

AVALIAÇÃO DO RECOBRIMENTO DE ESFERAS DE VIDRO COM QUITOSANA EM LEITO FLUIDIZADO E A SUA INFLUÊNCIA NA ADSORÇÃO DO CORANTE REATIVO PRETO 5

RONI PIRES¹; **DANIELE SILVA**¹; **FRANCINE ALGÃ**¹; **CARLOS FELIPE**¹

¹*Universidade Federal do Rio Grande – ronicapaverde_rg@hotmail.com*

¹*Universidade Federal do Rio Grande – danicosta.0607@gmail.com*

¹*Universidade Federal do Rio Grande – francinedinizalga@hotmail.com*

¹*Universidade Federal do Rio Grande – severopeixoto@yahoo.com.br*

1. INTRODUÇÃO

A indústria têxtil é uma das maiores geradoras de efluentes líquidos contendo corantes. Sabe-se que os métodos convencionais para a remoção de corante possuem custo elevado e baixa eficiência. Assim, surge o processo de adsorção como alternativa para remoção de corantes destas águas (Dotto et al., 2011).

A quitosana tem sido estudada como adsorvente de corantes em soluções aquosas (Piccin et al, 2009; Annadurai et al, 2008). É uma alternativa interessante é a do recobrimento de partículas inertes com solução à base de quitosana. Visando aliar a versatilidade da quitosana e a necessidade de estudar o processo de adsorção de corantes em processo contínuo, uma alternativa interessante é a do recobrimento de partículas inertes com solução à base de quitosana, já que essa possui boas propriedades de formação de película.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a técnica de recobrimento em leito fluidizado e a sua posterior aplicação na adsorção de corante. Além disso, foi avaliado a influência do pH e a vazão de alimentação do corante no processo de adsorção.

2. METODOLOGIA

Material

O corante têxtil utilizado é o Reativo preto 5 - RB5; índice de cor 20505, massa molar 991,8 g mol-1; $\lambda_{max} = 596$ nm com pureza de 90%. Foi fornecido pela Sigma-Aldrich, Brasil. Os demais reagentes utilizados foram de grau analítico e as soluções foram preparadas com água destilada. O material inerte utilizado para o revestimento foram esferas de vidro com diâmetro de partícula de 1 mm, esfericidade de 0,92 e massa específica de 2300 kg m-3.

Obtenção de quitosana

A quitosana foi obtida com um grau de desacetilação de 85%, a partir de rejeitos de camarão (*Penaeus brasiliensis*), de acordo com o procedimento de Weska et al., (2007).

Obtenção das esferas revestidas

Primeiramente foi realizado o preparo das soluções de recobrimento através da dissolução de quitosana em pó em ácido acético 1% (v/v), sob agitação de 600

rpm por 2h a temperatura ambiente (25 ± 2 °C). Foi utilizado um volume de 130 mL de solução de quitosana para recobrir 1300 g de esferas.

As esferas passaram pela etapa de limpeza de acordo com o procedimento de Vijaya et al. (2008), antes do processo de recobrimento. As esferas de vidro foram revestidas com uma solução de quitosana 0,8 % (m/v) nas seguintes condições de operação: carga de esferas de 1300 g, vazão de alimentação de 6 mL min⁻¹, temperatura do ar de fluidização de 70°C, e a taxa de circulação do ar foi 1,6 vezes a velocidade mínima de fluidização. O processo de recobrimento foi interrompido aos 22 ± 1 min para impedir o empacotamento do leito. Posteriormente as partículas foram retiradas do leito e foi realizada a aplicação da cura química pelo método de Vieira et al. (2014).

Quantificação do recobrimento

A massa de sólidos aderida nas partículas ($m_{sól,part}$) foi dada pela diferença entre a massa das esferas com o recobrimento e a massa das esferas sem o recobrimento. Para realizar esta quantificação procedeu-se um ensaio de desprendimento da película recoberta. Este ensaio foi realizado da seguinte forma: Após o processo de recobrimento, uma amostra de 25g de esferas foi transferida para um frasco contendo ácido acético 3% (m/v) emantida sob agitação de 900 rpm em agitador magnético (Marte, MAG-01H, Brasil) por 30 min. As esferas foram filtradas, lavadas com água destilada e secas em estufa a 105°C por 24 h. Posteriormente foram pesadas em balança analítica (Marte, AY220, Brasil). As análises para a quantificação do processo de recobrimento foram realizadas em triplicata.

A eficiência de recobrimento para ambas as técnicas foi obtida através da Equação 1.

$$\eta = \frac{m_{sól,part}}{m_{sól,total}} \times 100\% \quad (1)$$

Experimentos de adsorção

A solução de corante contendo 50 mg L⁻¹, foi bombeada em fluxo ascendente nas vazões de 3 e 5 mL min⁻¹ e pH de 3 e 6, na temperatura de 20 ± 2 °C. Foram retiradas amostras no topo da coluna em tempos pré-estabelecidos até a completa saturação do sistema ($C=C_{eq}=C_0$), sendo a concentração do corante remanescente na solução determinada por espectrofotometria no comprimento de onda de 596 nm.

Os dados coletados foram expressos como curvas de ruptura. Estas são dadas pela relação entre a concentração de corante na saída da coluna pela concentração inicial de corante (C_t / C_0) como uma função do tempo. A partir das curvas de ruptura foram calculadas: a massa total de corante adsorvido na coluna, m_{ad} (mg); a capacidade de adsorção do corante no equilíbrio, q_{eq} (mg g⁻¹); a massa total de corante alimentada na coluna, m_{total} (g); e o percentual de remoção, R (%), conforme Equações 2 a 5, respectivamente. O volume de efluente tratado, V_{ef} (L) foi calculado pela Equação 6.

$$m_{ad} = \frac{Q}{1000} \int_{t=0}^{t=total} C_{ad} dt \quad (2)$$

$$q_{eq} = \frac{m_{ad}}{m} \quad (3)$$

$$m_{total} = \frac{C_0 Q t_{total}}{1000} \quad (4)$$

$$R(\%) = \frac{m_{ad}}{m_{total}} 100 \quad (5)$$

$$V_{ef} = Q t_{total} \quad (6)$$

A região de adsorção é definida como a zona de transferência de massa (ZTM), que é a região ativa do leito onde a adsorção ocorre. Os tempos de ruptura, t_b (min) e de exaustão, t_e (min) foram definidos quando a concentração no topo da coluna atingiu valores de 2,5 mg L⁻¹ e 47,5 mg L⁻¹, os quais correspondem a 5 e 95 % da concentração inicial do corante, respectivamente. O tempo t_e é o tempo no qual toda a capacidade adsorptiva do leito foi utilizada. Assim, ele corresponde a toda a área entre a curva de ruptura e a linha horizontal C/C₀ = 1. Por consequência, o comprimento do leito não utilizável, que corresponde, na verdade, à zona de transferência de massa, pode ser determinado, conforme a Equação 7 (Geankoplis, 1993):

$$ZTM = h \left(1 - \frac{t_b}{t_e} \right) \quad (7)$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Eficiência do processo de recobrimento

A massa de sólidos total utilizada no processo de recobrimento em leito fluidizado foi de $1,05 \pm 0,06$ gramas de quitosana.

A massa de sólidos aderida nas partículas foi de $0,72 \pm 0,05$ e a eficiência de recobrimento foi de 68 ± 1 .

Logo, a eficiência alcançada ficou superior ao valor considerado mínimo para tornar viável o processo de recobrimento, que é de 60% (Porter; Hogan, 1984).

Avaliação da capacidade de adsorção

As Tabelas 1 e 2 apresentam os parâmetros para adsorção e as Figuras 1 e 2 apresentam as curvas de ruptura da adsorção do corante Reativo Preto 5 por esferas revestidas com quitosana em pH 3 e 6, nas vazões de 3 e 5 mL min⁻¹.

Tabela 1: Parâmetros da adsorção do corante Reativo Preto 5 em pH 3.

Vazão (mL min ⁻¹)	3	5
t_b (h)*	$6,7 \pm 0,2$	$3,5 \pm 0,2$
t_e (h)*	$12,8 \pm 0,3$	$7,0 \pm 0,4$
t_{total} (h)*	$17,8 \pm 0,3$	$9,8 \pm 0,2$
V_{ef} (mL)*	3204 ± 30	2940 ± 50
m_{ad} (mg)*	$87,0 \pm 3,7$	$75,8 \pm 5,2$
q_{eq} (mg g ⁻¹)*	$580,1 \pm 8,8$	$505,2 \pm 6,4$
R (%)*	$54,3 \pm 1,6$	$51,3 \pm 2,5$
ZTM (cm)*	$9,53 \pm 0,1$	$10 \pm 0,1$

*média ± desvio padrão (n = 3)

Tabela 2: Parâmetros da adsorção do corante Reativo Preto 5 em pH 6.

Vazão (mL min ⁻¹)	3	5
t_b (h)*	$3,3 \pm 0,2$	-
t_e (h)*	$8,3 \pm 0,3$	$4,0 \pm 0,2$
t_{total} (h)*	$10,8 \pm 0,2$	$5,0 \pm 0,2$
V_{ef} (mL)*	1944 ± 40	1500 ± 30
m_{ad} (mg)*	$45,41 \pm 1,2$	$26,9 \pm 1,3$
q_{eq} (mg g ⁻¹)*	$302,7 \pm 2,1$	$179,3 \pm 1,7$
R (%)*	$46,7 \pm 0,4$	$35,7 \pm 0,3$
ZTM (cm)*	$12,1 \pm 0,1$	-

*média ± desvio padrão (n = 3)

Figura 1: Curvas de ruptura do corante Reativo Preto 5 em pH 3

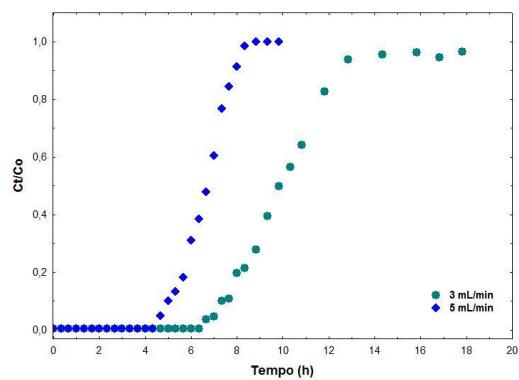
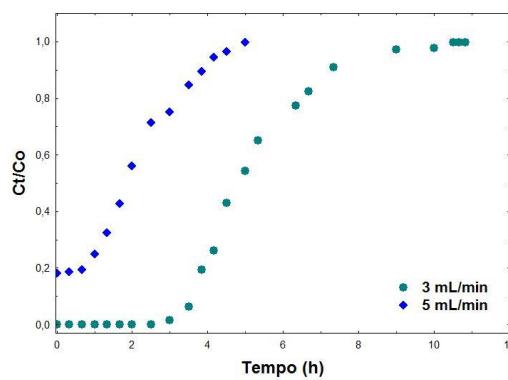


Figura 2: Curvas de ruptura do corante Reativo Preto 5 em pH 6



4. CONCLUSÕES

As esferas revestidas em leito fluidizado apresentaram um valor satisfatório de eficiência de recobrimento e de capacidade de adsorção. A eficiência de recobrimento obtida foi de 68%. As esferas revestidas apresentaram capacidade de adsorção de aproximadamente 581 mg g^{-1} em pH 3 e vazão de 3 mL min^{-1} . Verificou-se que o pH ácido favorece o processo de adsorção, enquanto que o aumento da vazão de alimentação acarreta em uma diminuição da eficiência do processo.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CRINI, G., BADOT, P. M. (2008) "Aplicação de quitosana, um aminopolissacarídeo natural, na remoção de corantes de soluções aquosas por processo de adsorção, usando estudos em batelada: uma revisão da literatura recente". *Prog. Polym. Sci.* 33 . pág. 399–447
- DOTTO, G. L.; PINTO, L. A. A. (2011) "Adsorption of food dyes onto chitosan: Optimization process and kinetic", *Carbohydrate Polymers*, Vol. 84, p. 231-238.
- ELWAKEEL,K.Z. (2009) "Removal of Reactive Black 5 from aqueous solutions using magnetic chitosan resins." *Journal of Hazardous Materials*.v.167, p. 383 – 392.
- GEANKOPLIS, C.J. *Transport processes and unit operations*. 4. ed., New York: PTR Prentice Hall, 1993.
- GOKHALE, S.V.; JYOTI, K.K.; LELE, S.S.. (2009) "Modeling of chromium (VI) biosorption by immobilized *Spirulina platensis* in packed column." *Journal of Hazardous Materials*, v. 170, p. 735–743.
- PICCIN, J.S.; VIEIRA, M.L.G.; GONÇALVES, J.; DOTTO, G.L.; PINTO, L.A.A. (2009) "Adsorption of FD&C Red No. 40 by chitosan: Isotherms analysis." *Journal of Food Engineering*, v. 95, p. 16–20.
- PORTER, S. C.; HOGAN, J. E. (1984) "Tablet film-coating." *Pharmaceutic International*, v. 5, no 5, p.122-127.
- VEIT, M.T; SILVA, E, A; FEGUNDES, M, R; TAVARES, C, R; GONÇALVES, C,G. (2009) "Effect of volumetric flow rate on the breakthrough curves for the biosorption of Cr (III) and Ni (II)." *Estudos Tecnológicos* - v.5, p. 192.
- VIEIRA, M. L. G.; ESQUERDO, V. M.; NOBRE, L. R.; DOTTO, G. L.; PINTO, L. A. A. (2014), "Glass Beads Coated with Chitosan for the Food Azo Dyes Adsorption in a Fixed Bed Column", *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, Vol. 20, p.3387-3393.