de lixiviação aceitáveis para os produtos de rejeito, pois estão abaixo do valor estabelecido pela Norma NN 6.09 (CNEN, 2002).

6. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Este trabalho apresentou o desenvolvimento de um processo de imobilização de rejeitos radioativos provenientes de usinas nucleares, utilizando dois betumes nacionais como matrizes. Baseado em experiências anteriores da autora, adquirida utilizando-se um equipamento em escala de laboratório para a incorporação de rejeito em betume, e na literatura disponível foram definidos os parâmetros de operação de um extrusor-evaporador, entre eles, o tipo de betume nacional semelhante ao especificado para usinas nucleares, o tipo de rejeito a ser incorporado, e demais propriedades necessárias para avaliar os produtos obtidos no processo de incorporação.

Os produtos de rejeito obtidos atendem aos critérios de aceitação da CNEN e de normas internacionais aplicáveis. Assim, os betumes nacionais poderão ser utilizados para incorporação de rejeitos das usinas nucleares brasileiras, reduzindo o custo de armazenamento dos embalados nos depósitos de rejeitos radioativos, pois pode-se incorporar até 40% de rejeito. Os betumes nacionais estudados podem substituir o betume especificado por normas internacionais para utilização no extrusor-evaporador, evitando desta forma a dependência de aquisição de betume importado.

A implantação das técnicas de caracterização e a determinação dos parâmetros de operação seguiram as normas da ABNT para materiais betuminosos e normas internacionais para obtenção de taxas de lixiviação. Alguns formulários e planilhas desenvolvidos estão apresentados nos Anexos 2 a 7. As rotinas desenvolvidas passaram a integrar o Banco de Dados do Manual da Qualidade do CDTN. Tanto os procedimentos como as rotinas elaboradas deverão ser utilizados na implantação de um Laboratório de Caracterização de Produtos de Rejeito, previsto para também dar suporte ao repositório nacional.

Um planejamento de experimentos foi executado e com o conhecimento das variáveis resposta foi definido o modelo empírico que descreve o comportamento do processo em função das condições experimentais. Estes

modelos, validados nas condições de concentrações de incorporação intermediárias entre 30% e 40%, poderão permitir a redução do número de análises para a determinação das taxas de lixiviação, bem como do tempo e custo de análise. As propriedades ponto de amolecimento e penetração também podem ser obtidas a partir dos modelos.

A montagem da instalação e as melhorias realizadas exigiram um grande esforço, treinamento e conhecimento dos operadores, considerando que a instalação foi desenvolvida na Alemanha e teve que ser remontada no Brasil. As dificuldades para adaptação do projeto de um sistema com mais de 20 anos, bem como obtenção de peças de reposição foram algumas das dificuldades encontradas.

Para o controle de temperatura das zonas de aquecimento do extrusor evaporador piloto, um novo sistema de medição foi adquirido, que permitiu maior confiabilidade nas medições das temperaturas nas zonas de aquecimento do extrusor e o controle do processo.

Foram também consideradas as exigências da Norma NBR ISO/IEC 17.025 (ABNT, 2001) para acreditação dos ensaios e confiabilidade dos resultados. A documentação para atender aos requisitos desta Norma, necessária para a adequação do laboratório aos critérios de qualidade, foi organizada e todos os equipamentos e instrumentos do Laboratório de Betume foram calibrados e as rotinas de calibrações foram mantidas.

Este trabalho foi realizado com a colaboração de profissionais treinados em diversas áreas de conhecimento, incluindo processos, automação e controle, mecânica, projetos, análises químicas por diferentes métodos. Foi de grande importância para a conclusão deste projeto o trabalho conjunto dos profissionais com diferentes formações em áreas de conhecimento específicas. Foi também um desafio a busca de alternativas para a solução dos problemas ocorridos, principalmente nas frequentes manutenções dos equipamentos, que não implicassem em grandes custos

Os técnicos treinados estão capacitados a prestar assistência a outros países da América Latina, através de programas de cooperação na área de

rejeitos, especialmente na avaliação de produtos de rejeitos obtidos pela incorporação de rejeitos em diferentes matrizes.

Para o prosseguimento deste trabalho alguns outros temas são sugeridos e a experiência adquirida neste trabalho contribuirá para todas estas implementações:

1- Para a verificação de um dos efeitos da radiação, especialmente para os rejeitos de média atividade, corpos de prova podem ser irradiados em um reator. O objetivo seria o controle e medida de gases gerados. Para o início desta pesquisa estão disponíveis várias amostras obtidas com a incorporação de rejeitos em diferentes concentrações nos dois betumes nacionais estudados.

2- Dados das campanhas realizadas em escala piloto referentes à homogeneidade dos produtos de rejeito e o tamanho de cristais podem ser comparados com os obtidos em escala industrial, em que o produto sem a embalagem pode ser estudado, verificando a distribuição de sais em diferentes alturas no tambor de rejeito tratado.

3- Os testemunhos de toda a pesquisa realizada estão também selecionados, para o início de um trabalho de avaliação da presença de micro-organismos, quando os produtos de rejeito permanecem por longos períodos em repositórios. Este trabalho de P&D deverá envolver profissionais das áreas de Engenharia, de Ciências Biológicas e de Corrosão.

4- O software supervisor implantado poderá ser programado para geração de relatórios com todas as informações dos perfis de temperatura. O controle de vazão através do sistema supervisor, com medições "on line" pode ser implantado possibilitando a verificação das porcentagens de rejeito incorporado e os registros destes valores. O acompanhamento do processo via rede pode ser implementado.

5- Os dados de caracterização dos produtos obtidos com os betumes nacionais estudados poderão ser utilizados no projeto do depósito final de armazenamento de rejeitos do Brasil e outras campanhas para a incorporação de resinas em betume com ponto de amolecimento de 91,3 °C podem ser planejadas.

O desenvolvimento deste trabalho de tese também possibilitou:

- Montagem de um laboratório para a condução de estudos de imobilização de rejeitos radioativos em betumes, através da aquisição de equipamentos e da instalação da estrutura física necessária;
- Implantação no CDTN dos ensaios para caracterização dos betumes e dos produtos de rejeito;
- Implantação de um laboratório para análise termodiferencial;
- Desenvolvimento do processo e montagem das instalações necessárias para a obtenção dos rejeitos que simulam os concentrados de evaporador, obtidos em usinas nucleares para o uso em estudos de imobilização de rejeitos radioativos em diferentes matrizes;
- Capacitação de técnicos envolvidos no projeto em atividades relacionadas ao processamento e caracterização de betumes e orientação de três bolsistas de iniciação científica;
- Interação com os profissionais da área de asfalto de várias instituições, entre elas a Petrobrás, SOLOCAP, VIAPOL, DER.MG e universidades do país para resolução de problemas técnicos e também as participações nos eventos da área.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

ALONSO, A. El futuro de la energia nuclear. **Seguridade Nuclear**. n. 36, p.1-11 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C1.308-95**: Standard test method for accelerated leaching test for diffusive release from solidified waste and a computer program to model diffusive, fractional leaching from cylindrical waste forms. West Conshohocken: ASTM, 2001.

ARAGÃO, R.M.L. **Propriedades do betume e da mistura betume-rejeito**. Belo Horizonte: Nuclebrás, 1980. 39 p.

ARAGÃO, R.M.L. **Propriedades do betume e da mistura betume-rejeito**. Belo Horizonte: Nuclebrás, 1980. 39 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ENERGIA NUCLEAR. **Fonte Nuclear**, n.13, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ENERGIA NUCLEAR. **Fonte Nuclear**, n. 17, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE ENERGIA NUCLEAR. **Fonte Nuclear**, n. 11, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 6.576**. Determinação da penetração de materiais betuminosos. Rio de Janeiro, 1998.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 11.341**. Determinação dos pontos de fulgor e de combustão em vaso aberto Cleveland. Rio de Janeiro, 2000a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 6.560**. Determinação do ponto de amolecimento de materiais betuminosos. Rio de Janeiro, 2000b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR ISO/IEC 17.025**. Requisitos gerais para competência de laboratórios e ensaio de calibração. Rio de Janeiro, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 14.236**. Produtos de petróleo e materiais betuminosos. Determinação do teor de água por destilação. Rio de Janeiro, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 10.004**. Resíduos sólidos – classificação. Rio de Janeiro, 2004a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 10.005**. Lixiviação de resíduos. Rio de Janeiro, 2004b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 10.006**. Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro, 2004c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR ISO 14.001**. Sistema de gestão ambiental: especificação e diretrizes para uso. Rio de Janeiro, 2004d.

AWWAL, M.A.; GUZELLA, M.F.R.; SILVA, T.V. Research and development work on bituminization of low radioactive wastes In: Nuclear and Hazardous Waste Management. International Topical Meeting, 14, 1994. Atlanta. **Proceedings ...1994**.

AWWAL, M.A.; GUZELLA, M.F.R.; SILVA, T.V. Chemical treatment of simulated solution for immobilisation in bitumen. **Waste Management Journal**. v. 16, p.251-256, 1996.

BARROS NETO, N.; SCARMÍNIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Planejamento e otimização de experimentos**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 1995.

BARROS NETO, B.; SCARMÍNIO, I.S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos. Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria** Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2001.

BARROSO, A.C.O.; DIEGUEZ, J.A.D.; IMAKUMA, K. Nuclear power perspectives: a foresight in Brazil. In: American Nuclear Energy Symposium, 2002. Miami. **Proceedings... 2002**.

BATCHELOR, B. Leach models: theory and applications. **Journal of Hazard Materials**. v.24, p 255-266, 1990.

BRASIL. **Lei nº 6.938** de 31 de agosto de 1981. Dispõe sobre a Política Nacional de Meio Ambiente, seus fins e mecanismos de formulação e aplicação.

BRASIL. **Lei nº 7.781** de 27 de junho de 1989. Altera da Lei nº 6.189, dando competência à CNEN para receber e depositar rejeitos radioativos.

BRASIL. **Lei nº 203** de 5 de junho de 1991. Dispõe sobre a destinação dos resíduos sólidos.

BRASIL. **Lei nº 9.605** de 12 fevereiro 1998. Dispõe sobre sanções penais e administrativas derivadas de condutas e atividades lesivas ao meio ambiente, e dá providências.

BRASIL. **Lei nº 10.308** de 20 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 providências.

CARATIN, R.L. et al. Microwave process employed to study the immobilization feasibility of spent ion exchange resins in polymeric matrices. In: Meeting on Nuclear Applications, 2007, Santos. **Anais...**, Santos: ABEN, 2007.

CARLEY, M.; GUTMAN, R.G. Radioactive waste: advanced management method for medium active liquid waste. **Radioactive Waste Management**. n. 1, 1981.

CARPINETTI, L.C.R. **Planejamento e análise de experimentos**. USP. EESC, Departamento de Produção. 216 p. 2003.

CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR. **Programa de gerência de rejeitos radioativos**. Belo Horizonte, CDTN, 1993. 15p. (PGRR/CDTN).

CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR. **Betuminização de rejeitos radioativos da Usina de Angra 2**. Belo Horizonte: CDTN, 2000. (RC-CT3 003/00), rev.1.

CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR. **Betuminização de rejeitos radioativos da Usina de Angra 2**. Belo Horizonte: CDTN, 2001. (RC-CT3 001/01), rev. 1.

CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR. **Betuminização de rejeitos radioativos da Usina de Angra 2**. Belo Horizonte: CDTN, 2002. (RC-CT3 002/02), rev. 1.

CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR. **Caracterização de amostras de produtos obtidos durante a betuminização de rejeitos radioativos da Usina de Angra**. Belo Horizonte: CDTN, 2004. (RC-SN1 001/04).

CENTRO DE DESENVOLVIMENTO DA TECNOLOGIA NUCLEAR. **Caracterização de amostras de produtos obtidos durante a segunda betuminização de rejeitos radioativos da Usina de Angra**. Belo Horizonte: CDTN, 2006. (RC-SN1 003/06).

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - CNEN. **NE 6.05**. Gerência de rejeitos radioativos de baixo e médio níveis de radiação. Rio de Janeiro, 1985.

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - CNEN. **NN 6.09**. Critérios de aceitação para deposição de rejeitos radioativos de baixo e médio níveis de radiação. Rio de Janeiro, 2002.

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR. **National Report of Brazil 2008**. 3rd review meeting of the joint convention on safety fuel management and on safety of radioactive waste management, Rio de Janeiro, 2008.

COMITÊ BRASILEIRO DO PROGRAMA DAS NAÇÕES UNIDAS PARA O MEIO AMBIENTE. **Convenção da Basileia**. Disponível em: <<http://www.brasilpnuma.org.br>> Acesso em: 8 mar. 2008.

CONSELHO NACIONAL DE MEIO AMBIENTE. **Resolução 001**. Brasília: 1986.

COTA, S.D.S. et. al. Avaliação das características do polietileno de baixa densidade visando a imobilização de rejeitos perigosos. Meeting on Nuclear Applications, 7. ,2005, Santos, **Proceedings...**Santos, 2005.

COTA, S.D.S. **Avaliação de polietileno de baixa densidade reciclado para imobilização de rejeitos perigosos e radioativos**. Processo CNPq n°. 472380/03-6, Belo Horizonte. 2006.

COTA, S.D.S. et. al. Immobilization of simulated evaporator concentrate in low density polyethylene. In: **Progress in Nuclear Energy**, v. 51, p. 236-239, 2009.

DEUTSCHES INSTITUT FOR NORMUNG, **DIN 1995**. Bituminous binder for road building requirements, Berlin: DIN ,2005.

DOYLE, R.D.; STEWART, J.E. Volume reduction and solidification using asphalt. Symposium Waste Management and Fuel Cycle 78, 1978, Tucson. **Proceedings...**, Tucson, 1978.

EIA/DOE Energy Information Administration. **International Energy Outlook -2006**. jun 2006. (DOE/EIA-0484(2006)). Disponível em: <<http://www.eia.doe.gov/oieaf/ieo>>. Acesso em: set. 2008.

ELETRONUCLEAR. Energias Alternativas. Disponível em: <http://www.eletronuclear.gov.br/tecnologia>>. Acesso em: jun. 2009.

ELLIS, D.; SELLERS T.; DUGGAN, R. The nuclear energy non proliferation link and what the IAEA can do now. **Atom for peace**: An International Journal. v.1, n° 2/3, p.166-176. 2006.

EMPRESA DE PESQUISA ENERGÉTICA. Matriz Energética Nacional 2030. Documento Final. Ministério de Minas e Energia. Disponível em: <<http://www.epe.gov.br/PNE/2008111>>. Acesso em: 8 mar. 2008.

EMPRESA NACIONAL DE RESIDUOS RADIATIVOS. **Sexto plan general de residuos radiactivos**. Madrid: ENRESA , 2006.

EUROPEAN COMMISSION. **Attitudes toward radioactive waste**. Brussels, 2008. Special Eurobarometer 297, wave 69.1- TNS Opinion & Social.

FREEMAN, H.M. Standard handbook of hazardous waste treatment and disposal. Section 7.8. **Solidification and stabilization technology**. New York: McGraw Hill, 1995.

GROSCHE FILHO, C.E.; VILLALOBOS, J.P.; CHANDRA, U. **Leaching studies on ion-exchange resins immobilized in bitumen matrix**. Contribution of IPEN-CNEN/SP to the seminar on management options for low and intermediate level wastes in Latin America. São Paulo: IPEN, 1997.112 p.

GROSCHE FILHO, C.E.; CHANDRA, U. Bituminization of simulated waste, spent resins evaporator concentrate and animal ashes by extrusion process. In: Seminar on management options for low and intermediate level wastes in Latin America. **Proceedings...** Vienna: IAEA, 1987.

GUZELLA, M.F.R.; SILVA,T.V. Estudo de lixiviação de produtos simulados de rejeito de baixa e média atividade. In: Congresso Geral de Energia Nuclear 6, Rio de Janeiro, **Anais...**Rio de Janeiro: ABEN, 1999. Em CD-ROM.

GUZELLA, M.F.R. **Betuminização de rejeitos radioativos da Usina de Angra 2**. Belo Horizonte, 2001a. (PPS-CDTN 007/98).

GUZELLA, M.F.R.; SILVA,T.V. Evaluation of bitumen for radioactive waste immobilisation. In: **Waste Management 2001**, 25 Feb-01 Mar 2001. Tucson. Proceedings... Tucson. 2001b. In CD-ROM.

GUZELLA, M.F.R.; SILVA, T.V. Imobilização de resinas de troca iônica em betume. In: **International Nuclear Atlantic Conference**. INAC 2002. Rio de Janeiro. 2002.

GUZELLA, M.F.R.; SILVA, T.V. Incorporação de rejeitos simulados de concentrado de evaporador em betume nacional. In: International Nuclear Atlantic Conference. 2005, Santos. **Proceedings...** Santos. 2005.

GUZELLA, M.F.R.; VASCONCELOS, V.; JORDÃO, E. Imobilização de rejeitos radioativos em betume: uma opção de tratamento de centrais nucleares. Encontro de Asfalto, 18, 2006, Rio de Janeiro. **Anais...** Rio de Janeiro. 2006.

GUZELLA, M.F.R., VASCONCELOS, V.; JORDÃO, E. R&D works on immobilization of radioactive wastes in bitumen matrix. In: International Nuclear Atlantic Conference. Santos. 2007. **Proceedings...** Santos. 2007.

GUZELLA, M.F.R.; MONTE, L.; BARRETO, V. Incorporation of radioactive waste in bitumen - 10 years of P&D and cooperation between CDTN and ELETRONUCLEAR. In: International Nuclear Atlantic Conference, Santos. 2007. **Proceedings...** Santos. 2007.

GUZELLA, M.F.R.; VASCONCELOS, V.; JORDÃO, E. Bituminization process for conditioning radioactive wastes. In: ENCIT 2008. Brazilian Congress of Thermal Engineering and Sciences, 12, 2008, Belo Horizonte. **Proceedings...** Belo Horizonte, 2008.

INSTITUTO BRASILEIRO DE PETRÓLEO. **Informações básicas sobre materiais asfálticos**. Comissão de Asfalto, 2 ed., 1978.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Bituminization processes to condition radioactive wastes**. Vienna: IAEA, 1993a (Technical report series, 352).

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Treatment and conditioning of ion exchange resins from research reactors, precipitation sludges and other radioactive concentrates**. Vienna: IAEA, 1993b. (Technical report series, 689).

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Classification of radioactive waste**. Vienna: IAEA, 1994. 40 p. (Safety series 111-G-1.1).

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Review of the factors affecting the selection and implementation of waste management technologies**. Vienna: IAEA, 1999. 73p. (TECDOC 1096).

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Application of ion exchange processes for treatment of radioactive waste and management of spent ion exchangers**. Vienna: IAEA, 2002. (Technical report series, 408).

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Radioactive waste management- status and trends**. Vienna: IAEA, 2005. 191p. (IAEA/WMDB/ST/4).

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Energy, electricity and nuclear power: Developments and projections: 25 years past and future**. Vienna: IAEA, 2007.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6.961**. Long-term leach testing solidified radioactive waste forms. Geneva, 1982.

KAPAZ, E. **Relatório preliminar da Política Nacional de Resíduos Sólidos**. Brasília: Câmara dos Deputados, 2002, 43p.

KIM, J.Y.; KIM, C.L.; CHUNG, C.H. Leaching characteristics of paraffin waste forms generated from Korean power plants. **Waste Management**, v. 21, p. 325-333, 2001.

KKW 'Untersuchung des radiolysegasverhaltens bei der zwischenlagerung von abfallgebunden des typs ionenaustauscherharze in bitumen'. Aktennotiz 3089. Goesgen. [ca. 1980].

LANGE, L.C. **Carbonation of cement solidified hazardous waste**. 1996. Thesis Thesis (doctor Engineering) - Queen Mary and Westfield College University of London. London, 1996. 211 p.

LEITE, L.F.M. **Estudos de preparo e caracterização de asfaltos modificados por polímero**, 1999. (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro: UFRJ. 1999.

LERÍPIO, A.A. Gerenciamento de resíduos. Disponível em: <<http://www.eps.ufsc.br>>. Acesso em: jan. 2005.

LESTIENNE, B. Johannesburg, ou Rio + 10 – 2ª Cúpula Mundial sobre o desenvolvimento sustentável . 2002. Disponível em: <<http://www.resistir.info/ambiente/johannesburg.html>>. Acesso em: maio 2006.

MAGALHÃES, S.T. **Misturas asfálticas de módulo elevado para pavimento de alto desempenho**. Dissertação (Mestrado em engenharia). Rio de Janeiro. UFRJ, 2004.

MAINGUY, M. et al. Modelling of leaching in pure cement paste and mortar. **Cement and concrete Research**. v.30, p.83-90, 2000.

MANO, E.B. **Polímeros como materiais de Engenharia**. Cap.1 (W.D.Callister (autor cap.). Centro Universitário de Santo André. UNI, 2005.

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

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA E TECNOLOGIA – MCT. **Ciência, Tecnologia e Inovação para o Desenvolvimento Nacional. Plano de Ação 2007- 2010**. Brasília, 2007. 406p.

MONTE, L. **Resultados compilados comparativos dos testes do produto final de concentrado tipo concentrado de boro**. Angra dos Reis: ELETRONUCLEAR, 2005.

MONTGOMERY, D.C. **Introduction to statistical quality control**, 2nd ed., New York : Wiley, 2001.

NASCIMENTO, H.L. **Ferramentas estatísticas para a escolha, validação, comparação e monitoramento de métodos analíticos**. USP. Aula de apresentação de seminário em Q. Analítica, 2001. Publicado em All Chemy- Serie Alfa, março 2001.

NAKAYAMA, S.; AKIMOTO, T.; IIDA, Y. In: Atalante 2000 International Conference -Scientific research on the back-end on fuel cycle for the 21th century. **Proceedings...** 2000. Avignon. 2000.

NAKAYAMA, S.; IIDA, Y.; NAGANO, T. Leaching behaviour of a simulated bituminized radioactive waste form under deep geological conditions. **Journal of Nuclear Science and Technology**. v. 40, p. 227-237. 2003.

NATIONALE GEMEINSCHAFT FÜR DIE LAGERUNG RADIOAKTIVER ABFÄLLE. **Verfestigung schweizerischer radioaktiver Abfälle mit Bitumen**, nov. 1988. (NTB 85-28).

NOGUEIRA, F. **Resíduos: o custo do lixo nosso de cada dia**. Disponível em: <<http://www.insightnet.com.br/brasilsempre>> Acesso em: set. 2008.

OJOVAN, M.I.; LEE, W.E. **An introduction to nuclear waste immobilization**. New York: Elsevier, 2005, 250p.

OLIVEIRA, T.V.S. **Estudo de testes de lixiviação aplicados aos resíduos perigosos solidificados/estabilizados com cimento**. 2002, 86 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Sanitária e Ambiental). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2002.

PETTERSSON, M.; ELERT, M. **Characterisation of bitumenised waste in SFR 1**. Stockholm, 2001. 62 p.

PIETROBON, C. et al. Modelo simplificado para lixiviação de contaminantes de compostos de lodo-cimento. *Acta Scientiarum Technology*. Maringá, 2004.

PINTO, A.J. **Implantação de sistema supervisório na planta de betuminização**. Belo Horizonte: CDTN, 2001. 7 p. (NI CT3 02/01).

PLECAS, I.; DIMOVIC, S.; SMICIKLAS, I. Utilization of bentonite and zeolite in cementation of dry radioactive evaporator concentrate. **Progress in Nuclear Energy**, n. 48. p. 495-503. 2006.

POON, C. S.; CHEN, Z. Q. Comparison of the characteristics of flow-through and flow-around leaching tests of solidified heavy metal wastes. **Chemosphere** v. 38, n. 3, pp. 663-680, 1999.

POWER. **Petróleo, eletricidade e energias alternativas**. Disponível em: <<http://www.power.inf.br>> Acesso em: ago. 2008.

ROCCA, A. C. C. et al. **Resíduos sólidos industriais**. CETESB. 2^{ed}. São Paulo, 1993. p.110-113.

SALOMÃO, A.; SEIBEL, F. A saída nuclear. **Revista Exame**, n. 24, p.38-40,2006.

SCHOLTEN, L.C.; DE WIT, H.W. Criteria study for the surface disposal of low radioactive waste. International Seminar on Radioactive Waste Products, 3 **Proceedings** ... Würzburg, 1997.

SCHVARTZMAN, M.M.A.M. **Metodologia para seleção de adsorventes de zeólita para separação de gases pelo processo PSA**. 1999. 185 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1999.

SHON, S.S. **Effect of additives on the bituminization of hazardous wastes**. 1997. 159 f. Thesis. Department of Civil Engineering. Taejon, Korea. 1997.

SHON, S.S.; LEE, S.H. et al. The improvement of the mechanical stability and leachability of bituminized waste form of radioactive ash by addition of reused polyethylene. **Korean J. Chem. Eng.** v. 18. p. 668-672. 2001.

SILVA, E.M.P. **Estudo do comportamento químico de alguns radionuclídeos no produto cimentado**. 1997. 94 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Nuclear). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1997.

SILVA, E.M.P. **Implementação de um sistema unificado para gerenciamento de rejeitos**. 2006. 277 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

SILVEIRA, Z.C. **Análise estatística de parâmetros de projeto em componentes de sistemas mecânicos**. 2003. 185 f. Tese. (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003.

SLOOT, H.A. et al. **Harmonization of leaching/extraction tests**. London: Elsevier, 1997. 281p.

SOUZA, J.A.M. et al. **Os rejeitos provenientes de aplicações pacíficas da energia nuclear e seu gerenciamento**. 2. ed. Rio de Janeiro: ELETRONUCLEAR, 1998. 48p.

SPARATO, G. O futuro da fusão nuclear. **Scientific American Brasil**. n. 58; p. 28-29, 2007.

TELLO, C.C.O. Solidificação de rejeitos líquidos orgânicos usando cimento. In: Congresso Brasileiro de Termodinâmica Aplicada. Curitiba. 21004 **Anais...**São Paulo: ABEQ, 2004, CD-ROM.

TORRES, M.M. **Nuclear knowledge management: the Brazilian model**. International Nuclear Knowledge Management. v..2. p. 169-173. 2006.

U. S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. Superfund basic information. Disponível em <<http://www.epa.gov/superfund>. Acesso em: jun. 2009.

VASCONCELOS, V. **Desenvolvimento e aplicação de uma metodologia para a descrição microestrutural**. 1997. 115 f. Tese. (Doutorado em Engenharia Metalúrgica). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1997.

YIM, S.P.; KIM, J.H.; SON, S.J. Operational experience on bituminization in Korea. In: Symposium on Waste Management .1992, Tucson. **Proceedings**.... Tucson. 1992.

ZAKHAROVA, K.P.; MASANOV, O.L. Bituminization of liquid radioactive wastes. Safety assessment and operation experience. **Atomic Energy**, n° 89. p. 646-649. 2000.

WANO. World Nuclear Association. Disponível em: <<http://www.world-nuclear.org>>
Acesso em: dez. 2005.

WERKEMA, M.C.C.; AGUIAR, S. **Otimização estatística de processo**: como determinar a condição de operação de um processo que leva ao alcance de uma meta de melhoria. Belo Horizonte: Fundação Christiano Ottoni, 1996.

WHITEOAK, D. SHELL Bitumen Handbook, London, 1990.

ANEXO 1 – Glossário de Termos (CNEN, 1985, 2002; CDTN, 1993)

Acondicionamento. Preparação do rejeito para o manuseio, transporte, armazenamento ou disposição seguros, por meio de sua colocação em embalagens adequadas.

Armazenamento. Confinamento de rejeito radioativo por um período definido.

Armazenamento inicial. Armazenamento temporário de rejeitos no espaço físico da instalação, na qual o rejeito foi gerado, para posterior disposição.

Caracterização. Determinação qualitativa e quantitativa das propriedades físicas, químicas, biológicas e radiológicas do rejeito, visando identificar a natureza perigosa do rejeito e estabelecer a estratégia mais adequada a ser adotada para a sua gerência.

Condicionamento. Conjunto de operações que transformam o rejeito em uma forma apropriada para manuseio, liberação, transporte, armazenamento ou disposição, obedecendo a critérios pré-estabelecidos pelo órgão regulamentador. Pode compreender a imobilização do rejeito, a sua colocação em embalagens qualificadas e, se necessária, a provisão de sobre-embalagem.

Confinamento. Isolamento de rejeito radioativo de modo a impedir a sua dispersão no ambiente.

Contaminação. Presença indesejável de materiais radioativos em pessoas, objetos, meios ou locais.

Critério de aceitação de produto. Critérios gerais estabelecidos pelo receptor de rejeitos para os embalados de rejeitos, compreendendo os requisitos básicos de segurança para aceitação de rejeitos para fins de destinação (armazenamento, recuperação, reutilização, reciclagem, tratamento, eliminação ou disposição).

Disposição final ou deposição. Colocação do rejeito em instalação licenciada por autoridades competentes, sem a intenção de removê-los. Estas instalações podem ser repositórios, aterros industriais ou aterros sanitários.

Depósito Intermediário. Instalação licenciada por autoridades competentes e destinada a receber e, eventualmente, tratar ou condicionar rejeitos até o seu descarte ou remoção para disposição.

Depósito Provisório. Instalação destinada a abrigar rejeitos provenientes de áreas atingidas por acidentes com materiais radioativos até a sua transferência para outro depósito, observando-se os requisitos de segurança estabelecidos pela CNEN.

Descarte (ou Eliminação). Liberação planejada e controlada de rejeito radioativo para o ambiente. Tal liberação deve atender às restrições impostas pelos órgãos regulamentadores.

Embalado. Conjunto formado pela embalagem e pelo respectivo produto de rejeito

Estabilização. Processo de conversão de rejeito para uma forma química mais estável, menos tóxica e de menor mobilidade dos contaminantes na disposição final.

Garantia da qualidade. Ações planejadas e sistemáticas necessárias para prover a confiabilidade que um item, um processo ou um serviço de forma a satisfazer os requisitos de qualidade.

Gerador. Pessoa física ou jurídica que, com resultado de seus atos ou de qualquer processo, operação ou atividade, produza e ofereça rejeitos para o transporte interno ou externo.

Gerência de rejeitos (Gerenciamento ou Gestão). Conjunto de atividades administrativas e técnicas envolvidas desde o planejamento das atividades geradoras de rejeitos radioativos ou não radioativos, em quaisquer instalações e que estão relacionadas ao controle da geração, segregação, acondicionamento, caracterização, manuseio, tratamento, condicionamento, transferência, transporte, armazenamento, controle e disposição final de rejeitos.

Gray. Quantidade de energia de radiação absorvida ou dose absorvida por unidade de massa (J.kg^{-1}).

Imobilização. Conjunto de operações que produzem produtos de rejeito qualificados, por meio de processos de solidificação ou de encapsulamento, de modo a minimizar o potencial de migração ou dispersão de contaminantes pelos processos naturais durante o armazenamento, transporte e disposição.

Instalação Nuclear. Instalação na qual material nuclear é produzido, processado, utilizado, manuseado ou estocado em quantidades relevantes, a juízo da CNEN. Compreendidos nesta definição estão o reator nuclear, usina que utiliza combustível nuclear para produção de energia térmica ou elétrica para fins industriais, fábrica ou usina para produção ou tratamento de materiais nucleares, usina de reprocessamento de combustível nuclear irradiado e depósito de materiais nucleares. Não inclui local de armazenamento temporário usado durante o transporte.

Instalação Radiativa. Estabelecimento ou instalação onde se produzem, utilizam, transportam ou armazenam fontes de radiação. Excetuam-se desta definição as instalações nucleares e os veículos transportadores de fontes de radiação, quando estas não são partes integrantes dos mesmos.

Inventário. Registro detalhado e itemizado contendo, no mínimo, informações relativas à caracterização física, química, biológica e radiológica, origem, quantidade e localização do rejeito.

Material radioativo. Material que contém substâncias emissoras de radiação ionizante.

Meia vida física ($t_{1/2}$ ou período de semidesintegração). Tempo que um elemento químico radioativo leva para ter sua atividade inicial reduzida à metade.

Minimização da geração. Conjunto de ações do gerenciamento de rejeitos que envolvem a redução na fonte, a reciclagem externa e a segregação dos rejeitos na origem.

Programa de Gerência de Rejeito Radioativo (PGRR). Documento em que se descrevem a metodologia e os controles administrativos e técnicos que deverão ser implementados para atender o estabelecido pelo Sistema de Gerência de Rejeito Radioativo.

Produto de rejeito. Rejeito radioativo incorporado ou não em matriz sólida, ou seja, o rejeito tratado na sua forma final, sem a embalagem.

Rejeito. Refere-se aos resíduos perigosos e aos resíduos radioativos de uma instalação.

Rejeito radioativo. Qualquer material resultante de atividades humanas, que contenha radioisótopos em quantidades superiores aos limites de isenção, especificados na Norma NE-6.05 (CNEN, 1985) e para o qual a reutilização é imprópria ou não prevista.

Rejeito radioativo de usinas nucleares. Rejeitos, normalmente contaminados com produtos de fissão e ativação, que resultam do tratamento de água de refrigeração, de tanques de estocagem e das rotinas de manutenção e da descontaminação dos equipamentos.

Repositório. Instalação licenciada destinada a receber, em observância aos critérios estabelecidos pela CNEN, os rejeitos radioativos provenientes de armazenamentos iniciais, depósitos intermediários e depósitos provisórios. O mesmo que depósito final.

Resíduo. Qualquer material cuja reutilização é imprópria ou não prevista pelo gerador.

Resíduo sólido. Restos provenientes de quaisquer atividades ou processos de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agropecuária e outras, incluindo os lodos, cinzas oriundos de sistemas de controle de poluição ou de tratamento de água, nos seus estados sólidos, semissólido e/ou líquido não passíveis de tratamento convencional.

Segregação. Separação dos rejeitos, de acordo com as suas características físicas, químicas, biológicas e radiológicas, de modo a facilitar a Gerência, permitindo melhor processamento e redução de volume sempre que possível.

Solidificação. Imobilização de materiais por conversão em um produto de rejeito sólido, fisicamente estável, que possa ser manuseado e que seu conteúdo não seja dispersível. Calcinação, secagem, cimentação, betuminização e vitrificação são técnicas de solidificação usadas.

Transporte. Transporte de rejeito realizado em áreas externas à instalação licenciada. Nas áreas internas o transporte é denominado interno ou transferência.

Tratamento. Qualquer operação ou procedimento que modifique as características originais dos rejeitos, visando aumentar a segurança e minimizar os custos das etapas posteriores da Gerência. Os objetivos básicos do tratamento são a redução de volume, a mudança de composição, a remoção de radionuclídeos, entre outros.

ANEXO 2 - Preparo de solução de concentrado de evaporador

Referência da solução:

Data do preparo:

Responsável:

- Massa de solução a ser preparada:
- Peso do béquer:
- pH da água:
- Temperatura ambiente:

Adicionar 26g de NaOH p.a (para 1kg de solução) antes da adição de H_3BO_3

Massa de NaOH necessária para diluição:

REAGENTE	Composição percentual	Massa p/ 1000g sol.	Massa a ser pesada (g)
H_3BO_3			
NaCl			
Na_2 -EDTA.2 H_2O			
Na_2SO_4			
$Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$			
$CaCO_3$			
CsCl			
H_2O			
TOTAL			

Levar em consideração a pureza dos reagentes para o cálculo da massa a ser pesada

- Massa da solução:
- pH atual da solução:

- **Acerto de pH (6,9 - 7,1)**

Solução de NaOH utilizada:

Massa de NaOH adicionada:

pH final:

- **Massa total da solução:**
- **Densidade** (densímetro):
- **Sólidos totais (%)**:

Observações:

ANEXO 3 - Procedimento para determinação da porcentagem de sólidos no rejeito

A) Material necessário:

- Béqueres de 25 mL (preferência de forma alta)
- Vidros de relógio pequenos
- Bandejas de inox
- Dessecador
- Balança analítica com precisão de 0,0001g

B) Modo de fazer:

- 1) Preparar o material para determinação da % de sólidos
 - a) passar água destilada no béquer e vidro de relógio
 - b) colocar na estufa para secar em bandeja de inox
- 2) Pesar o béquer com o vidro de relógio e numerá-los
- 3) Colocar 10 – 15 mL de amostra no béquer previamente tarado e identificado. A amostra deve ser bem homogeneizada imediatamente antes da amostragem.
- 4) Recolocar o béquer na estufa à ~ 80 °C e deixar por ~ 24 horas.
- 5) Passar a temperatura da estufa para 120 °C.
- 6) Após 4 dias pesar a amostra.
- 7) Anotar todos os pesos em planilha própria.
- 8) Pesar novamente a amostra após 3 dias ou até que o peso fique constante na ordem de 0,01g.

OBSERVAÇÕES:

ANEXO 4 – Operação do Sistema de Betuminização

Resumo do processo

O processo de betuminização consiste na incorporação homogênea do rejeito em betume. Ambos são alimentados no sistema em concentrações determinadas, através de cálculos, de forma a obter o produto de rejeito com a porcentagem de rejeito desejada.

Preparação para o início de uma campanha de incorporação

Os níveis de óleo dos banhos de aquecimento devem ser verificados.
Os recipientes para coleta de amostras devem ser separados e pesados.
O rejeito a ser incorporado deve estar preparado e analisado.
O tanque de betume deve conter uma quantidade adequada para permitir agitação.
Os condensadores e balões de recolhimento de condensado devem estar limpos.
Devem ser feitos os cálculos das vazões de betume e de rejeito de forma a atender a porcentagem de rejeito incorporado a ser estudada.

Equipamentos

Extrusor-evaporador.
Chapa de aquecimento para manutenção da temperatura de rejeito.
Sistema de exaustão.
Bombas dosadoras de betume e rejeito.
Banhos de aquecimento das zonas de aquecimento e do tanque de betume.
Painel de controle.
Secador.
Lanterna.
Cronômetro.
Calculadora.

Materiais em Geral

Óleo de aquecimento Thermia E e Tellus.
Linhas de óleo.
Recipientes para coleta de amostras.
Mangueiras e conexões.

Precauções especiais quanto a segurança

O extrusor-evaporador deve ser operado por técnicos treinados, sendo responsáveis por:

- a) estabelecer as práticas de segurança apropriadas para a operação do sistema de betuminização;
- b) manter o responsável técnico informado sobre as condições, dificuldades e materiais relacionados à aplicação deste procedimento;
- c) manter os equipamentos e materiais em perfeito estado de limpeza, conservação e funcionamento;
- d) operar o equipamento com o sistema de exaustão ligado. O lavador de olhos e o chuveiro de emergência devem ser utilizados em caso de acidentes.

O processo de incorporação de rejeito é feito em temperaturas próximas a 160 °C e todas as linhas do sistema são aquecidas. As amostras recolhidas para análise estão nesta faixa de temperatura. Portanto é obrigatório o uso dos seguintes EPI:

a) luvas de raspa para o recolhimento das amostras e para as verificações realizadas no tanque de betume. (nível e viscosidade do betume);

b) avental de algodão e manga comprida;

c) óculos de segurança na verificação do tanque de betume.

Procedimento de operação do sistema

Completar o volume do tanque de betume para aproximadamente 10 quilos.

Ligar a chave geral e o controle principal.

Ligar o microcomputador, onde serão feitas as leituras das temperaturas das zonas de aquecimento.

Ligar o banho de betume responsável pelo aquecimento deste e das linhas de betume para o extrusor.

Ajustar para 185 °C a temperatura do betume e as temperaturas pré estabelecidas para os banhos de aquecimento, sendo a temperatura mínima de 160 °C.

Ligar no painel e nos controles dos banhos o aquecimento das zonas 2,3,4 e 5.

Verificar em cada banho a temperatura de segurança que deve ser menor que 200 °C.

Ligar o agitador do tanque de betume somente quando for possível girar o agitador com as mãos, o que indica que o betume está fluido.

Verificar com termoelemento a temperatura no centro e nas laterais do tanque de betume. Se a temperatura for > que 150 °C, descer a alavanca abaixo do tanque.

Após o aquecimento da máquina (aproximadamente 45 minutos), e aparecimento no painel do indicativo de “Máquina Aquecida”, ligar a bomba de óleo, verificando o nível desta.

Para limpeza do filtro de óleo, girar a borboleta para a direita e para a esquerda.

Ligar o motor principal e aumentar gradativamente a rotação até no máximo de 20%.

Aparece no painel: “Máquina Pronta para Operar “.

Para ligação da bomba de betume, verificar se a válvula do tanque de betume está aberta.

Ligar a bomba no painel e na chave da própria bomba, após comprovar se a correia e o acoplamento giram manualmente.

Aquecer com secador a entrada da alimentação de betume.

Para verificar se o betume do tanque está fluido, girar a pá do agitador do tanque de betume com as mãos. O observador tem que usar óculos de segurança para realizar esta operação.

Voltar a posição normal e esperar uns dez minutos.

Começar a amostrar para conferir a vazão de betume.

Após calibração da bomba, ligar a alimentação de rejeito.

Verificar se a água de refrigeração dos condensadores está ligada.

Procedimento de verificação para realização das campanhas

As temperaturas nos indicadores não podem ser menores que 160 °C.

A rotação do parafuso do extrusor não deve exceder a 20% (torque).

Os controles de temperatura de segurança dos banhos, o número de rotações especificado para a bomba de betume e a bomba de alimentação do rejeito devem ser verificados.

Procedimento para finalização das corridas

Fechar a alimentação de rejeito.

Deixar o betume fluir de 5 a 6 minutos para limpeza dos parafusos.

Aumentar a rotação aos poucos e deixá-la em 50 r.p.m. por alguns minutos.

Diminuir a rotação aos poucos até zero.

Desligar as zonas de aquecimento, bomba de betume, válvula do tanque e agitador do tanque de betume.

Desligar o motor principal.

Desligar a bomba de óleo.

Desligar o controle principal.
Desligar a chave geral.
Fechar a água de refrigeração dos condensadores e desligar a exaustão.

Verificação semanal.

Verificar o nível de óleo dos banhos.
Verificar se há óleo nos rabichos.

Tempo de execução de uma campanha de incorporação

O tempo de execução de uma campanha de incorporação é de 6 horas aproximadamente.

Registros

Para cada campanha é preenchida uma planilha como mostrada no Anexo 5, onde são anotados o número da campanha, os tempos e temperaturas de operação, rotação da bomba de betume, rotação e torque do extrusor, vazões obtidas para cada corpo de prova da campanha. Todos os dados da campanha e os resultados das análises realizadas devem constar deste documento, bem como as observações durante a campanha.

ANEXO 5 - Protocolo de teste - extrusor ZDS-T28

Nº TESTE:	Data:
Operador:	
SOLUÇÃO TESTE:	
Conteúdo de sólidos (%):	(120 °C)
Densidade (g.cm ⁻³):	pH:
TIPO DE BETUME:	
VARIÁVEIS DO PROCESSO	
Dosagem de betume (g .h ⁻¹):	Regulagem bomba de betume:
Dosagem do concentrado (mL h ⁻¹):	Regulagem bomba de concentrado:
Rotação dos parafusos (rpm):	
Torque (%):	
Temperatura tanque de betume (°C):	
Temperatura do concentrado (°C):	
Duração do teste (h):	
Produto – taxa (g .h ⁻¹):	
Condensado – taxa (L .h ⁻¹):	
COMPOSIÇÃO DO BETUME/SAL	
a) calculado a partir do balanço de massa:	
b) através de análise:	
OBSERVAÇÕES DURANTE O TESTE:	

ANEXO 5 - Protocolo de teste – extrusor ZDS-T28 (cont.)

INSPEÇÃO DO PRODUTO	
Nº da amostra:	
Ponto de amolecimento (anel e bola) (°C):	
Ponto de fulgor (°C):	
Penetração (1/10)mm:	
Ponto de combustão (°C):	
Conteúdo de água (seg. DIN 1995 (%):	
Conteúdo de água (seg. K. – Fischer) (%):	
Densidade (g.cm ⁻³):	
Homogeneidade:	
Inchamento em água destilada:	
Lixiviação em água destilada (kg.m ⁻² .s ⁻¹):	
OBS:	
INSPEÇÃO DO CONDENSADO	
Domo 1	
Quantidade de condensado (total) (mL):	Peso (g):
Densidade (g.cm ⁻³):	
Condutividade (S.cm ⁻¹) (a °C):	pH:
Conteúdo de óleo (mg L ⁻¹):	
Conteúdo de sólidos (mg L ⁻¹):	(120 °C)
Domo 2	
Quantidade de condensado (total) (mL):	Peso (g):
Densidade (g.cm ⁻³):	
Condutividade (S.cm ⁻¹) (a °C):	pH:
Conteúdo de óleo (mg. L ⁻¹):	
Conteúdo de sólidos (g L ⁻¹):	(120 °C)
Domo 3	
Quantidade de condensado (total) (mL):	Peso (g):
Densidade (g.cm ⁻³):	
Condutividade (S.cm ⁻¹) (a °C):	pH:
Conteúdo de óleo (mg. L ⁻¹):	
Conteúdo de sólidos (g. L ⁻¹):	(120 °C)

ANEXO 6 - Preparo de amostras para determinação do tamanho de cristais

1 - Preparo da amostra para determinação do tamanho dos cristais.

O procedimento é realizado em capela e a separação do betume e do sal incorporado é feita utilizando-se um solvente específico para o betume. Após a separação os cristais são analisados por microscopia e, para verificação da porcentagem de sais incorporados, alguns elementos químicos são analisados por métodos convencionais.

1 -1 O procedimento de preparo da amostra para determinar o tamanho de cristais deve ser o seguinte:

Pesar duas amostras com 0,5 g de produto para duplicata.

Colocar em um tubo de ensaio cada amostra e adicionar 10 mL de tetracloreto de carbono, CCl_4 . Agitar com bastão e centrifugar por 3 minutos, aumentando a rotação até 3000 r.p.m.

Usar o misturador KS 130 CONTROL com rotação de 800 rpm por 3 minutos – 5 vezes.

Retirar a parte superior (tetracloreto e betume) com o auxílio de uma pipeta sem tocar o sal.

Completar com 6 mL de CCl_4 , agitar e centrifugar.

Repetir as duas operações anteriores por mais 4 vezes até que o sobrenadante saia límpido.

Para retirar o CCl_4 da amostra e colocá-la em um banho de óleo – temperatura de 80 °C.

Secar em estufa a 80 °C para eliminar o tetracloreto.

Secar o sólido em estufa (150 °C) e colocar em um dessecador para não hidratar.

1 -2 Preparo da lâmina.

Uma porção de material coletado (20 mg) é homogeneizada com CCl_4 , depositada sobre uma lâmina delgada e levada em estufa a 120 °C para secagem.

A amostra é enviada ao setor de análise, onde é feita em microscópio ótico a leitura semiquantitativa dos diâmetros dos cristais.

2 - Preparo da amostra para determinação da quantidade de sais no produto.

No processo de betuminização é feito um cálculo teórico da quantidade de sais que se pretende incorporar à matriz de betume considerando que as vazões de betume e alimentação do rejeito permanecem constantes ao longo das campanhas. Mas, durante o processo podem ocorrer flutuações nas vazões, que podem influenciar a homogeneidade do produto.

Procedimento para a separação dos sais.

Pesar 1 g de produto e colocar em um funil de decantação.

Adicionar 25 mL de xilol para dissolução do betume.

Adicionar 20 mL de água destilada e agitar com um bastão até a separação das fases.

Aguardar a decantação (tempo).

Retirar a água com uma proveta.

Repetir as três operações anteriores mais 4 vezes.

Medir o volume coletado na proveta referente às cinco lavagens e analisar os sais da amostra.

Anexo 7 Preparo da ulexita a partir do concentrado de evaporador

Obtenção do concentrado simulado do evaporador (solução mãe).

Aquecer o volume de 800 mL de água destilada a um aquecimento controlado de 40 °C com agitação magnética utilizando um aquecedor elétrico. Adicionar à água destilada, gradualmente, 517,44 g de H_3BO_3 . Para garantir a dissolução completa do ácido, adicionar à mistura 78,4 g de NaOH lentamente e cessar a agitação após o término da dissolução.

Síntese do composto borato.

Colocar a solução-mãe preparada em uma manta térmica e submeter a uma temperatura controlada de 87 °C e a uma agitação mecânica de 100 rpm.

Preparar uma solução de hidróxido de cálcio com a dissolução de 89,29 g do composto em 400 mL de água.

Aquecer esta lama até a temperatura de 70 °C e adicionar à solução-mãe.

Tampar a mistura e submeter à agitação de 300 rpm por 7 horas.

Após um período de repouso de 48 horas, separar o composto insolúvel da solução por meio de uma filtração a vácuo e secar o mesmo em uma estufa a 80 °C.

Retiradas alíquotas de 20 mL da solução de 30 em 30 minutos durante todo o processo e filtrar

Caracterizar os filtrados por meio de espectrometria de emissão atômica por plasma indutivamente acoplado (ICP/AES).

Analisar os sólidos obtidos (secos em estufa à temperatura de 80 °C) por difração de raios X e por análise termodiferencial para comprovação da formação da ulexita.