

## **A ELABORAÇÃO DE UM ROTEIRO PRÁTICO EXPERIMENTAL PARA O CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA VISANDO TRATAMENTO DE EFLUENTES INDUSTRIAIS.**

**Resumo:** A necessidade de práticas no curso de graduação em engenharia química que contemplem o estudo de fenômenos de transferência de massa torna-se fundamental e de importância relevante para perceber como ocorrem tais processos. Logo, dispendo de uma coluna de adsorção no sistema sólido-gás, inoperante por falta de fonte de alimentação para realização experimental na universidade, e visando a sua ativação, foram realizados ajustes na sua configuração de fábrica, para processos que envolva o sistema sólido/líquidos, sendo mais econômico e viável a faculdade nos fornecendo resultados relevantes dentro do contexto do processo unitário em questão. O desenvolvimento desse trabalho teve como objetivo principal a elaboração de roteiros para as aulas práticas das disciplinas Operações Unitárias e Introdução a Laboratório de Engenharia Química, tendo como interesse determinar as condições operacionais em termos de vazão, tempo de adsorção (saturação da coluna), altura do leito, determinações cinéticas e o comportamento isotérmico do sistema. Bem como apresentar a operação em forma laboratorial, essa que contém amplas aplicações industriais e importantes para o desenvolvimento sustentável, principalmente ambiental, que consiste em processos de separação, como na separação nitrogênio do ar, remoção de mercúrio proveniente de emissões gasosas, tratamento de água e adsorção de urânio. Porém enfoque importante aqui foi o tratamento de efluente, específico da indústria têxtil, para uma exemplificação inicial conceitual, onde está sendo apresentado aos alunos um experimento novo e com toda base teórica fundamentada, pois até o semestre 2017.1 nenhum outro formando teve acesso a esse conteúdo laboratorial na Escola Politécnica da UFBA.

**Palavras-chave:** Adsorção. Alaranjado de Metila. Carvão Ativado. Coluna de Adsorção.

### **1 INTRODUÇÃO**

Com o crescimento populacional desmedido e a grande demanda da produção industrial, na sua grande maioria visando o lucro como crescimento econômico, despertou na sociedade científica uma preocupação referente aos problemas ambientais ocasionados por atitudes antropológicas.

Os processos de tratamentos de efluentes são importantes, pois nela existe a preocupação de minimizar impactos decorrentes de lançamento de dejetos no meio ambiente. No Brasil, o Ministério do Meio Ambiente – Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), na resolução de nº 430, de 13 de maio de 2011, que é um complemento e alteração da resolução de nº 357/2005 dispõe, também, de informações sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes ao meio ambiente, sendo o órgão encarregado de legislar e fiscalizar sobre os temas do meio ambiente no Estado; e para cumprir essas legislações, não só as empresas nacionais, mas também as internacionais estão interessadas nas pesquisas e soluções para o tratamento desse efluente, os famosos causadores de danos ao Meio Ambiente. Neste presente trabalho será apresentada uma das técnicas utilizadas para o tratamento de efluentes pelo sistema líquido-sólido. Para isso, foi necessária a ativação de uma coluna de adsorção em laboratório da Universidade Federal da Bahia, e elaboração de ensaios cinéticos e de

equilíbrio no processo de adsorção para o corante alaranjado de metila em contato com o carvão ativado.

A adsorção é um dos processos de transferência de massa na qual moléculas de um fluido, seja líquido ou gasoso, são transferidas de forma seletiva para superfície do sólido adsorvente (RUTHVEN, 1984; HEUMANN, 1997). Muitos processos físicos e químicos acontecem na fronteira das fases do sistema. Esses sistemas podem ser líquido/líquido, líquido/gás, sólido/líquido e sólido/gás. Segundo DABROWSKI (1990), as principais utilizações são em processos que envolvem líquido/sólido e sólido/gás. Certamente, o tratamento de efluentes, é um tema atual, requer além da curiosidade, uma boa pesquisa, para podermos transpor da melhor forma conceitos estudados, numa prática, levando para natureza, cada vez mais, efluentes bem mais tratados.

### 1.1 Justificativa

Nesse contexto, a necessidade práticas no curso de graduação que contemplem o estudo de fenômenos de transferência de massa, torna-se fundamental e de importância relevante para perceber como ocorre tais processos. Logo, dispendo de uma coluna de adsorção no sistema sólido-gás, inoperante por falta de fonte de alimentação para realização experimental na universidade, e visando a sua ativação, foram realizados ajustes na sua configuração de fábrica, para processos que envolva o sistema sólido/líquidos, sendo mais econômico e viável a faculdade nos fornecendo resultados relevantes dentro do contexto do processo unitário em questão. Foi desenvolvido esse trabalho para elaboração de roteiros para as aulas práticas das disciplinas Operações Unitárias e Introdução a Laboratório de Engenharia Química, tendo como interesse principal determinar as condições operacionais em termos de vazão, tempo de adsorção (saturação da coluna), altura do leito, determinações cinéticas e o comportamento isotérmico do sistema. Bem como apresentar a operação em forma laboratorial, essa que contém amplas aplicações industriais e importantes para o desenvolvimento sustentável, principalmente ambiental.

## 2 - OBJETIVO

### 2.1 Objetivo Geral:

Estudar as condições operacionais de uma coluna de adsorção e, com isso, elaborar um roteiro para aplicação em aulas práticas.

### 2.2 Objetivos Específicos:

- Realizar testes de adsorção a partir de uma solução de alaranjado de metila.
- Analisar o comportamento cinético e as isotermas de equilíbrio.
- Realizar testes com diferentes condições operacionais, incluindo vazão e altura do leito em relação ao carvão ativado.
- Elaborar o roteiro para aplicação nas aulas de laboratório.

## 3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Esta revisão bibliográfica aborda conceitos como a teoria geral da transferência de massa e suas aplicações com foco na abordagem no processo de adsorção. Será abordado

também conceitos sobre o carvão ativado (adsorvente que será utilizado no presente estudo), tipos de adsorvato e a definição da análise instrumental de espectrofotometria.

### 3.1 Transferências de Massa

Dos vários subjacentes de um processo de separação, a transferência de massa é a base de inúmeros desses processos existentes. À migração de um ou mais componentes de uma fase para outra, é o que sintetiza esse fenômeno, por uma interface ocorre a transferência. A dinâmica dessa transferência está relacionada com o potencial químico das espécies em estudo, em que definirá o mecanismo desse processo. Por Incropera (2014) a transferência de massa é quando a massa está em trânsito, como um resultado de uma diferença de concentrações de uma espécie em mistura. No entanto, há duas vertentes no processo de transferência de massa, que devem ser abordadas. O mecanismo relacionado à difusão molecular e o através de meios convectivos, ou seja, transferência de massa molecular (TMM) e o transporte de massa por convecção (TMC) A TMC, quando analisado uma mistura de comportamento de fases imiscíveis, e misturas parcialmente miscíveis, por exemplo, ocorrendo à transferência de massa por causa da dinâmica do movimento ou do sistema, que depende tanto das características dinâmicas dos componentes migrar quanto suas propriedades de transporte (superfície de um fluido em movimento). E o TMM, definido quando houver dois ou mais compostos moleculares nas diferentes composições relativas, analisando pontualmente o sistema, e assim um processo natural acontece, no sentido de amenizar as desigualdades das composições, no intuito de chegar ao equilíbrio do sistema, independentemente de qualquer convecção no sistema (Benitez, 2009; Hamborg et al, 2010).

### 3.2 Adsorção

A adsorção é um dos processos de transferência de massa na qual moléculas de um fluido, seja líquido ou gasoso, são transferidas de forma seletiva para superfície do sólido adsorvente (Ruthven, 1984; Heumann, 1997). Muitos processos físicos e químicos acontecem na fronteira das fases do sistema. Esses sistemas podem ser líquido / líquido, líquido/gás, sólido/líquido e sólido/gás. Segundo Dabrowski (1990), as principais utilizações são em processos que envolvem líquido/sólido e sólido/gás. Esse processo é um fenômeno muito importante em química, principalmente em físico-química, pela sua grande escala de estudos no processo de separação de misturas. Um fato a ser lembrado e importante está em Franchi (2004), cita em seu trabalho que o processo de adsorção teve aplicação na Primeira Guerra Mundial, em que foram fabricadas mascaras para proteção de gases tóxicos utilizando como adsorvente, o carvão ativado.

Partindo de uma solução com determinado corante (ou uma tinta) e ao utilizar o processo de adsorção para remoção desse corante, percebemos que a intensidade da coloração diminui acentuadamente. Deve-se supor que essa intensidade depende de fatores importantes no decorrer do processo, assim como em inúmeros processos de transferência massa, como a temperatura, a natureza das substâncias presente no meio, pressão e até concentração inicial do sistema. Um outro fator de extrema importância se refere à superfície do sólido. Quanto mais finamente estiver este sólido, maior será a eficiência de adsorver as moléculas presente no meio (Slejško, 1985).

São conhecidos dois tipos de processo de adsorção, adsorção química (conhecida também como quimissorção, envolvendo reações químicas) e a adsorção física (conhecida como fisissorção, que envolve forças físicas).

### 3.2.1 Adsorvente

Muitas das funções de um adsorvente, a possível retirada de cor, ou gosto, ou cheiro de um composto, como também purificação de águas, ou efluentes de processos, o processo adsorativo é bastante utilizado. A superfície dessa partícula que determinará a sua capacidade de adsorver moléculas (Borba, 2006), o que torna esse fator determinante na escolha do adsorvente, por conta dessa superfície específica.

Neste presente trabalho focaremos no estudo do carvão ativado, que será utilizado como material que formará o leito de adsorção da coluna a material adsorvente para os ensaios cinéticos de equilíbrio. A Tabela 1 cita característica do carvão ativado fornecido pela Eco Educacional.

Tabela 1 – características do carvão ativado

Matéria prima	Vegetal
Aspecto físico	Granular, preto, inodoro
Granulometria	20/40.

### 3.2.2 - Bancada de Colunas Multi-Propósito

Na bancada existente em laboratório, Figura 1, há um setor que é localizado a coluna de adsorção para o Sistema Sólido-Gás, já pré-estabelecida pelo roteiro de prática indicado pelo projeto da bancada, criado pela ECO Educacional (coluna com 30cm de comprimento e 5 cm de diâmetro). Porém, em estudo para possível modificação que a bancada passou, criou-se uma adaptação para a ativação do sistema Sólido-Líquido (ilustração na Figura 2).

Como pode ser visto na Figura 2, na base da coluna há duas entradas, uma para a camisa a vácuo, lado esquerdo, com uma válvula para o controle na posição de 100% fechada, pois não é necessário o vácuo no sistema para esse trabalho. E no outro lado, lado direito da figura, para a entrada do Gás - isso para quando o sistema ainda era Líquido-Gás - sendo feito as seguintes modificações: exclusão da entrada de gás por baixo da coluna; fechamento do sistema de vácuo; troca do material adsorvente (sílica) para o Carvão Ativado; acoplamento da entrada de líquido por baixo da coluna e adição de inerte a coluna para diminuição da altura do leito.

Figura 1 – Bancada de Colunas Multi-Propósito



Fonte: próprio autor

Figura 2 – Coluna de Adsorção Sólido-Gás Adaptada para Processamento Sólido-Líquido



Fonte: próprio autor

### 3.2.3 - Ensaios Cinéticos, Isoterma de Equilíbrio e suas modelagens

Os experimentos foram realizados em três seções: a primeira relacionada com a identificação das isotermas de adsorção tendo como parâmetros os modelos de Freundlich e Langmuir; a segunda, com os ensaios cinéticos, com identificação de perfil cinético baseado na modelagem das pseudos primeira ou segunda ordem e da difusão intraparticular e, a terceira seção, relacionada aos testes para obtenção da curva de ruptura. E para dá início foi realizado a determinação da curva padrão para criada para correlacionar do valor da absorvância identificada com a concentração. Para todos as seções a solução inicial continha uma concentração de 0,3039mg/g de alaranjado de metila.

Para não haver influência de umidade no carvão, que seria utilizado para os procedimentos cinéticos e de equilíbrio, previamente, era colocado em estufa numa temperatura de 100 °C, num intervalo mínimo de 2 horas, antes do início do experimento.

Para os banhos finitos para a determinação das isotermas de equilíbrio, eles foram realizados durante um intervalo de 2h de experimento, para ser entendido o comportamento isotérmico, dentro do comportamento cinético realizado. Testes prévios demonstravam que a adsorção do corante frente ao carvão ativado, era rápida e o equilíbrio acontecia nos primeiros minutos de experimento. Em cada erlenmeyer foi adicionado uma quantidade conhecida de massa de carvão, 19, 20, 21, 22, 25, e 30g de carvão, para 200 mL de solução aquosa de corante, com solução preestabelecida anteriormente, de 0,3039mg/g do alaranjado de metila. Como agitador termostático disponível em laboratório para a realização do experimento variava de uma temperatura de 20 °C a 40 °C, e assim foram determinadas para as isotermas 3 temperaturas diferentes ( 26,6 , 33,2 e 38,5 °C). Na Figura 3 temos os gráficos obtidos após tratamento de dados.

Foram no total 5 erlenmeyers para cada ensaio. O experimento era acompanhado pelo controle do tempo para desligamento do banho agitado. Finalizado o tempo, bastava coletar a amostra que estava em contato com o carvão ativado, e analisar no espectrofotômetro, sendo necessário, a filtragem delas, para retirada de suspensões de carvão na solução.

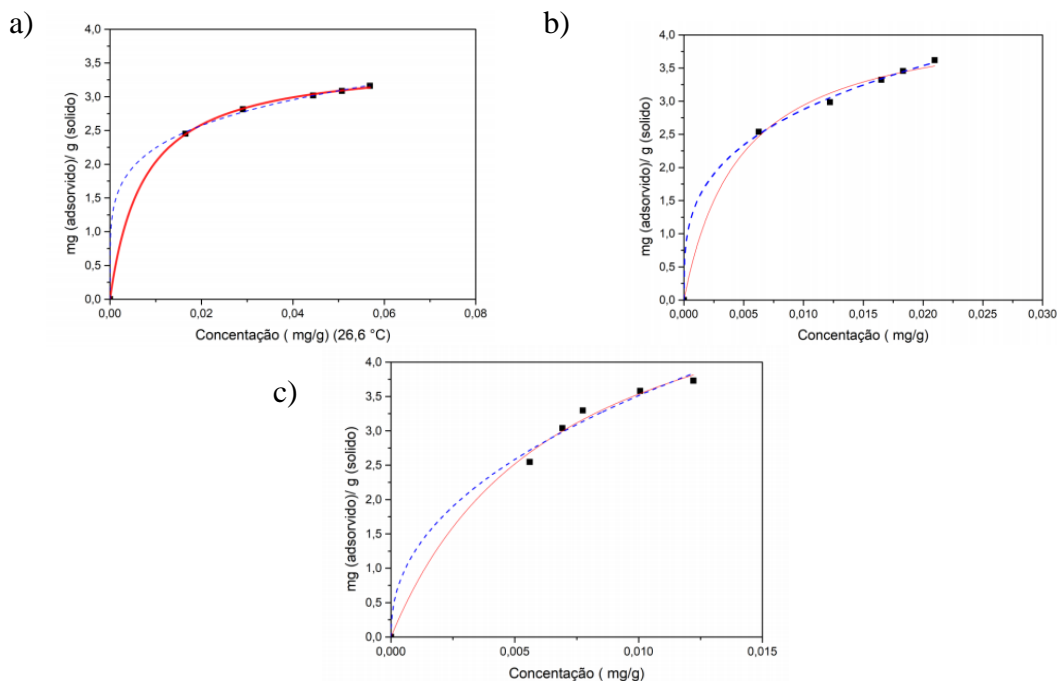
Sobre a quantidade de corante adsorvida, no equilíbrio ( $q_e$ ), foi determinada pela Equação 1

$$q_e = \frac{\text{Concentração inicial } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) - \text{Concentração de equilíbrio } \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)}{\text{adsorvente } (\text{g})} \cdot (\text{mg(adsorvato)}/\text{g(adsorvente)}) \quad (1)$$

Onde, observa-se um gráfico, de  $C_e$ , concentração de equilíbrio (mg/g) por  $q_e$  (mg/g (adsorvato) / g (adsorvente)) que é razão entre o valor adsorvido e a quantidade de adsorvente adicionado para o contato sólido-líquido dos testes.

Foram realizados um total de 2 ensaios cinéticos ( Figura 4) para a verificação do comportamento adsorptivo do carvão frente ao alaranjado de metila: o primeiro numa temperatura de 26,6 °C, em banho com agitação na velocidade 5 do equipamento, onde era retirado num intervalo regular de 15min, uma quantidade de 20mL para cada alíquota, um erlenmeyer por vez, com um total de 7 retiradas de amostra. E o segundo ensaio foi numa temperatura de 38,5 °C, repetindo o processo descrito acima, modificando a 38 quantidade 200 mL para 100 mL de alaranjado de metila e diminuindo também a quantidade de carvão ativado de 20 para 10g proporcionalmente. e fazendo a primeira retirada da alíquota em 5 min, diferentemente do primeiro ensaio que foi feito em 15 min, isso devido a rápida adsorção inicial. As curvas cinéticas foram obtidas durante 105min para o 1º ensaio e 100min para o segundo, visto na Figura 3 e Tabela 4 nos fornecendo a verdadeira pseudo ordem de reação o dessa interação, caracterizando adsorção por fissiosorção considerando o  $R^2$  fornecido pela curva, de contato sólido-solução, na retirada de alíquotas de 20mL cada.

Figura 3 : Isoterma de adsorção do alaranjado de metila por carvão ativado.  
(■): experimental, (—): modelo de Langmuir, (---): modelo e Freundlich.  
(a) isoterma a 26,6°C; (b) isoterma a 33,2°C e (c) isoterma a 38,5°C



Fonte: próprio autor

As Tabelas 2 e 3 mostram os parâmetros estimados e os coeficientes de determinação para os modelos de Langmuir e Freundlich, respectivamente.

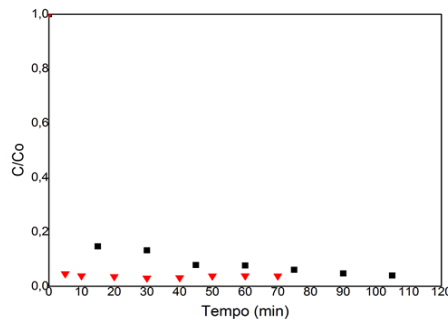
Tabela 2 – parâmetros para modelo Langmuir

Langmuir			
T (°C)	kL (mg/L),	qm ( mg/g) ± Desvios(10-4)	R <sup>2</sup>
26,6	134,18 ± 5,61	3,5467 ± 0,0266	0,9998
33,2	212,29 ± 36,00	4,3230 ± 0,1864	0,9956
38,5	147,54 ± 32,91	5,9302 ± 0,58	0,9939

Tabela 3 – parâmetros para modelo Freundlich

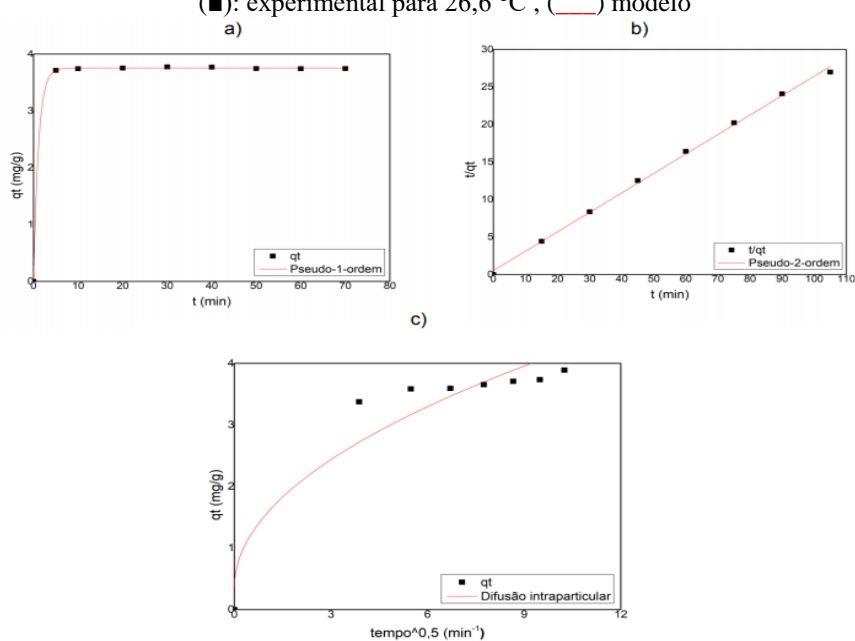
Freundlich			
T (°C)	kF(mg/g)	n	R <sup>2</sup>
26,6	5,62 ± 0,16	5,0140 ± 0,2307	0,9958
33,2	11,37 ± 0,7673	3,3508 ± 0,1804	0,9989
38,5	27,02 ± 8,60	2,2577 ± 0,3420	0,9906

Figura 4–Ensaio cinéticos realizado a uma temperatura de 26,6 °C e 38,5°C  
(■): experimental para 26,6 °C , ( ▼ ) experimental para 38,5 °C



Fonte: próprio autor

Figura 5 –Modelagem para Cinética de adsorção a) pseudo-primeira ordem para T ( °C) = 26,6 , b) pseudo-segunda ordem para T ( °C) = 26,6 °C c) Difusão Intraparticular para T ( °C) =26,6  
(■): experimental para 26,6 °C , ( — ) modelo



Fonte: próprio autor

Tabela 4 – parâmetros para modelo Freundlich

T (°C)	Pseudo 1º Ordem		
	k1( min-1)	qe(mg/g)	R <sup>2</sup>
26,6	0,1579 ± 0,0204	0,0145 ± 1,612E-4	0,9944
38,5	0,9059 ± 0,0670	0,0146 ± 1,849E-5	0,9999

### 3.2.3 Curva de Ruptura

A curva de ruptura define o desempenho de uma coluna de adsorção. As curvas foram avaliadas segundo a quantidade de carvão ativada utilizada (altura da coluna) e vazão de alimentação. O objetivo dessa etapa era a saturação da coluna, considerando que essa saturação ocorreria quando a concentração de saída atingisse 90% da concentração inicial ( $C/C_0 = 0,90$ ). Para o tempo de ruptura da coluna é considerada que a concentração de saída seja 10% da concentração inicial ( $C/C_0 = 0,10$ ). No entanto, o tempo de ruptura da coluna, que é a considerada quando a concentração de saída atinge 10% da concentração inicial ( $C/C_0=0,10$ ) (Kundu et al. 2007). Esse ponto de ruptura determina a condição em que a coluna diminui sua eficiência, necessitando assim, em alguns casos, da troca do adsorvente.

Os resultados para os testes de adsorção no leito com carvão ativado, as vazões utilizadas, a altura do leito e os volumes de solução utilizados, são mostrados na Tabela 5

Para se determinar o encontro de um melhor projeto de realização prática em laboratório da coluna que está sendo ativada, foram realizados testes de 1 a 5, com intuito da saturação da coluna.

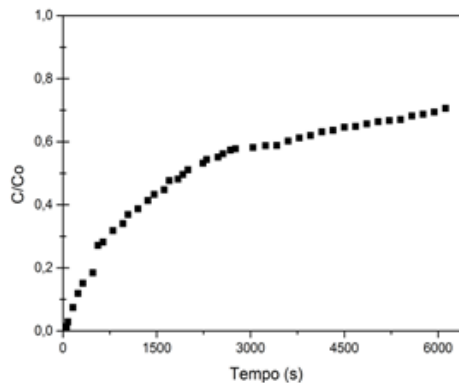
Tabela 5 - Resumo de Ensaio de passagem do soluto pela coluna

Testes	Vazão Volumétrica (L/h)	Altura do Leito (cm)	Concentração de Alimentação	Concentração da última amostra	C/C <sub>0</sub>	Volume de Solução (L)
1	67	30	0,3039	0,0477	0,1570	12
2	67	10	0,3039	0,1404	0,4619	20
3	23	10	0,3039	0,0193	0,0635	12
4	23	5	0,2866	0,1531	0,5341	18
5	23	5	0,2732	0,1929	0,7060	40

Até esse ponto, o roteiro de prática elaborado, baseou-se segundo nossas dimensões experimentais, ou seja, no melhor resultado para a saturação do leito, teste 5, qual consegue identificar tanto o comportamento da curva, quando extrair dados de eficiência e do ponto de ruptura da coluna na Figura 5.



Figura 5 - Comportamento da curva de ruptura no teste 5



Fonte: próprio autor

#### 4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A importância a aplicação desse roteiro prático, partindo como base todas essas análises realizadas no decorrer da pesquisa para o curso de graduação de Engenharia Química da Universidade Federal da Bahia, fará com que os graduandos obtenham um conhecimento prático sobre o processo em questão, contribuindo para o desenvolvimento de novas ideias para procedimentos que envolvam cuidados com a natureza, quando relacionados, por exemplo, a efluentes industriais. Esse roteiro elaborado com três seções de experimentos já está sendo utilizado nas aulas, com aval dos professores titulares na disciplina, e o retorno dos graduandos sobre um conteúdo, que antes saíamos sem ter o contato experimental, é a cada dia mais o melhor possível. Mostrando interesse e questionamentos para aprender mais. Estamos elaborando um questionário qualitativo para registrarmos sobre esse contato dos alunos a esses novos experimentos que até o semestre 2017.1 alunos não tinham acesso prático.

#### REFERÊNCIAS

ANNADURAI, G.; LING, L. Y.; LEE, J. F. **Adsorption of reactive dye from an aqueous solution by chitosan: isotherm, kinetic and thermodynamic analysis.** Journal of Colloid and Interface Science. 286: 36-42: 2008

BORBA, C. E. **Modelagem da remoção de metais pesados em coluna de adsorção de leito fixo.** Campinas: Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP, 2006. 145 p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Química).

CRINI, G. **Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment.** Progress in Polymer Science, v. 30, p. 38-70, 2005

DABROWSKI, A. **Adsorption from theory to practice.** Advances in Colloid and Interface Science. v. 93, p. 135-224, 2001.

HEUMANN, W. L., **Industrial air pollution control systems.** McGraw – Hill, 620p. 1997

RUTHVEN, M. D. Principles of adsorption and adsorption processes. Toronto: John Wiley & Sons, 1984.

HO, Y. S. **Selection of optimum sorption isotherm.** Carbon. 42, 2115–2116. 2008

SLEJKO, F.L. Adsorption **technology: a step-by-step approach to process evaluation and application**. New York: Marcel Dekker Inc., 223p., 1985.

RODRIGUES, C.C.. **Contribuição ao estudo do tratamento do gás amoníaco por adsorção em leito Fixo de Carvão Ativado**. Tese de Doutorado, PPG/EQ/DEQ/UFSscar, São Carlos-SP 134p. 2002

## **THE PREPARATION OF AN EXPERIMENTAL TRAINING ROUTINE FOR THE COURSE OF CHEMICAL ENGINEERING FOR THE TREATMENT OF INDUSTRIAL EFFLUENTS.**

### **Abstract:**

*The need for practices in the undergraduate course in chemical engineering that contemplate the study of mass transfer phenomena becomes fundamental and of relevant importance to understand how these processes occur. Therefore, with an adsorption column in the solid-gas system, inoperative due to a lack of power supply for experimental design in the university, and with a view to its activation, adjustments were made in its factory configuration for processes involving the solid / liquid, faculty being more economical and viable providing us with relevant results within the context of the unitary process in question. The development of this work had as main objective the elaboration of scripts for the practical classes of the disciplines Unit Operations and Introduction to Chemical Engineering Laboratory, having as interest to determine the operational conditions in terms of flow, adsorption time (column saturation), height of the bed, kinetic determinations and the isothermal behavior of the system. As well as presenting the operation in laboratory form, which contains broad industrial applications and important for the sustainable development, mainly environmental, that consists of separation processes, as in the separation of nitrogen from the air, removal of mercury from gaseous emissions, water treatment and unit adsorption. However, an important focus here was the effluent treatment, specific to the textile industry, for an initial conceptual exemplification, where a new experiment is presented to the students and with all theoretical basis based, since until the semester 2017.1 no other graduate had access to this content laboratory at the Polytechnic School of UFBA.*

**Key-words:** Adsorption. Methyl orange. Activated charcoal. Adsorption column