

PREPARAÇÃO DE CARVÃO ATIVADO A PARTIR DE PROCESSO FÍSICO-CO₂ DA TORTA DA MAMONA

Gabriel Filipe Calloi Palozi (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Lucas Spessato (Coorientador), Vitor de Cinque Almeida (Orientador). E-mail: vcalmeida@uem.br.
Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas/ Departamento de Química, PR.

Área: Ciências exatas e da Terra, subárea: Química

Palavras-chave: carvão ativado (CA), mamona, ativação.

RESUMO

Para esse estudo, foi proposto preparar CAs da torta da mamona empregando o processo de ativação física com CO₂ e investigar o efeito da pré-purificação do precursor usando soluções básicas e ácidas nas características químicas e texturais dos CAs obtidos. As características morfológicas do precursor e dos CAs foram observadas a partir das imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os grupos químicos de superfície presentes no precursor e no CAs foram avaliados mediante os espectros obtidos por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), e foi estudado o pH de superfície de cada material (pH_{pcz}). Os resultados indicaram que as características físicas e químicas de cada CA tiveram grande distinção entre cada tratamento.

INTRODUÇÃO

Os carvões ativados (CAs) são materiais constituídos essencialmente do elemento carbono e que como característica principal apresenta elevados valores de áreas superficiais específicas devido sua porosidade, o que pode lhes conferirem a capacidade de adsorver várias substâncias presentes em fase líquida e gasosa (PEZOTI et al., 2016). Os CAs são usualmente preparados a partir dos processos que consistem da carbonização do precursor (matéria-prima) seguido da ativação. A carbonização do precursor ocorre em atmosfera inerte e em temperaturas superiores a 400 °C. Quando se utiliza precursores de origem vegetal, durante esse processo, ocorre a quebra de ligações menos estáveis e liberação de compostos voláteis, produzindo assim, um esqueleto carbonizado enriquecido de anéis aromáticos de carbono e que por sua vez, são denominados de carvão (PEZOTI et al., 2016).

MATERIAIS E MÉTODOS

Para a pré-purificação do precursor, foram usadas duas soluções de KOH (1,0 mol/L) e H₂SO₄ (1,0 mol/L). Para fins experimentais, foram preparadas quatro amostras de precursor com diferentes granulometrias: (1) 50 g de precursores finos em H₂SO₄; (2) 50 g de precursores grossos em H₂SO₄; (3) 50 g de precursores finos em KOH; (4) 50 g de precursores grossos em KOH. Os materiais foram colocados em béqueres e adicionado a cada um deles suas respectivas soluções na

proporção de 1:10 (m:v), os materiais foram agitados por 2h em agitadores magnéticos.

Em seguida, os materiais foram filtrados usando uma peneira comum. Depois da lavagem e filtração do precursor, estes foram levados à estufa a 100°C por 24 h para total secagem do material. Após a secagem, o material foi levado à mufla em atmosfera inerte por N₂, a uma taxa de 5°C/min até atingir 500°C e permaneceu nesse patamar por 2 h. Em seguida, a temperatura foi elevada para 700°C e o fluxo de gás alterado para CO₂ durante 1 h para ser realizado o processo de ativação. Por fim, o fluxo de N₂ foi restabelecido e o material foi resfriado naturalmente até a temperatura ambiente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tabela 1 - Análise centesimal do material precursor

Finos de mamona	Umidade	Cinzas	Compostos Voláteis	Carbono Fixo
Percentual (%)	6,09	10,11	77,28	12,60

A análise centesimal da amostra de mamona indica uma composição com alta presença de materiais orgânicos voláteis, baixa umidade, presença de minerais e significativa quantidade de carbono fixo (NEME et al., 2022). A distribuição de rendimentos (R%) de cada material ficou:

Tabela 2 - Rendimentos de cada carvão

R₁ (%)	R₂ (%)	R₃ (%)	R₄ (%)
13,16	23,85	10,32	17,09

Os finos tratados com ácido sulfúrico demonstraram conformidade com resultados prévios, denotando a ocorrência de reações químicas favorecidas pela sua ampla superfície. Por sua vez, os grossos submetidos ao tratamento ácido exibiram rendimento superior, sugerindo interações específicas e influência da estrutura porosa. Contudo, os finos tratados com hidróxido de potássio apresentaram rendimento inferior, indicando possíveis variações nas respostas químicas. Já os grossos tratados com hidróxido de potássio obtiveram um rendimento intermediário, o que aponta para a combinação de características das partículas e reações químicas.

Os grupos químicos funcionais presentes na superfície do carvão ativado foram caracterizados por meio da técnica FTIR e foram observados no intervalo de número de onda entre 4000 a 400 cm⁻¹.

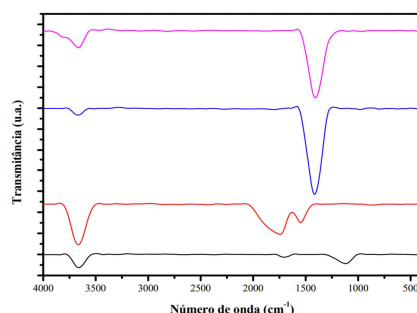


Figura 2 – Resultados de FTIR para os CAs

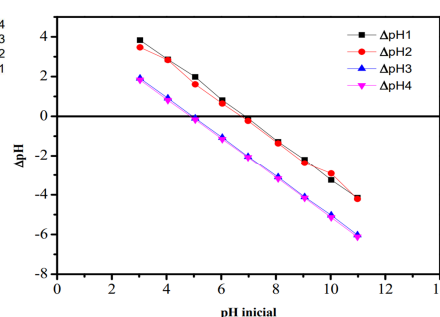


Figura 3 – pH(pcz) para os CAs

Como observado na Figura 2, a os carvões apresentaram um espectro amplo acima de 3750-3500 cm^{-1} , correspondente aos grupos -OH e N-H (THAM et al., 2011). O pico localizado em 1750 cm^{-1} para os materiais 1 e 2 reflete o estiramento da ligação dupla C=O , indicando o tratamento prévio com ácido sulfúrico (NEME et al., 2022). Além disso, os picos situados entre 1750 e 1500 cm^{-1} e 1500-1250 cm^{-1} das amostras 3 e 4 estão associados ao estiramento de ligações C-O-C em grupos de ácidos, fenóis e éteres, bem como ésteres (NEME et al., 2022).

Na Figura 3, ao examinar o ponto de interseção de cada curva com a reta $y = 0$, é possível identificar o pH no qual a superfície de cada material adquire uma carga neutra.

Tabela 3 - Valores de pHpcz para cada material

pHpcz (1)	pHpcz (2)	pHpcz (3)	pHpcz (4)
6,87	6,72	4,94	4,86

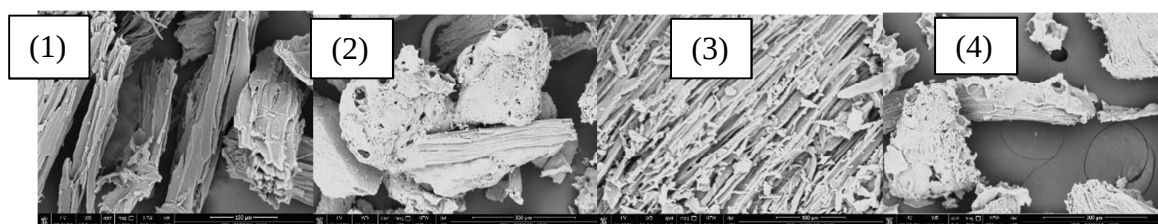
Foi possível notar, portanto, que os materiais tratados com ácido sulfúrico (1) e (2) possuem cargas superficiais nulas no pH 6,87 e 6,72 respectivamente. Já para os materiais tratados com hidróxido de potássio (3) e (4), os valores de pH são 4,94 e 4,86 respectivamente. Tais resultados foram obtidos analisando a Figura 3 e observando o local onde cada reta cruzou o eixo $y = 0$.

Tabela 4 - Valores de área superficial para cada material

BET (1) - m^2/g	BET (2) - m^2/g	BET (3) - m^2/g	BET (4) - m^2/g
295	302	1128	177

A análise superficial do material usando BET mostra que o tratamento com ácido sulfúrico (295 m^2/g e 302 m^2/g) exibem maior área superficial, porque o ácido abre poros do carvão, aumentando a porosidade e a área, já o tratamento com hidróxido de potássio resulta em áreas mais variadas (1128 m^2/g e 177 m^2/g) e de difícil pressuposição, visto que reações químicas complexas entre a base e a matéria orgânica do material precursor possam causar uma variação tão significativa (SING, 1985).

Figura 4 - AF (1000x) **Figura 5** - AG (500x) **Figura 6** - BF (500x) **Figura 7** - BG(500x)



As imagens proporcionadas pelo MEV evidenciam as cavidades e fissuras produzidos pela ativação do material precursor. É possível notar que os materiais tratados em meio ácido possuem maior porosidade, provavelmente pela ação fixante e desidratante dos grupos SO_4^{2-} em relação à matéria orgânica dos materiais.

Já com o tratamento com KOH, reações de formação de sais alcalinos podem ter causado aglomeração de partículas, restringindo a formação de poros. Além disso, a concentração e o tempo de tratamento também podem influenciar (NEME et al., 2022).

CONCLUSÕES

A partir das etapas realizadas no projeto, é possível concluir que os resultados obtidos foram positivos e estão em linha com a teoria. Além disso, as práticas executadas nos permitiram entender melhor como ocorre a ativação dos carvões usados, incluindo o papel dos ativadores e sua influência no rendimento. Além disso, as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectrofotometria no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foram úteis para fundamentar nossas observações.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq, Fundação Araucária e UEM.

REFERÊNCIAS

NEME, I.; GONFA, G.; MASI, C. Preparation and characterization of activated carbon from castor seed hull by chemical activation with H_3PO_4 . Results in Materials, v.15, 2022.

PEZOTI, O.; CAZETTA, A. L.; BEDIN, K. C.; SOUZA, L. S.; MARTINS, A. C.; SILVA, T. L.; JUNIOR, O. O. S.; VISENTAINER, J. V.; ALMEIDA, V. C. NaOH-activated carbon of high surface area produced from guava seeds as a high-efficiency adsorbent for amoxicillin removal: kinetic, isotherm and thermodynamic studies. Chemical Engineering Journal, v. 288, p. 778-788, 2016.

THAM, Y. J.; PUZIAH, A. L.; ABDULLAH, A. M.; SHAMALA-DEVI, A.; TAUFIQ-YAP, Y. H. Performances of toluene removal by activated carbon derived from durian shell. *Bioresource Technology*, v. 108, p. 734-728, 2011.

SING, K. S. W. (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. *Pure and Applied Chemistry*, v. 57, n. 4, p. 603-619.