

Artigo

Recuperação e Reaproveitamento da Mistura de Carvão Ativado e Terras Diatomáceas Usada em Processos de Purificação de Xaropes

de Lima, L. S.;* Quináia, S. P.; Yanarico, V. N. O.

Rev. Virtual Quim., 2017, 9 (5), 1853-1867. Data de publicação na Web: 21 de agosto de 2017

<http://rvq.sbq.org.br>

Recovery and Reuse of Activated Carbon and Diatomaceous Earth Used in Purification Processes of Syrups

Abstract: The correct disposal and reuse of solid waste has been the subject of several studies in recent years. A solid residue composed of activated carbon and diatomaceous earth generated by the candies industry in the purification of syrups was characterized and recovered by washing and heat treatment. The washing process was optimized using an experimental design, varying the concentration of the solvent, time and temperature. The planning indicated a strong influence of the initial dosis of solvent (ethanol 95 %) in the recovery of the surface area of the residue. After washing, heat treatment at 800 °C during 15 minutes has proved more effective. The recovered residue was applied to filter natural water to reduce COD, having an efficiency of 60 % reduction in that parameter.

Keywords: Carbon; environmental management; water treatment; industrial waste; reverse logistic.

Resumo

A destinação correta e o reaproveitamento de resíduos sólidos tem sido alvo de diversos estudos nos últimos anos. Um resíduo sólido composto por carvão ativado e terras diatomáceas gerado pela indústria de balas na purificação de xaropes foi caracterizado e recuperado através de lavagem e tratamento térmico. O processo de lavagem foi otimizado utilizando um planejamento experimental completo, variando-se a concentração do solvente, o tempo de contato e a temperatura. O planejamento indicou forte influencia da dosagem do solvente (etanol 95 %) na recuperação da área superficial do resíduo. Após lavagem, um tratamento térmico a 800 °C e 15 minutos se mostrou mais eficaz. O resíduo recuperado foi aplicado na filtração de águas naturais para redução de DQO, apresentando uma eficiência de 60 % na redução deste parâmetro.

Palavras-chave: Carvão; gestão ambiental; tratamento de água; resíduo industrial; logística reversa.

* Universidade Estadual do Centro-Oeste, Departamento de Química, Rua Simeão Camargo Varela de Sá, 03, Vila Carli, CEP 85040-080, Guarapuava-PR, Brasil.

 liliane@alphacarbo.com.br

DOI: [10.21577/1984-6835.20170109](https://doi.org/10.21577/1984-6835.20170109)

Recuperação e Reaproveitamento da Mistura de Carvão Ativado e Terras Diatomáceas Usada em Processos de Purificação de Xaropes

Liliane S. de Lima,* Sueli P. Quinaia, Veronica Nilza O. Yanarico

Universidade Estadual do Centro-Oeste, Departamento de Química, Rua Simeão Camargo Varela de Sá, 03, Vila Carli, CEP 85040-080, Guarapuava-PR, Brasil.

* liliane@alphacarbo.com.br

Recebido em 17 de agosto de 2017. Aceito para publicação em 17 de agosto de 2017

1. Introdução

2. Material e métodos

2.1. Obtenção do resíduo misto de Carvão Ativado em Pó e Terras Diatomáceas (CAP-TD)

2.2. Caracterização dos sólidos

2.3. Tratamento e recuperação do resíduo CAP-TD

2.4. Aplicação do resíduo recuperado na redução de Demanda Química de Oxigênio (DQO) em águas naturais

3. Resultados e discussão

3.1. Caracterização do resíduo

3.2. Limpeza e reativação do CAP-TD

3.3. Tratamento térmico do CAP-TD

3.4. Aplicação do CAP-TD-recuperado na redução da DQO em águas de lagoa

4. Conclusões

1. Introdução

A destinação de resíduos gerados em processos industriais tem sido alvo de preocupação das empresas. A busca pela gestão adequada vinculada às legislações ambientais estão cada vez mais rígidas e têm conduzido fabricantes e consumidores a buscarem soluções para os resíduos gerados em seus processos, seja pelo uso eficiente

das matérias-primas, reutilização ou reciclagem, ou ainda pela busca de alternativas de menor custo no manuseio, transporte e descarte destes resíduos.¹

A destinação adequada dos resíduos sólidos deve estar vinculada à classificação destes de acordo com a norma brasileira ABNT NBR 10.004.² Além disso, deve estar orientada à não geração, minimização, reutilização, reciclagem e tratamento, segundo os critérios da US Environmental

Protection Agency (USEPA).³ Estes critérios também são descritos pela Política Nacional de Resíduos Sólidos, presentes na lei federal 12.305 de 02 de agosto de 2010.⁴

Os carvões ativados pulverizados juntamente com as terras diatomáceas têm sido aplicados como coadjuvantes tecnológicos em processos de clarificação de açúcares em indústrias de alimentos, doces, bebidas e em usinas produtoras de açúcar líquido.⁵ A função básica destes insumos é a remoção de cor e odor de soluções açucaradas, por meio da aplicação em bateladas em doses que podem variar de 1 a 3 % (m/m). A aplicação da terra diatomácea juntamente com o carvão ativado depende de cada processo, e geralmente tem a função de melhorar a filtrabilidade do sistema. Após o tempo de contato com a solução, estes insumos são separados através de filtro prensa ou a vácuo e descartados como resíduos, sendo destinados comumente a aterros industriais.

Os custos de destinação de resíduos sólidos têm sido incorporados pelas empresas, com isso implicando na necessidade de mudanças nos padrões de produção, comercialização e consumo, reconhecendo assim, por parte da indústria a importância de se buscar novas alternativas para melhoria de seu desempenho ambiental.⁶ Portanto, seja por iniciativa própria ou externa, os consumidores de carvão ativado têm buscado informações junto aos produtores sobre a possibilidade da implantação de uma logística reversa e o reaproveitamento do carvão ativado pulverizado usado em seus processos.

Os carvões ativados usados adquirem características de toxicidade relacionadas à sua aplicação, e muitas vezes podem ser classificados como resíduos perigosos, conduzindo a tratamentos especiais de

remoção, transporte e destinação.⁷ Várias técnicas de recuperação tem sido investigadas e sempre estão associadas ao tipo de contaminante adsorvido.^{3,8,9}

Considerando que há inúmeras aplicações para os carvões ativados em pó, e que em cada caso um tratamento diferenciado deve ser dado, devido à particularidade de cada aplicação, a proposta desta pesquisa é a de caracterizar o resíduo de carvão ativado pulverizado aplicado com terra diatomácea na indústria de alimentos e a de investigar técnicas de recuperação deste material, que poderá conduzir a análise de viabilidade econômica do processo, sustentabilidade e implementação de logística reversa.

2. Material e métodos

2.1. Obtenção do resíduo misto de Carvão Ativado em Pó e Terras Diatomáceas (CAP-TD)

O resíduo de CAP-TD foi cedido por uma indústria de produção de balas do estado de São Paulo (Figura 1). O CAP e TD formam camadas de filtração para os xaropes de balas, que ao se saturarem são removidos do leito de filtração, misturados e encaminhados para aterros industriais. Anualmente, são gerados aproximadamente 40 toneladas deste resíduo. A mistura CAP-TD apresenta uma proporção de 70:30 em massa, respectivamente.

A amostra coletada de forma aleatória foi homogeneizada e armazenada em frascos plásticos em quantidade suficiente para a caracterização completa, tratamento e posterior aplicação.



Figura 1. Resíduo de Carvão Ativado Pulverizado e Terra Diatomácea (CAP-TD) oriundo da indústria de balas

2.2. Caracterizações dos sólidos

O resíduo foi caracterizado por meio de medições químicas e físico-químicas como a umidade,¹⁰ cinzas,¹¹ número de iodo e pH,^{12,13} utilizando os métodos clássicos de caracterização documentados pela ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) e ASTM (American Standard Test Methods). Uma mistura de CAP-TD nova também foi caracterizada para comparação com o resíduo saturado.

Análises termogravimétricas (TG) foram realizadas nas amostras da mistura CAP-TD. As amostras foram homogeneizadas, adicionadas em cadinho de alumínio e analisadas em equipamentos da marca SEIKO EXSTAR 6000 SERIES, modelo TG/DTA 6300 e Universal V4.5 A TGA Q serie 500, numa razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹ da temperatura ambiente até 900°C, em fluxo de ar.

A morfologia dos materiais foi analisada usando um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo TM3000, marca HITACHI, acoplado a um sistema de energia dispersiva (EDS - Electron Dispersive System), modelo SwiftED3000, empregando-se diferentes tensões de 15, 20 e 25 Kv. As amostras secas foram espalhadas sobre uma plataforma de alumínio, empregando-se fitas de carbono dupla face.

A análise de área superficial específica total (BET), foi determinada em amostras do resíduo CAP-TD e do material recuperado, por meio de adsorção de N₂ a 77 K usando equipamento Quantachrome modelo Autosorb, do departamento de Pesquisa de Materiais Carbonosos e Cerâmicos do Laboratório de Plasma Térmico, que está vinculado ao CCE (Centro de Ciências Exatas) da UFES (Universidade Federal do Espírito Santo).

2.3. Tratamento e recuperação do resíduo CAP-TD

Quatro solventes comercialmente acessíveis foram escolhidos para a avaliação da limpeza do resíduo de CAP-TD: água destilada; solução hidroetanólica 50% (álcool Etilico 95% (v/v) P.A., marca Neon, Brasil), solução de ácido acético 5 % (v/v) (P.A. marca Biotec, Brasil) e solução de ácido clorídrico 5% (v/v) (37% P.A, marca Biotec, Brasil).

Uma única etapa de lixiviação foi realizada com estes solventes. A proporcionalidade de massa/volume usada foi de 10 g de resíduo para 20 ml de solvente. Para estes solventes, além de se considerar a solubilidade, avaliou-se o tempo de contato e a temperatura de lavagem (Tabela 1). A mistura foi levada a uma centrífuga Quimis por 10 minutos para a

separação das duas fases. A fase sólida foi levada a secagem em estufa a 80°C. Após a secagem, foi realizada a análise de número

de iodo mg g^{-1} segundo a norma ASTM D4607-94.¹²

Tabela 1. Variação dos parâmetros tempo e temperatura usando diferentes solventes na etapa de lavagem do resíduo CAP-TD

Solvente	Temperatura	Tempo de lavagem
Etanol 50 %		
Ácido acético 5 %	25 °C e 50 °C para todos os solventes	15 min e 24 h para todos os solventes
Ácido clorídrico 5 %		
Água destilada		

Após a seleção do solvente de lavagem do resíduo, a etapa de limpeza foi otimizada através de um planejamento fatorial 2³ variando-se a concentração do solvente de limpeza em % (v/v), o tempo de contato e a temperatura. O software utilizado para a avaliação dos dados foi o Action 2.7.

O resíduo lavado e seco foi submetido a tratamentos térmicos em forno mufla (Quimis) para a reativação do mesmo. Primeiramente, a amostra foi submetida a uma rampa de aquecimento a uma razão de 100 °C/15min partindo-se de 600 até 800 °C. Em um segundo teste realizou-se o tratamento diretamente a 800 °C por 15 minutos.

2.4. Aplicação do resíduo recuperado na redução de Demanda Química de Oxigênio (DQO) em águas naturais

As amostras de água de lago foram coletadas no campus da Universidade Estadual do Centro-Oeste (coordenadas em UTM: longitude -25.3916868 e latitude -51.4876489), em Guarapuava, PR, dada sua ubiquação e acessibilidade para a coleta. As medidas de DQO foram realizadas de acordo com a norma M-5220D do Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.¹⁴

Dois sistemas de filtração foram usados para avaliar a eficiência de redução da DQO

em águas naturais. O primeiro consistiu da passagem de 1 L de amostra usando filtração à vácuo com funil de Buchner contendo 10,0 g do CAP-TD recuperado. O segundo foi através da aplicação direta do CAP-TD recuperado na amostra usando um equipamento JAR-TEST- JT102 Milan (110 rpm) em um tempo de contato de 1 hora, nas concentrações de 10, 20 e 40 mg L^{-1} de CAP-TD. Após a sedimentação dos sólidos, filtrou-se a água com uma membrana de 0,45 μm e alíquotas de 2,5 mL da água foram coletadas para análise da DQO.

3. Resultados e discussão

3.1. Caracterização do resíduo

O resíduo de CAP-TD (70:30) apresentou-se com uma coloração cinza, na forma pulverizada e aglomerada devido aos resíduos de açúcares e demais ingredientes, impregnados no adsorvente, além de um odor levemente ácido, devido possivelmente a decomposição dos açúcares e ingredientes provenientes das balas (Figura 1).

As análises utilizadas para a caracterização do resíduo de CAP-TD foram as mesmas utilizadas normalmente na caracterização dos carvões ativados comerciais e os resultados estão expressos na Tabela 2. O número de iodo é um dos parâmetros utilizados pelos

fabricantes para medir o nível de ativação dos carvões. Observou-se através das medidas que o resíduo CAP-TD está completamente saturado e não possui área superficial disponível para novas aplicações

que envolvem o processo de adsorção. O resíduo apresentou um número de iodo de 91 mg g⁻¹, muito inferior ao valor de uma mistura CAP-TD virgem que foi de 479,76 mg g⁻¹.

Tabela 2. Características químicas e físico-químicas da mistura CAP-TD

Parâmetro	CAP-TD Virgem	Resíduo CAP-TD	Método de análise
Número de Iodo (mg g ⁻¹)	479,76	91,00	ASTM D4607-94 ¹²
Umidade (%)	11,64	33,10	ABNT NBR 12077 ¹⁰
pH	6,84	5,44	ASTM D3838-80 ¹³
Cinzas (%)	38,80	26,55	ASTM D 2866-94 ¹¹

O pH do resíduo apresentou-se levemente ácido, provavelmente devido a presença dos compostos aditivos das balas. A umidade do resíduo foi maior, devido à retenção de água durante a filtração dos xaropes e do caráter hidrofílico dos adsorventes.

A Figura 2 (A) apresenta o gráfico de (TG%) e 2 (B) da derivada termogravimétrica (DTG) para a amostra do resíduo CAP-TD.

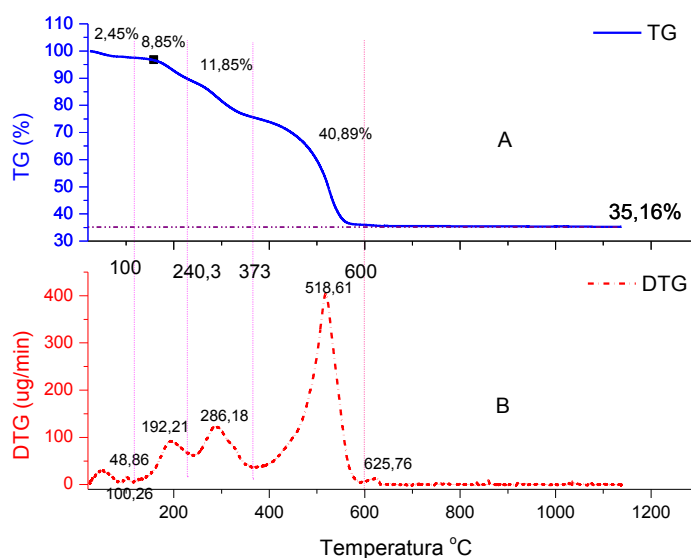


Figura 2. Termogramas TG/DTG da amostra do resíduo de CAP-TD

Observou-se que a decomposição ocorreu em multiestágios, provenientes dos compostos impregnados na mistura. Antes de atingir 600°C, quatro estágios foram observados na análise de DTG (Figura 2 B) e 6 eventos térmicos, nas seguintes temperaturas: (I) 48,86; (II) 100,26; (III) 191,21; (IV) 286,18; (V) 518,61 e (VI) 625,76 °C. Após atingir 600°C, a redução da massa

do resíduo foi de 63,58 %, indicando a queima do CAP. Conhecendo que as TDs se mantêm resistentes em temperatura elevadas, 30 % da massa restante da amostra corresponde a conservação da TD. A Tabela 3 apresenta um resumo dos possíveis compostos que se volatilizaram durante os diferentes estágios de temperaturas.

Tabela 3. Faixas de dessorção/decomposição do resíduo de CAP-TD durante a termogravimetria

Estágio	Faixa de temperatura (°C)	Redução de Massa (%)	Matéria aderida ao CAP-TD
I	0-100	2,02	Perda de água por desidratação.
II	100-250	8,85	Queima de sacarose (temperatura de fusão de 186 °C e 196 °C)
III	250-350	11,85	Gordura vegetal, ácido oleico (ponto de ebulição de 285-286°C), e aditivos das balas, como corantes, estabilizantes e outros.
IV	350-600	40,86	Volatilização de outros compostos mais densos.
Perda de massa total			63,58 %

O resíduo de CAP-TD e a mistura padrão de CAP-TD virgem (70:30) foram avaliadas com relação a sua morfologia por MEV. Pode ser observado na Figura 3 que o CAP-TD virgem apresenta-se sem aglomerações, sendo apenas uma mistura física entre o CAP e a TD. Os macroporos (Figura 3B) se

encontram livres ou preenchidos com partículas menores de carvão e terra.

A imagem do resíduo CAP-TD saturado é mostrada na Figura 3 (C) e (D). Observaram-se aglomerações entre o carvão e as terras, juntamente com restos de sacarose e aditivos retidos (imagem ampliada no círculo).

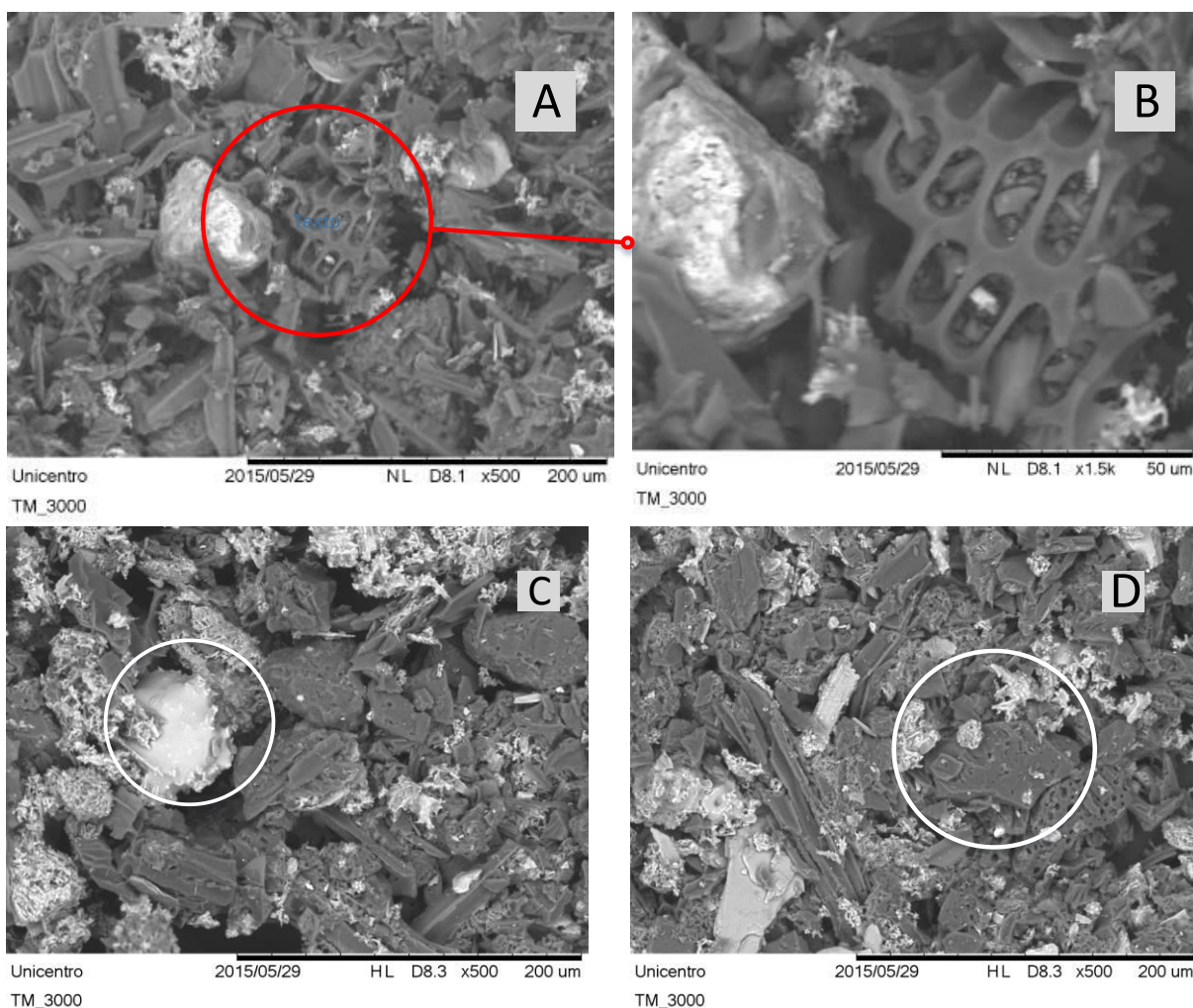


Figura 3. Imagens de CAP-TD virgem (70:30). A) ampliação de 50µm, com 15 Kv; B) ampliação de 200 µm, 20 Kv. Imagens de CAP-TD saturado durante a produção de balas. (C) e (D) Ampliação de 200µm, com 15Kv

3.2. Limpeza e reativação do CAP-TD

Os resultados dos testes de lixiviação com os solventes são apresentados na Tabela 4, considerando o tempo de contato e a temperatura usada, como variáveis preponderantes no processo de limpeza. As duas condições foram analisados segundo custos operacionais, por tempos de contato longos (24h) e curtos (15 min) e para as temperaturas ambiente e a 50 °C. Os resultados foram expressos em medida do número de iodo (mg g^{-1}) no material lavado.

Dos quatro solventes usados, o maior número de iodo obtido após a lavagem do resíduo ocorreu usando-se o etanol 50 % (v/v), com um tempo de contato de 24 h a temperatura ambiente. Ainda assim, o número de iodo foi de apenas 130,22 mg/g que corresponde apenas a 24,5 % de eficiência em relação a um CAP virgem. Como o etanol é um solvente de fácil recuperação após o uso, decidiu-se avaliar de forma mais minuciosa o uso do mesmo na lavagem do resíduo.

Tabela 4. Medidas do número de iodo (mg g^{-1}) dos resíduos lavados em diferentes solventes e temperaturas

Solvente	24 h; 25° C	15 min; 50° C
água destilada	64,48	79,71
etanol 50 % (v/v)	130,22	85,81
ácido acético 5 % (v/v)	92,45	100,72
ácido clorídrico 5 % (v/v)	85,75	69,43

Para otimizar a melhor condição de limpeza do CAP-TD, um planejamento fatorial 2^3 foi realizado, considerando as variáveis tempo de contato, temperatura e a concentração do solvente etanol em % de volume.

Os resultados deste planejamento experimental fatorial são mostrados na Tabela 5 e expressos nos valores do número de iodo do resíduo lavado.

Tabela 5. Planejamento experimental fatorial completo

Ordem	A	B	C	A:B	A:C	B:C	Etanol % (v/v)	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Número de iodo (mg g^{-1})
1	-1	-1	1	1	-1	-1	5	15	50	87,115
2	1	1	-1	1	-1	-1	100	1440	25	109,33
3	1	-1	-1	-1	-1	1	100	15	25	101,87
4	-1	1	-1	-1	1	-1	5	1440	25	95,45
5	-1	1	1	-1	-1	1	5	1440	50	87,18
6	1	-1	1	-1	1	-1	100	15	50	105,87
7	-1	-1	-1	1	1	1	5	15	25	78,28
8	1	1	1	1	1	1	100	1440	50	125,91

Com os resultados obtidos no planejamento, analisou-se as influências de cada uma das variáveis no processo de lavagem, por meio da análise de regressão linear (Tabela 6). O efeito mais relevante no processo ocorreu com a variável A (efeito 23,73), que corresponde à concentração do solvente. A variável C (temperatura) teve

uma incidência mínima de 5,2. O tempo (B) apresentou relevância e média de 11,18. Verificou-se que a eficiência da extração foi melhor com o aumento da porcentagem de etanol. Portanto, nos seguintes passos de padronização do processo, passou-se a empregar etanol 95 % v/v.

Tabela 6. Modelo de regressão linear do planejamento fatorial 2^3

	Efeitos	Estimativa	Limite Inferior	Limite Superior	Estatística t	P-valor
Intercepto		98,875				
A	23,7375	11,86875	-5,305062	52,78006208	3,07654921	0,03762823
B	11,1825	5,59125	-17,86006	40,22506208	1,44933171	0,133583347
C	5,285	2,6425	-23,75756	34,32756208	0,68497367	0,277551059
A:B	2,565	1,2825	-26,47756	31,60756208	0,33244228	0,383547863
A:C	5,0025	2,50125	-24,04006	34,04506208	0,64835966	0,287391786
B:C	-1,1325	-0,56625	-30,17506	27,91006208	0,14678007	0,447514987
A:B:C	7,42	3,71	-21,62256	36,46256208	0,96168489	0,212492413

Os gráficos da Figura 4 apresentam os efeitos das variáveis A, B e C. O tempo de operação do processo não foi um fator importante (Figura 4 C). Observou-se que a diferença não foi significativa usando-se tempos de 15 min ou de 24 h. Portanto, adotou-se 15 min como tempo de contato.

Com respeito a temperatura (Figura 4 B), observou-se que a limpeza pode ser realizada a temperatura de 25°C, dispensando consumo de energia no sistema de tratamento do resíduo. No entanto, o teor etanólico foi decisivo para o procedimento de limpeza do resíduo (Figura 4 A).

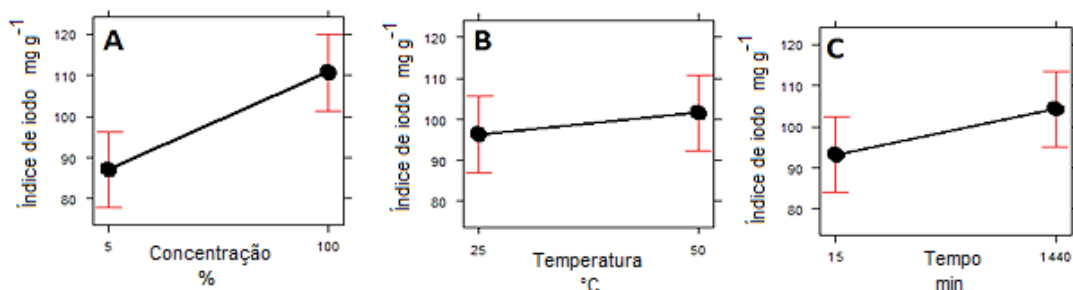


Figura 4. Efeitos das variáveis no processo de limpeza do CAP-TD: (A) concentração, (B) temperatura e (C) tempo

A extração dos compostos adsorvidos no resíduo foi otimizada em relação ao volume de etanol necessário, mantendo-se constante a massa de resíduo. A eficiência da limpeza foi avaliada pelo número de iodo obtido para a amostra após a limpeza (Tabela 7). Observou-se que a variação do valor de número de iodo não foi significativa para os diferentes volumes de etanol utilizados (10 a 80 cm³). Portanto, para a lavagem do resíduo

optou-se por trabalhar com um volume de até 20 cm³. O resíduo lavado com o etanol 95 % foi separado do lixiviado por filtração à vácuo. Para formação da torta no funil, a uma pressão constante, utilizou-se etanol 95% numa proporção (1:1,2). Para cada quilograma do resíduo de CAP-TD usou-se 1 L de etanol. Após a lavagem do resíduo, realizou-se a secagem do solvente retido na torta, em estufa de aquecimento, a

temperaturas moderadas (50 °C – 80 °C), até peso constante. Depois do processo de limpeza e secagem, a mistura ficou mais leve e solta, semelhante a textura de um novo

material. O solvente usado na limpeza foi recuperado por destilação com um grau pureza entre 91 a 95 %.

Tabela 7. Relação mássica $m_{\text{CAP-TD}}/m_{\text{ETANOL}}$ na lavagem do resíduo com etanol 95 % ($\rho=0,81\text{g cm}^{-3}$)

Massa (g)	Volume Etanol (ml)	Relação m/m	Número de Iodo (mg g^{-1})
10,173	10	0,79	266,64
10,135	20	1,59	251,72
10,143	30	2,39	252,54
10,106	40	3,20	267,66
10,149	50	3,98	236,18
10,113	60	4,79	287,80
10,145	70	5,58	265,41
10,145	80	6,37	270,56

3.3. Tratamento térmico do CAP-TD

Foram avaliadas rampas de aquecimento usando tempo de pirólise longo (45 min) e curto (15 min). Quando a pirólise ocorreu numa razão de 100 °C/15 min, iniciando em 600 até chegar a 800 °C, o número de iodo medido no material foi 244,82 mg g^{-1} , apenas 43 % da capacidade adsortiva em relação a uma mistura nova. No entanto, quando a pirólise ocorreu de forma rápida, isto é, em apenas 15 min até atingir 800 °C, obteve-se um número de iodo de 303,32 mg g^{-1} .

Para compreender cada etapa do processo de recuperação do resíduo CAP-TD, avaliou-se amostras do resíduo saturado (CAP-TD-1), amostras do resíduo apenas lavado com etanol 95% (CAP-TD-2), do resíduo lavado e seco em estufa a 80°C (CAP-TD-3) e do resíduo reativado a 800°C (CAP-TD-4), através de curvas de TG e DTG (Figura

5). Foram observados 4 estágios (TG) e 6 eventos térmicos (DTG), com a diminuição do evento 3 após a lavagem do resíduo. Observou-se que após o tratamento térmico ocorreu a perda total dos voláteis (zona I a III).

A área superficial específica do CAP-TD recuperado e do CAP-TD virgem foram avaliadas por BET.¹⁵ As amostras apresentaram área superficial semelhantes, sendo de 284 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ para o CAP-TD virgem e de 288 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ pra o CAP-TD recuperado.

Hadjar e colaboradores avaliaram a área superficial de uma mistura de diatomita e carvão vegetal, ambos virgens, preparados a partir da ativação com impregnação de ácido clorídrico e tratamento térmico de 850 °C em atmosfera de N_2 .¹⁶ Para a proporção 70:30 apresentou um resultado de área superficial de 336 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$, valor próximo ao obtido neste trabalho com um resíduo recuperado.

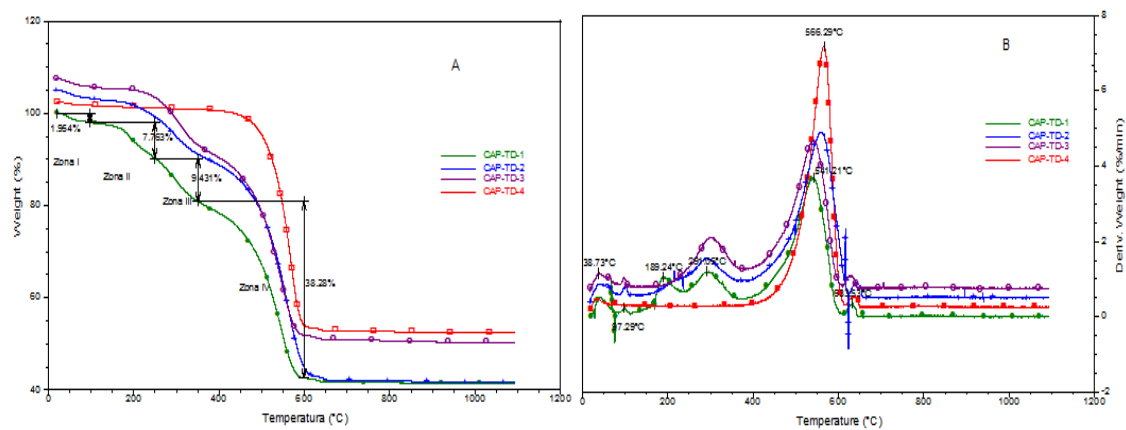


Figura 5. Análise de TG (A) e DTG (B) para diferentes etapas do tratamento de limpeza e ativação do resíduo. Resíduo saturado (CAP-TD1), resíduo lavado com etanol 95% (CAP-TD2), resíduo lavado e seco em estufa a 80°C (CAP-TD3), resíduo lavado e reativado a 800°C (CAP-TD-4)

3.4. Aplicação do CAP-TD-recuperado na redução da DQO em águas de lagoa

O CAP-TD recuperado foi aplicado em amostras de águas a fim de avaliar a DQO antes e após a filtração. Dois processos de adsorção foram aplicados, em batelada usando Jar-test e em coluna de filtração. Também foi avaliado o desempenho de CAP-TD virgem, CAP (carvão ativado pulverizado novo) e CAG (carvão ativado granulado novo) para comparação. A Tabela 8 apresenta os valores da DQO antes e após filtração usando coluna. O pH inicial da água e a DQO foram

6,84 e 243,04 mg L⁻¹, respectivamente. Antes do tratamento com o CAP-TD recuperado, a água apresentava uma coloração escura, possivelmente devido a presença de algas, e um leve odor de peixe. Após a filtração, a amostra apresentou-se incolor e inodora, semelhantes a tratada com o CAP-TD virgem. O CAP-TD recuperado alcançou uma eficiência na remoção da DQO de 60%. Este valor foi superior ao descrito por Souza,¹⁸ que reduziu em 50% a DQO de uma amostra de água usando uma mistura de carvão pulverizado de casca de arroz e diatomita (20:80). Os limites de DQO são considerados aceitáveis na faixa de 60 - 90 mg L⁻¹.¹⁷

Tabela 8. Medidas DQO (mg L⁻¹) para amostras de águas usando diferentes meios de filtração (coluna)

Meio Filtrante	*DQO i (mg L ⁻¹)	**DQO f (mg L ⁻¹)	Eficiência de remoção %
CAP		18,9	92,45
CAG	243,04	52,0	78,60
CAP-TD virgem		69,4	71,47
CAP-TD regenerado		97,0	60,08

*DQO i: DQO antes do tratamento; ** DQO f: DQO depois do tratamento.

O teste de dosagem usando Jar-test foi realizado com três diferentes concentrações do material adsorvente. A definição das concentrações foi baseada nas dosagens de CAP normalmente utilizadas nas estações de tratamento de água para a remoção de moléculas causadoras de gosto e odor, liberadas por algas cianofíceas.¹⁹ A Tabela 9 apresenta os resultados para as diferentes dosagens de CAP-TD aplicados nas amostras de águas de lagoa. Observou-se que o CAP-

TD virgem necessitou de uma dosagem de 10 mg L⁻¹ para reduzir 70 % da DQO inicial da amostra, enquanto que o CAP-TD recuperado necessitou de uma dosagem de 40 mg L⁻¹ para a mesma redução. O odor da água e a turbidez foram completamente removidas em ambas as aplicações.

A Figura 6 apresenta o fluxograma de todo o processo realizado desde a limpeza, ativação e aplicação do CAP-TD recuperado.

Tabela 9. Redução da DQO em águas residuais: adsorção em batelada

Dosagem mg L ⁻¹	CAP-TD virgem*			CAP-TD recuperado**		
	DQO _{inicial}	DQO _{final}	Eficiência %	DQO _{inicial}	DQO _{final}	Eficiência %
10		66,6	70,5	149,5	40,1	
20	226,3	38,5	82,9	249,5	89,5	64,1
40		27,5	87,8	69,5	72,1	

* número de iodo = 454,54 mg g⁻¹; ** número de iodo = 295,45 mg g⁻¹

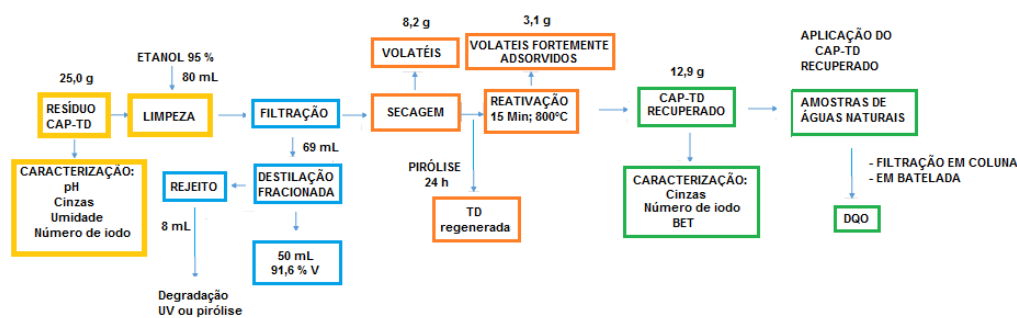


Figura 6. Fluxograma completo da recuperação do CAP-TD

4. Conclusões

O processo proposto para a regeneração da mistura CAP-TD, empregado na utilização de filtragem no reprocesso das balas, foi desenvolvido pela lavagem com álcool etílico 95% (v/v) e uma queima rápida a 800 °C, por um curto tempo de contato (15 min). O

processo de lavagem foi otimizado a partir de um planejamento experimental que mostrou forte influência da dosagem do etanol.

Os resultados dos testes realizados em águas de lagoa para redução da DQO, apresentaram uma diminuição de 60 % quando usado a filtragem direta em coluna. Nos testes em batelada, foi necessário uma dosagem de 40 mg L⁻¹ para reduzir a DQO em

60 %.

Além de poder dar aplicabilidade à mistura regenerada, o processo tem baixo impacto ambiental, considerando que os valores de emissão de gases são baixos e provenientes da decomposição de açúcares, além de não gerar efluente líquido, já que o álcool pode ser recuperado e empregado em sucessivos processos de limpeza, fechando assim o ciclo do processo.

Agradecimentos

À Alphacarbo Industrial Ltda. por ceder amostra de resíduo e carvão ativado para condução deste estudo. À Capes, ao CNPq e à Fundação Araucária pelo auxílio financeiro ao Programa de Pós Graduação Química da UNICENTRO.

Referências Bibliográficas

- ¹ Philippi Jr., A.; Romero, M. A.; Bruna, G. C.; *Curso de Gestão Ambiental*, Manole: Barueri, SP, 2004.
- ² ABNT NBR 10.004:2004. Resíduos Sólidos – Classificação. [Link]
- ³ US Environmental Protection Agency (Usepa) Decision-makers guide to solid waste management. Nº 530-R-95-023. 2 ed. Office of Solid Waste and Emergency Response, 1992. [Link]
- ⁴ Sítio do Palácio do Planalto Presidência da República. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm> Acesso em: 21 março 2014. [Link]
- ⁵ Hassler, J. W.; *Activated Carbon*, Chemical Publishing Company, Inc: New York, 1963.
- ⁶ Coelho, H. M. G.; Lange, L. C.; Jesus, L. F. L.; Sartori, M. R. Proposta de um Índice de Destinação de Resíduos Sólidos Industriais. *Engenharia Sanitária Ambiental* **2011**, *16*, 307. [CrossRef]
- ⁷ Yap, P.-S.; Lim, T.-T. Solar regeneration of powdered activated carbon impregnated with visible-light responsive photocatalyst: Factors affecting performances and predictive model. *Water Research* **2012**, *46*, 3054. [CrossRef]
- ⁸ Park, S.-J.; Chin, S. S.; Jia, Y.; Fane, A. G. Regeneration of PAC saturated by bisphenol A in PAC/TiO₂ combined photocatalysis system. *Desalination* **2010**, *250*, 908. [CrossRef]
- ⁹ Jonge, R. J.; Breure, A. M.; van An del, J. G. Bioregeneration of Powdered Activated Carbon (PAC) loaded with aromatic compounds. *Water Research* **1996**, *30*, 875. [CrossRef]
- ¹⁰ ABNT NBR 12077. Determinação de umidade. [Link]
- ¹¹ ASTM D 2866-94 (Reapproved 1999). Standard Test Method for Total Ash Content of Activated Carbon. [Link]
- ¹² ASTM D 4607-94 (Reapproved 1999). Standard Test Method for Determination of Iodine Number of Activated Carbon. [Link]
- ¹³ ASTM D 3838-80 (Reapproved, 1999). Standard Test Method for pH of Activated Carbon. [Link]
- ¹⁴ M-5220 D. Standard Methods for Examination of Water and Wastewater. [Link]
- ¹⁵ Sing, K. S. W.; Everett, R. A. W.; Moscou, L. H.; Pierotti, R. A.; Rouquérol, J.; Siemieniewska, T. Reporting Physisorption data for gas/solid system with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure & Applied Chemistry* **1985**, *57*, 603. [CrossRef]
- ¹⁶ Hadjar, H.; Hambi, B.; Jaber, M.; Brendlé, J.; Kessaissia, Z.; Balard, H.; Donnet, J.B. Elaboration and characterisation of new mesoporous materials from diatomite and charcoal. *Microporous and Mesoporous Materials* **2008**, *107*, 219. [CrossRef]

¹⁷ Moraes, R. L.; Fonseca, Y. V. P. Avaliação da remoção de DBO e de DQO da água residuária de uma indústria farmacoscemêutica empregando o processo de lodos ativados por aeração prolongada. *Revista Eletrônica de Educação da Faculdade Araguaia* **2013**, 4, 255. [[Link](#)]

¹⁸ De Araújo Souza, R. P.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2011. [[Link](#)]

¹⁹ Marcheto, M.; Ferreira Filho, S. S. Interferência do processo de coagulação na remoção de compostos orgânicos causadores de gostos e odor em águas de abastecimento mediante a aplicação de carvão ativado em pó. *Engenharia Sanitaria e Ambiental* **2005**, 10, 243. [[CrossRef](#)]