

Área: Sustentabilidade | Tema: Temas Emergentes em Sustentabilidade

**CARVÃO COM CARÁCTER MAGNÉTICO OBTIDO A PARTIR DE GLICOSE COMO ADSORVENTE
PARA REMOÇÃO DO CORANTE VERMELHO ÁCIDO 97**

**MAGNETIC CARBON FROM GLYCOSIS AND FERRIC CHLORIDE AS ADSORVENT FOR ACID RED
97 REMOVAL**

Patrícia Grassi, Davi Alexandre Maboni Roth, Pietro Machado Lunardi, Fernanda Caroline Drumm, Jordana

Georgin e Sergio Luiz Jahn

RESUMO

Um carvão é apresentado, diferentemente dos materiais adsorventes tradicionais, com propriedades ferromagnéticas, as quais possibilitam uma fácil separação magnética do material adsorvido do adsorvente. Para tal, utilizou-se na síntese do material glicose anidra como matriz orgânica, pirolisada, sob atmosfera inerte, catalisada com cloreto férrico e, posteriormente lavada com água destilada. Fez-se a caracterização do material por difração de raios-X (DRX). A partir dos ensaios, verificou-se que a capacidade máxima de adsorção do corante vermelho ácido 97 foi de 52,67 mg.g⁻¹ e a porcentagem de remoção de 63,21%, em pH 2 e massa de adsorvente de 1,2 g/l. Em relação ao efluente simulado, o carvão removeu 87% da cor dessa solução. Dessa forma, pode-se concluir que o carvão sintetizado é um adsorvente eficiente na remoção do corante vermelho ácido 97 e efluente simulado, podendo ser recuperado a baixo custo.

Palavras-Chave: carvão, ferromagnético, adsorção, vermelho ácido 97, efluente simulado.

ABSTRACT

A charcoal is presented, unlike traditional adsorbent materials, with ferromagnetic properties, which allow an easy magnetic separation of the adsorbed material of the adsorbent. For that, anhydrous glucose (Synth brand) was used as an organic matrix to synthesize the material, which was pyrolyzed, under an inert atmosphere, catalyzed with ferric chloride and washed with distilled water. The obtained product was characterized by X-ray diffraction (XRD). From the tests, it was verified that the maximum adsorption capacity of dye acid red 97 was 52,67 mg.g⁻¹ and percentage of removal was of 63,21%, in pH 2 and mass of adsorbent of 1.2 g/L. In relation to the simulated effluent, the carbon removed 87% of the color of that solution. Therefore, it is possible to conclude the carbon can be used in the treatment of industrial textile effluents and can be recovered at low costs.

Keywords: carbon, ferromagnetic, adsorption, acid red 97, simulated effluent

Eixo Temático: Sustentabilidade

**CARVÃO COM CARÁCTER MAGNÉTICO OBTIDO A PARTIR DE GLICOSE
COMO ADSORVENTE PARA REMOÇÃO DO CORANTE VERMELHO ÁCIDO 97**

**MAGNETIC CARBON FROM GLYCOSIS AND FERRIC CHLORIDE AS
ADSORVENT FOR ACID RED 97 REMOVAL**

RESUMO

Um carvão é apresentado, diferentemente dos materiais adsorventes tradicionais, com propriedades ferromagnéticas, as quais possibilitam uma fácil separação magnética do material adsorvido do adsorvente. Para tal, utilizou-se na síntese do material glicose anidra como matriz orgânica, pirolisada, sob atmosfera inerte, catalisada com cloreto férrico e, posteriormente lavada com água destilada. Fez-se a caracterização do material por difração de raios-X (DRX). A partir dos ensaios, verificou-se que a capacidade máxima de adsorção do corante vermelho ácido 97 foi de 52,67 mg.g⁻¹ e a porcentagem de remoção de 63,21%, em pH 2 e massa de adsorvente de 1,2 g/l. Em relação ao efluente simulado, o carvão removeu 87% da cor dessa solução. Dessa forma, pode-se concluir que o carvão sintetizado é um adsorvente eficiente na remoção do corante vermelho ácido 97 e efluente simulado, podendo ser recuperado a baixo custo.

Palavras-chave: carvão, ferromagnético, adsorção, vermelho ácido 97, efluente simulado.

ABSTRACT

A charcoal is presented, unlike traditional adsorbent materials, with ferromagnetic properties, which allow an easy magnetic separation of the adsorbed material of the adsorbent. For that, anhydrous glucose (Synth brand) was used as an organic matrix to synthesize the material, which was pyrolyzed, under an inert atmosphere, catalyzed with ferric chloride and washed with distilled water. The obtained product was characterized by X-ray diffraction (XRD). From the tests, it was verified that the maximum adsorption capacity of dye acid red 97 was 52,67 mg.g⁻¹ and percentage of removal was of 63,21%, in pH 2 and mass of adsorbent of 1.2 g/L. In relation to the simulated effluent, the carbon removed 87% of the color of that solution. Therefore, it is possible to conclude the carbon can be used in the treatment of industrial textile effluents and can be recovered at low costs.

Keywords: carbon, ferromagnetic, adsorption, acid red 97, simulated effluent.

1 INTRODUÇÃO

Grandes quantidades de corantes são descartadas pelas indústrias têxteis, de cosméticos, papel, couro e afins. Para minimizar as consequências oriundas do descarte, pode-se tratar os rejeitos através da adsorção, que tem baixo custo de implementação e operação, alta eficiência, mínimo uso de energia e simplicidade de operação (FRANCO, 2015).

O carvão ativado é um adsorvente amplamente utilizado em processos industriais (Aljeboreet *al.*, 2014). No entanto, verifica-se um ponto crítico do processo de adsorção na separação do conjunto adsorvente-adsorbato, referente à recuperação do material empregado como adsorvente. Normalmente, a filtração é utilizada, porém, o entupimento dos poros das membranas filtrantes é um problema de processo, pois reduz muito o fluxo, demandando muito tempo de operação (SHAO, 2012). Esse problema pode ser minimizado, utilizando-se materiais com propriedades magnéticas, os quais podem ser removidos do meio através da aplicação de um campo magnético (RANJITHKUMAR, 2014).

Desse modo, o presente trabalho teve por objetivo realizar a síntese de um carvão, com propriedades magnéticas, em uma única etapa de processo. O material formado foi caracterizado por difração de raios-X e avaliado quanto sua capacidade de adsorção do corante vermelho ácido 97. Nos ensaios de adsorção, foram avaliados a influência dos seguintes parâmetros de processo: pH inicial da solução e da massa de adsorvente. Para testar a eficiência do material em condições reais do processo realizaram-se também, ensaios em efluente simulado.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO

A preparação do carvão magnético seguiu as seguintes etapas: 100 g de glicose anidra (marca Synth) e 100 g de cloreto férrico ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, Synth) foram dissolvidos em 200 ml de água destilada no interior de um béquer. A solução foi mantida em estufa, a 80 °C, durante 24 horas, para evaporação da água. O sólido formado foi acondicionado no interior de reator de quartzo e calcinado, com auxílio de forno mufla a 700 °C, durante 6 horas. A atmosfera de calcinação foi mantida inerte pela passagem de nitrogênio, fluxo de 50 mL/min. Então, o sólido formado foi lavado com água destilada por processo de filtração até que o pH final da água de lavagem atingisse valores próximos a 7. Por fim, a amostra foi seca em estufa a 80 °C durante 24 horas e acondicionada em frasco plástico.

O material foi caracterizado por difração de raios-X, utilizando o difratômetro Rigaku, modelo Miniflex 300, empregando radiação Cu-K α (λ de 1,5418 Å), fonte de energia com 30 kV e 10 mA, grau de avanço de 0,03° e tempo de aquisição de 0,5 s.

2.2 EXPERIMENTOS DE ADSORÇÃO

Os ensaios, para determinar a capacidade de adsorção do carvão, foram realizados no interior de Erlenmeyer de vidro de 250 mL, ao qual foi transferido 50 mL de solução aquosa de corante vermelho ácido 97, com concentração inicial de 100 mg/L. O pH da solução foi ajustado ao valor desejado (2, 4, 6, 8 ou 10), com auxílio de soluções de hidróxido de sódio 0,1 molar ou ácido sulfúrico 0,1 molar, e na sequência adicionava-se 0,075g de adsorvente (1,5 g/L). Após os frascos de Erlenmeyer foram acondicionados em Câmara Incubadora com Agitação Orbital (Shaker) e mantidos sob agitação de 150 rpm, durante 120 min, a 25°C. Na sequência, o adsorvente foi removido da solução, com auxílio de centrifugação, e procedeu-se a leitura da absorbância das soluções com auxílio de espectrofotômetro (UV/Vis), utilizando o

comprimento de onda em que a absorção é máxima para o corante vermelho ácido 97 ($\lambda=498\text{nm}$). O valor de absorbância obtido foi empregado para cálculo da concentração de corante residual na solução. Na sequência, avaliou-se o efeito da massa de adsorvente na capacidade de adsorção, variando a massa de adsorvente adicionado (0,9; 1,2; 1,5; 1,8 e 2,1 g/L), na melhor condição de pH determinada anteriormente. A agitação, remoção do adsorvente e leitura da absorbância foram realizados conforme a etapa anterior. A capacidade de adsorção (q_t) do corante pelo carvão foi calculada pela equação 1 e a taxa de remoção do corante na solução, pela equação 2.

$$q_t = \frac{(C_0 - C)V}{m} \quad (1) \qquad \text{Remoção}(\%) = \left(\frac{C_0 - C}{C_0}\right).100 \quad (2)$$

Onde: C_0 e C (mg/L) são respectivamente a concentração inicial e a concentração no equilíbrio; m (g) é a massa de adsorvente utilizado e V (L) é o volume de solução.

2.3 SIMULAÇÃO DO EFLUENTE TÊXTIL

Preparou-se uma solução sintética contendo corantes que fazem parte de efluentes têxteis industriais, através da mistura de diferentes corantes cuja composição e características são apresentadas na tabela 1. O ensaio de adsorção foi realizado no melhor pH e massa determinados nos experimentos anteriores, em 50 mL de solução do efluente simulado, sob as condições de agitação, tempo de reação e temperatura, de 150 rpm, 120 minutos e 25 °C respectivamente.

Tabela 1 - Composição química do efluente sintético.

Corantes e compostos inorgânicos	Concentração (mgL ⁻¹)	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)
vermelho ácido 97	20,0	498
violeta cristal	10,0	590
vermelho Procion	10,0	544
azul de metileno	10,0	664
cloreto de potássio (KCl)	10,0	
cicarbonato de sódio (Na ₂ CO ₃)	10,0	
pH original da solução	6,2	

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

Da análise do difratograma de raios X do adsorvente (Figura 1) é possível constatar a presença de uma elevação na intensidade de difração na faixa de 2θ de 20-30 graus, indicativo da formação de material a base de carbono com características amorfas. Os picos de difração verificados em 2θ 35,3; 44,5; 64,9 e 82,1 são característicos do Ferro zero monovalente [ZHANG, 2014], responsável pelo carácter magnético do adsorvente. Esta característica pode ser comprovada na figura 2, que mostra a atração que o material sofre na presença de um ímã.

Figura 1. Difração de raios X do carvão.

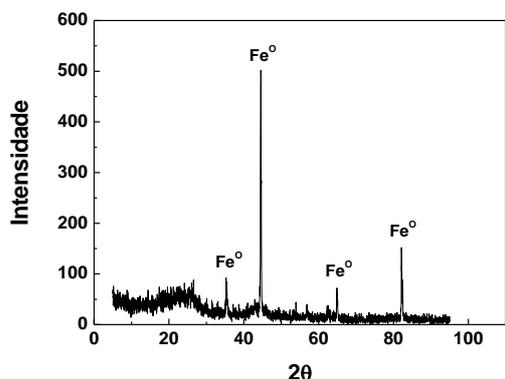
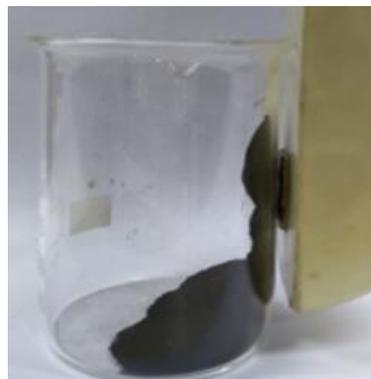


Figura 2 - Demonstração das propriedades magnéticas do carvão.



3.2 AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE ADSORÇÃO

Na figura 3 são apresentados resultados da influência do pH (faixa de 2 – 10) na capacidade de remoção do corante Vermelho 97. Pode-se verificar que a capacidade de adsorção tende a cair com a elevação do pH da solução de contaminante. Nas condições dos ensaios constatou-se que a capacidade de adsorção máxima foi obtida em pH ácido (pH =2), atingido valores na ordem de 45 mg g^{-1} . Estes resultados mostram que pHs da solução baixos favorecem a formação de sítios catiônicos (com deficiência de elétrons) no adsorvente, já nestas condições a concentração do corante, com carácter aniônico devido a presença de grupos sulfonatos, é aumentada (FERREIRA, 2017). Com a elevação do pH da solução ocorre a elevação do número de grupos hidroxila (OH^-) que irão competir com os grupos aniônicos do corante, fazendo com que a capacidade de adsorção do carvão seja diminuída (WONG, 2017). Com base nesta informação optou-se pela realização dos ensaios para avaliar a influência da massa de adsorvente empregando pH 2.

A Figura 4 apresenta resultados da influência da massa de adsorvente empregada nos ensaios na capacidade de adsorção (q , mg g^{-1}) e no percentual de remoção. Pode-se verificar que o percentual de remoção do corante da solução cresce com o aumento da massa de adsorvente, comportamento que pode ser atribuído ao aumento do número de sítios de adsorção (MITTAL, 2009). Já a capacidade de adsorção, tende a diminuir com o aumento da massa de adsorvente, comportamento que pode ser atribuído a saturação dos sítios de adsorção existentes no sólido pelo corante (CHEN, 2010). Acredita-se que a quantidade de massa de adsorvente é de $1,2 \text{ mg/L}$ em pH 2 para os ensaios posteriores, pois obteve-se uma boa capacidade de adsorção ($52,67 \text{ mg.g}^{-1}$) aliada ao um bom percentual de remoção(63,21%).

Na sequencia do trabalho foram realizados ensaios de adsorção empregando um efluente têxtil simulado, cuja composição esta apresentada na tabela 1. Os testes foram realizados com $1,2 \text{ g/L}$ de adsorvente, com pH ajustado para 2. Na figura 5, que mostra o espectro de UV-visível na faixa de 300 a 800 nm, pode-se verificar que o adsorvente a base de carvão foi eficiente na remoção da cor presente no efluente simulado, já que a área sob a curva, verificada após o processo de adsorção, caiu de forma significativa. Através da relação entre a área antes e após adsorção foi possível calcular o percentual de remoção, que ficou na ordem de 87%.

Figura 3 - Efeito do pH na capacidade de adsorção do corante Vermelho 97 pelo carvão.

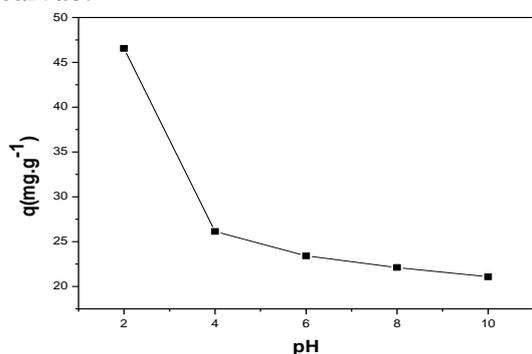


Figura 4 - Efeito da massa de adsorvente na capacidade de adsorção do corante Vermelho 97 pelo carvão.

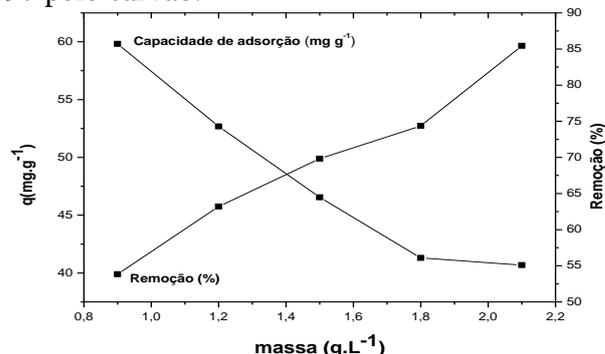
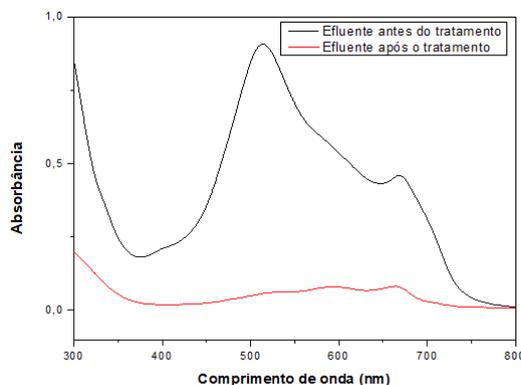


Figura 5 - Espectros UV-Vis do efluente simulado antes e após o tratamento com o adsorvente.



4 CONCLUSÕES

O carvão sintetizado apresentou propriedade magnética, a qual possibilita uma fácil separação do material adsorvido da solução aquosa. Nos estudos realizados verificou-se que o carvão é um material eficiente na remoção do corante vermelho ácido 97, pois apresentou capacidade de adsorção de 52,67 mg/L, porcentagem de remoção de 63,21%, em pH 2 e quantidade de massa de adsorvente de 1,2 g/L. O carvão mostrou-se, também, eficiente na remoção das substâncias contidas no efluente simulado, visto que houve uma remoção de 87% da cor original da amostra. Isso demonstra que ele poderia ser empregado no tratamento de efluentes industriais têxteis. Os resultados mostraram que o carvão, sintetizado neste trabalho, possui potencial para ser empregado na remoção da cor de efluentes têxteis.

REFERÊNCIAS

ALJEBOREE, Aseel M.; ALSHIRIFI, Abbas N.; ALKAIM, Ayad F. Kinetics and equilibrium study for the adsorption of textile dyes on coconut shell activated carbon. *Arabian journal of chemistry*, v. 10, p. S3381-S3393, 2017.

CHEN, Suhong et al. Equilibrium and kinetic adsorption study of the adsorptive removal of Cr (VI) using modified wheat residue. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 349, n. 1, p. 256-264, 2010.

DAOUD, Mounir et al. Removal of reactive dye (BEZAKTIV Red S-MAX) from aqueous solution by adsorption onto activated carbons prepared from date palm rachis and jujube stones. **Journal of Molecular Liquids**, v. 243, p. 799-809, 2017.

FRANCO, D. S. P. et al. Interpretations about methylene blue adsorption by surface modified chitin using the statistical physics treatment. **Adsorption**, v. 21, n. 8, p. 557-564, 2015.

MALL, Indra D.; SRIVASTAVA, Vimal C.; AGARWAL, Nitin K. Removal of Orange-G and Methyl Violet dyes by adsorption onto bagasse fly ash—kinetic study and equilibrium isotherm analyses. **Dyes and pigments**, v. 69, n. 3, p. 210-223, 2006.

MITTAL, Alok et al. Adsorptive removal of hazardous anionic dye “Congo red” from wastewater using waste materials and recovery by desorption. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 340, n. 1, p. 16-26, 2009.

PUCHANA-ROSETO, M. J. et al. Microwave-assisted activated carbon obtained from the sludge of tannery-treatment effluent plant for removal of leather dyes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 504, p. 105-115, 2016.

RANJITHKUMAR, V. et al. Magnetic activated carbon-Fe₃O₄ nanocomposites—synthesis and applications in the removal of acid yellow dye 17 from water. **Journal of nanoscience and nanotechnology**, v. 14, n. 7, p. 4949-4959, 2014.

SHAO, Lina et al. Facile synthesis, characterization of a MnFe₂O₄/activated carbon magnetic composite and its effectiveness in tetracycline removal. **Materials Chemistry and Physics**, v. 135, n. 1, p. 16-24, 2012.

WONG, Syieluing et al. From pollutant to solution of wastewater pollution: Synthesis of activated carbon from textile sludge for dye adsorption. **Chinese Journal of Chemical Engineering**, 2017.

YAGUB, Mustafa T. et al. Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: a review. **Advances in colloid and interface science**, v. 209, p. 172-184, 2014.

ZHANG, Binbin et al. Large-scale production of high-quality graphene using glucose and ferric chloride. **Chemical Science**, v. 5, n. 12, p. 4656-4660, 2014.