

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS PARA REMOÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS A PARTIR DE RESINA DE POLIURETANO E BIOMASSAS VEGETAIS

CYNTIA ESPOSTI VELOSO MACHADO
(Mestranda em Materiais - cyntiaesposti@hotmail.com)

ORIENTADOR: PROF.º.DR. BRUNO CHABOLI GAMBARATO

VOLTA REDONDA, RJ.



A ÁGUA



**ETANOL DE SEGUNDA GERAÇÃO
(ETANOL 2G)**



COMPOSTOS FENÓLICOS



ADSORVEDORES



POLÍMEROS

OBJETIVOS GERAIS:

DESENVOLVER E CARACTERIZAR UM MATERIAL CAPAZ DE PROMOVER A DESCONTAMINAÇÃO DE SOLUÇÕES AQUOSAS CONTENDO FENOL, POR MEIO DE FILTRAÇÃO REALIZANDO MODIFICAÇÕES NOS MATERIAIS:

- ESPUMA DE POLIURETANO,
- SERRAGEM DE MADEIRA E
- CELULOSE,

PROPORCIONANDO UM DESTINO MAIS SUSTENTÁVEL PARA O FENOL.



OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- **VALIDAÇÃO** DE UM MÉTODO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE FENOL EM SOLUÇÃO AQUOSA POR ESPECTROFOTOMETRIA;
- **MODIFICAÇÃO** FÍSICA E/OU QUÍMICA DOS MATERIAIS;
- **CARACTERIZAÇÃO** DOS MATERIAIS POR ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA;
- **REALIZAÇÃO DE ENSAIOS DE ADSORÇÃO** DE COMPOSTOS FENÓLICOS UTILIZANDO A ESPUMA DE POLIURETANO, SERRAGEM DE MADEIRA EXTRAÍDA, CARVÃO DE SERRAGEM E CELULOSE MICROCRISTALINA COMERCIAL.



- POSSIBILIDADE DA UTILIZAÇÃO DE MATERIAIS RESIDUAIS NA REMOÇÃO POR ADSORÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS
- CUSTO X BENEFÍCIO E ESTRATÉGIA AMBIENTAL SUSTENTÁVEL

Justificativa



- ESCASSEZ E CONTAMINAÇÃO
- POLUIÇÃO POR COMPOSTOS FENÓLICOS

A legislação ambiental segundo a Resolução CONAMA n° 430/2011, afirma que, o limite máximo tolerável de fenóis totais lançados em efluentes é de 0,5 ppm C_6H_5OH e o padrão estabelecido para corpos receptores enquadrados na classe II não deve exceder de 2 ppb.

(Resolução CONAMA N° 430/2011 - Data da legislação: 13/05/2011 - Publicação DOU n° 92, de 16/05/2011, pág. 89)

Formação de Inibidores na Obtenção de Etanol de Segunda Geração (2G)

7/47

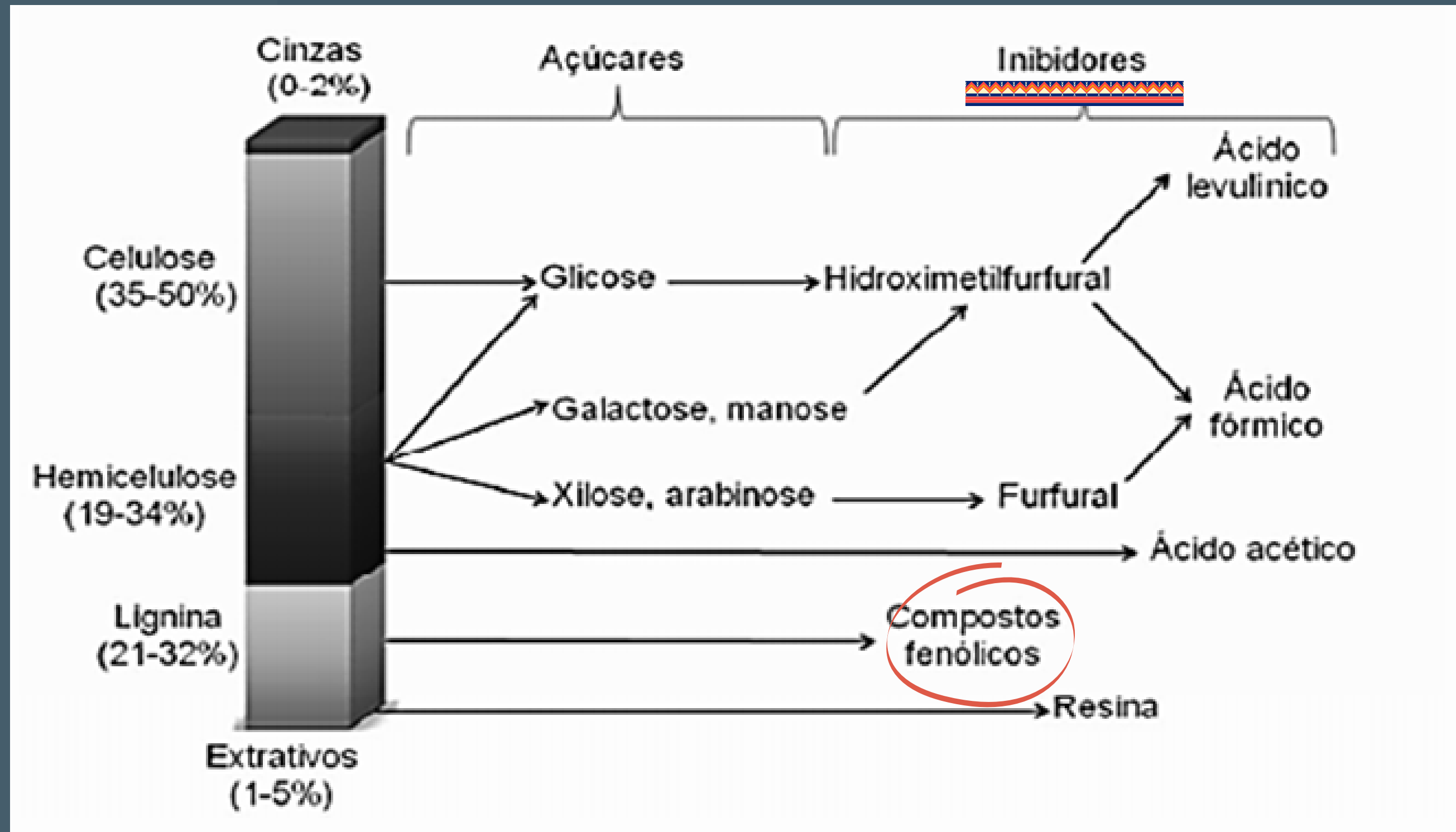


Figura 1. Principais compostos fenólicos inibidores de fermentação

Fonte: ZANCANARE (2012)

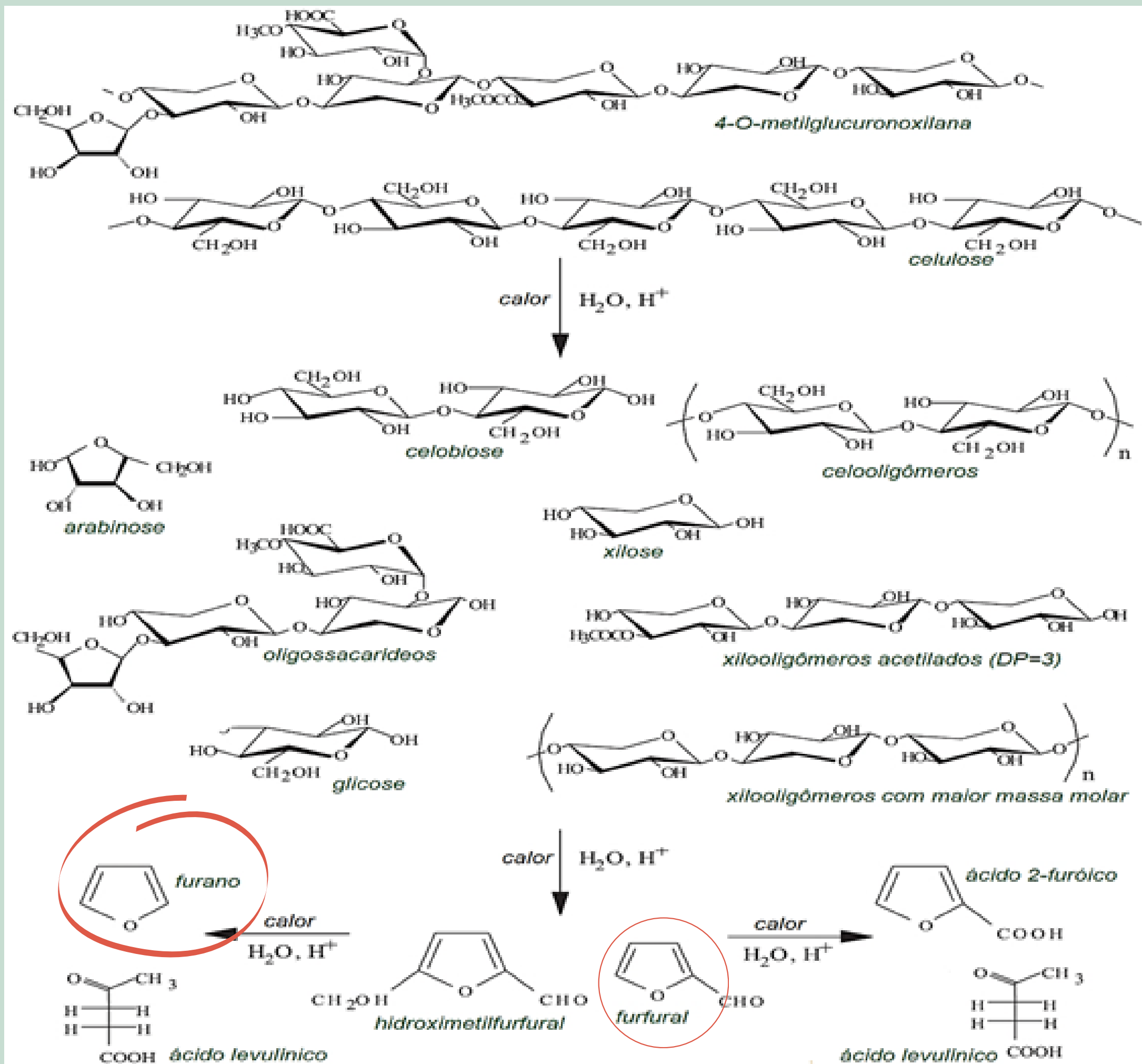


Figura 2. Hidrólise dos polissacarídeos e formação de subprodutos em meio ácido.

Fonte: Adaptada de Ramos (2003)

Estratégias de Destoxificação

Redução das concentrações ou a eliminação total dos compostos tóxicos presentes nos hidrolisados hemicelulósicos



Obtenção de etanol - Usina sucro alcooleira

Polímeros



- Resinas Poliuretanas - PU
- Biomassas Lignocelulósicas



Custo x Benefício

Biomassas Lignocelulósicas

- Interesse Científico
- Principal Composição das Biomassas

Lignocelulósicas

- A Lignina
- A Celulose
- As Hemiceluloses



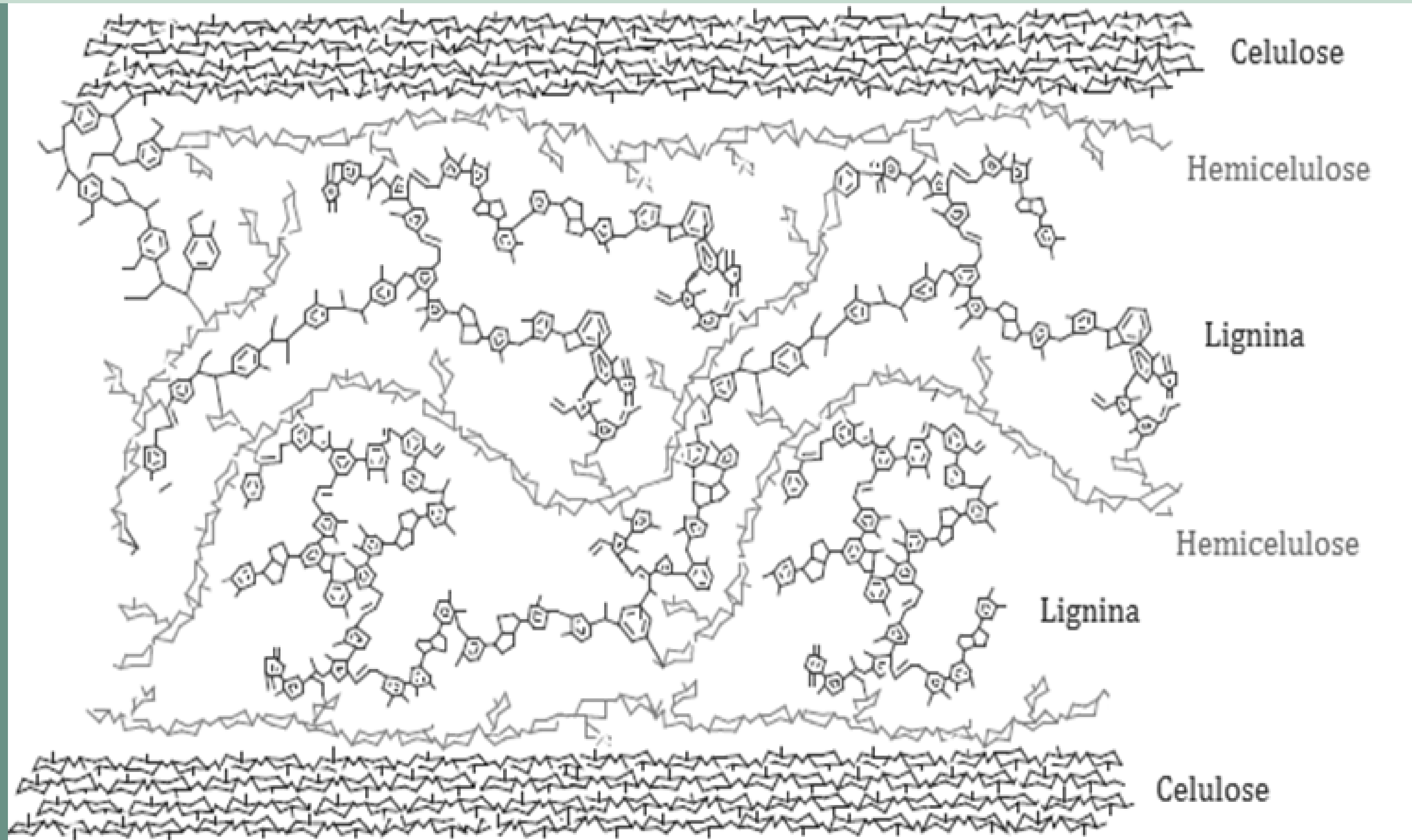


Figura 3. Estrutura de parede celular de biomassas lignocelulósicas
Fonte: GAMBARATO (2014)

Materiais e Métodos

Materiais - Resina Poliuretana - PU

A resina de poliuretano PU-A+B, fabricada pela empresa Redelease foi comprada pelo Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA) – Campus Três Poços em Volta Redonda –RJ.



Figura 4. Resina de Poliuretano desenformada após 24h

Fonte: A Autora (2021)

Materiais e Métodos

Materiais - Celulose Microcristalina

A celulose microcristalina u.s.p. utilizada, foi produzida pela empresa Synth, foi comprada pelo Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA) – Campus Três Poços em Volta Redonda –RJ.



Figura 5. Celulose microcristalina utilizada no estudo
Fonte: A Autora (2021)

Materiais e Métodos

Materiais - Serragem

As serragens (mistura 1:1 de virola – *Virola* sp e cedrinho – *Cedrela fissilis*) utilizadas durante a pesquisa foram cedidas pelo setor de Carpintaria do Centro Universitário de Volta Redonda (UniFOA) – Campus Três Poços em Volta Redonda –RJ, no mês de maio de 2018.



Figura 6. Serragem (mistura de virola e cedrinho)

Fonte: A Autora (2021)

Materiais e Métodos

Materiais - Solução de Fenol

O fenol, de sinônimo ácido fênico, utilizado em todos os preparos das soluções, foi produzido pela empresa MERCK, adquirida pelo UniFOA



Figura 7. Soluções de fenol em tubos de ensaio
Fonte: A Autora (2021)

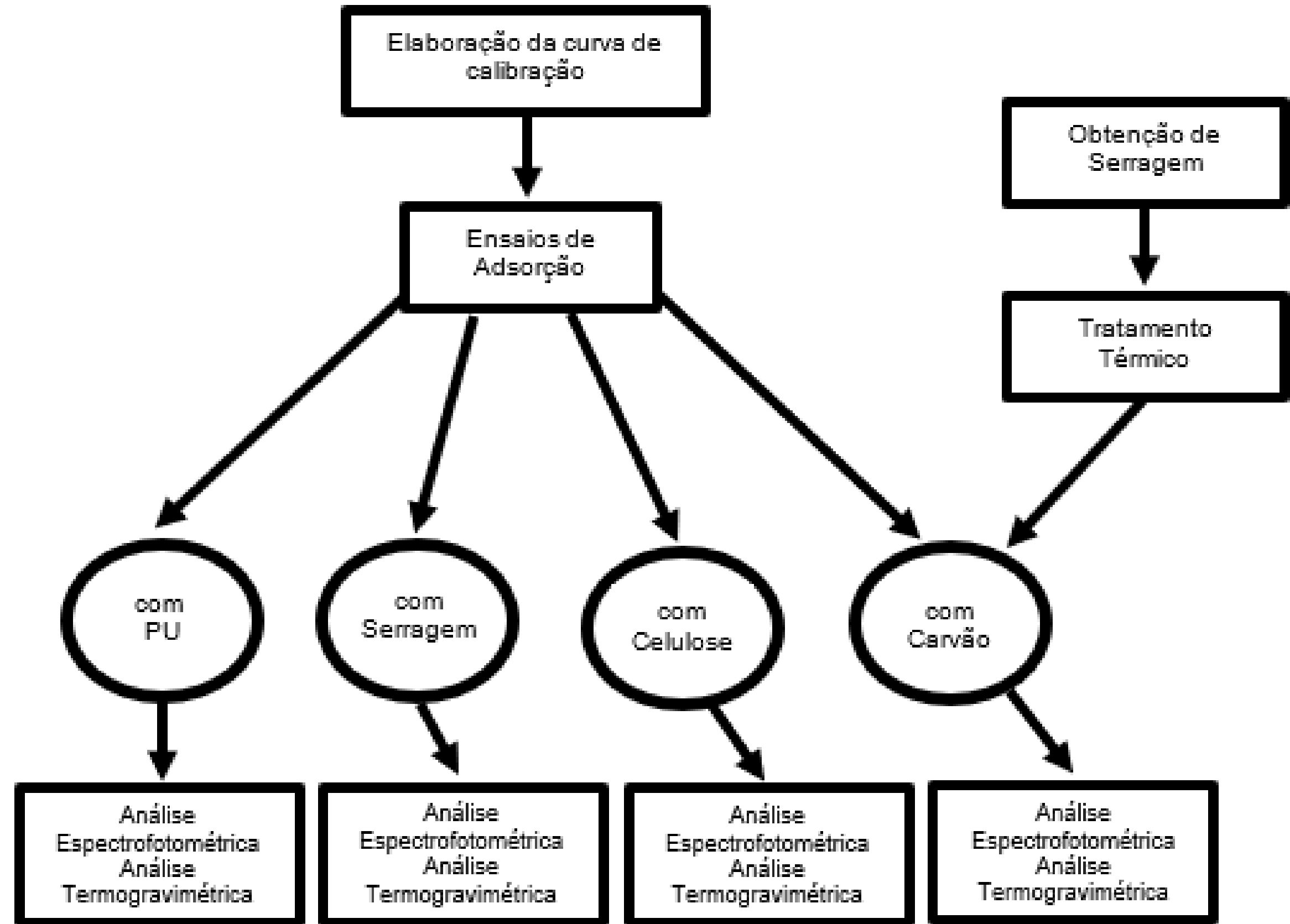


Figura 8. Fluxograma de trabalho
Fonte: (A Autora, 2021)

Métodos

As resinas foram misturadas na proporção de 1:1 com o auxílio de seringas de 30mL e homogeneizadas com bastão de vidro até o início da reação. O tempo de cura ou repouso da resina, é de 24h.



Figura 9. Reação entre o polioli e o isocianato formando a resina de poliuretano

Fonte: A Autora (2021)

Métodos

Preparos das biomassas:

As serragens foram lavadas, secas (durante 8h à 50 °C), peneirada na granulometria de 18 Mesh.

Uma porção destinada à mufla para obtenção do carvão. O carvão foi obtido em mufla após 1 h à 280 °C.



Figura 10. Carvão obtido a partir de serragem
Fonte: A Autora (2021)

Métodos

Os ensaios de adsorção:



Figura 11a- Ensaio de Adsorção - Alíquotas coletadas após percolação da solução de fenol em filtro de carvão
A Autora (2021)



Figura 11b. Ensaio de adsorção do filtro à base de carvão com auxílio de bomba peristáltica
Fonte: A Autora (2021)

Métodos - Caracterizações

Análise espectrofotométrica:

A calibração por meio de uma solução padrão de fenol, sob diversas concentrações:

(0,004 g.L⁻¹, 0,01 g.L⁻¹, 0,02 g.L⁻¹, 0,04 g.L⁻¹ e 1 g.L⁻¹).

Análise de absorvância em luz UV-B a 280 nm.

A partir das **absorvâncias** observadas nas soluções padronizadas, foi **obtida uma curva de calibração**, por meio do **método dos mínimos quadrados**.

As amostras coletadas nos ensaios de adsorção foram analisadas sob as mesmas condições da calibração (280 nm) e **a concentração de fenol foi calculada por meio da equação ajustada**.

Métodos - Análise Termogravimétrica (TG / DTG)

Para realização das **análises termogravimétricas (TG)** foi utilizado o Analisador Simultâneo, modelo STA-6000 da Perkin Elmer.

Cerca de **2 mg das amostras** foram colocados em cadinhos de alumina, utilizando gás nitrogênio sob fluxo de **20 mL.min⁻¹** **como atmosfera.**

As amostras foram aquecidas de **20 °C até 800 °C**, com razões de aquecimento de

5, 10 e 20 °C.min⁻¹

Métodos - Análise Termogravimétrica 23/47

Para investigar os processos de decomposição realizada por termogravimetria dos diferentes constituintes do material, a energia de ativação (E_a) foi obtida através da equação de Ozawa-Flynn-Wall, como pode ser observada pela equação (1), descrita também por Silva e Oliveira, (2018)

$$\ln \beta = C\alpha - E_a / (R \times T) \quad (1)$$

$$A = \{ \beta \times E_a \times \exp[E_a / (R \times T_m^2)] \} / (R \times T_m) \quad (2)$$

$$\Delta H^\circ = E_a - (R \times T) \quad (3)$$

$$\Delta G^\circ = E_a + R \times T_m \times \ln[(K_b \times T_m) / (H \times A)] \quad (4)$$

$$\Delta S^\circ = (\Delta H^\circ - \Delta G^\circ) / T_m \quad (5)$$

Os parâmetros termodinâmicos fatores pré-exponenciais (A), Entalpias (ΔH°), energias livres de Gibbs (ΔG°) e Entropias (ΔS°) foram calculados conforme as equações (2), (3), (4) e (5). Onde K_b é a constante de Boltzmann, H é a constante de Planck e T_m é a temperatura do pico máximo da DTG.

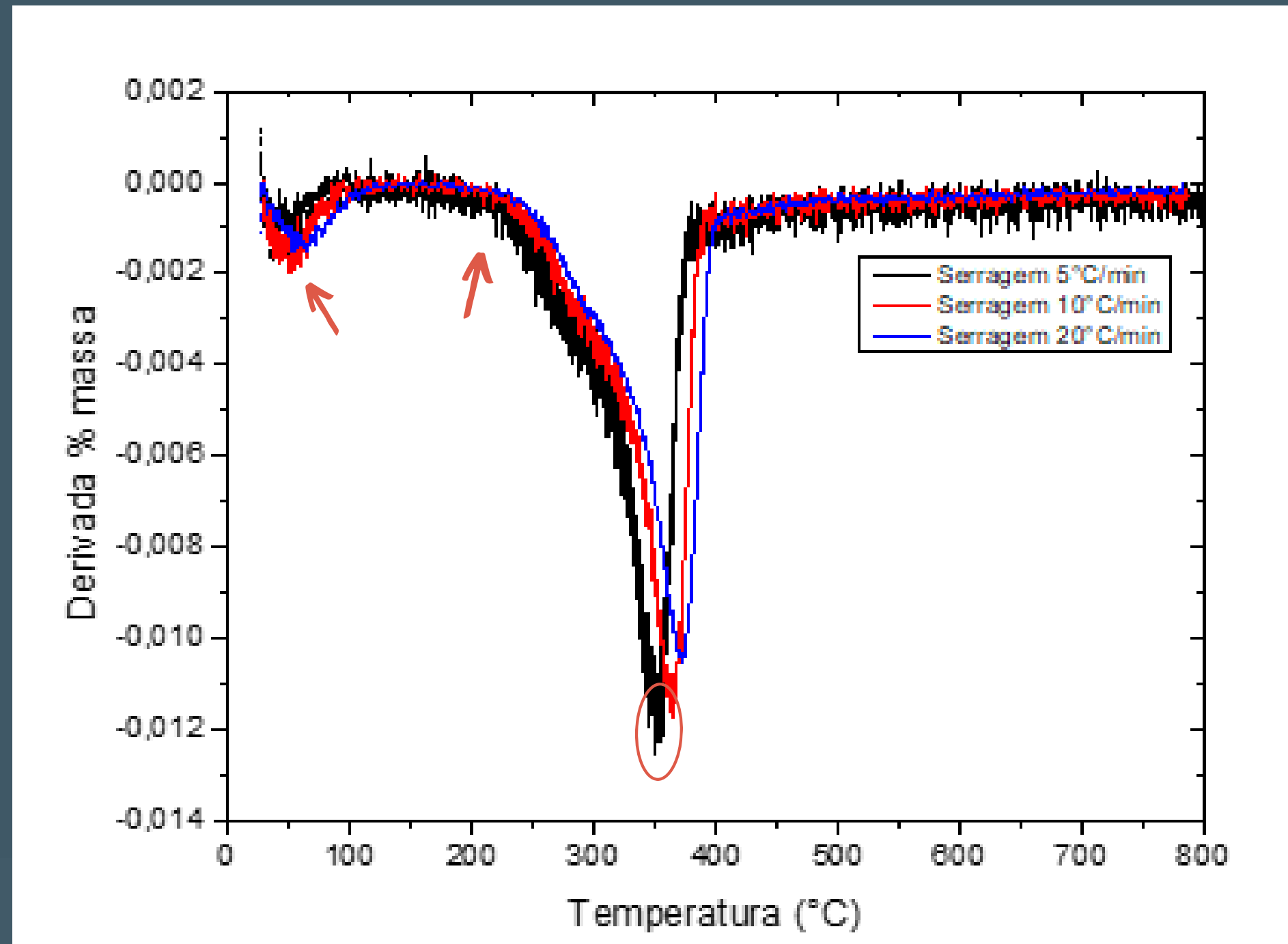


Figura 12. Curvas DTG da **serragem**, com razão de aquecimento de 5,10 e 15 °C min até 800 °C em atmosfera inerte
A Autora (2021)

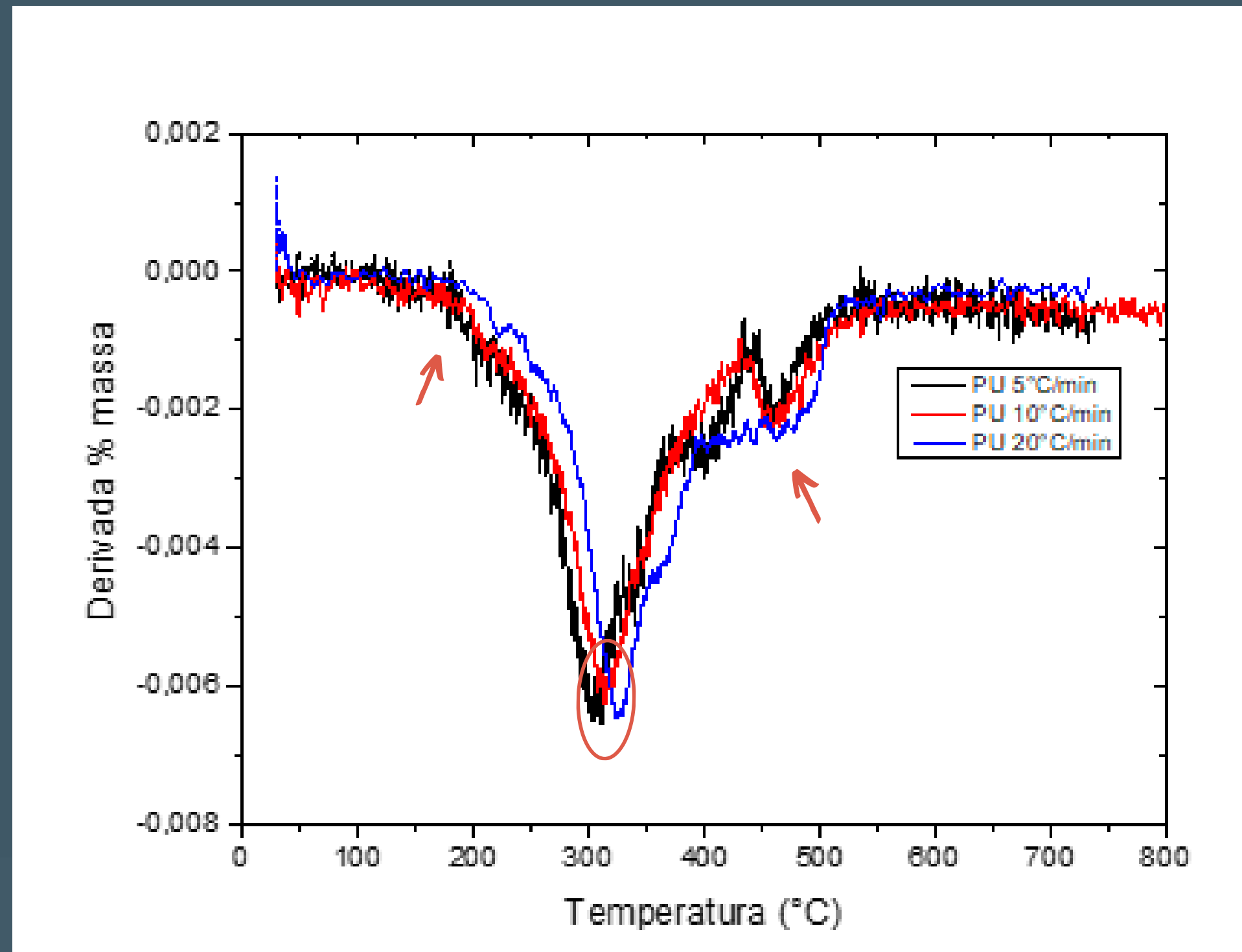


Figura 13. Curvas DTG do **PU**, com razão de aquecimento de 5,10 e 15 °C min até 800 °C em atmosfera inerte
A Autora (2021)

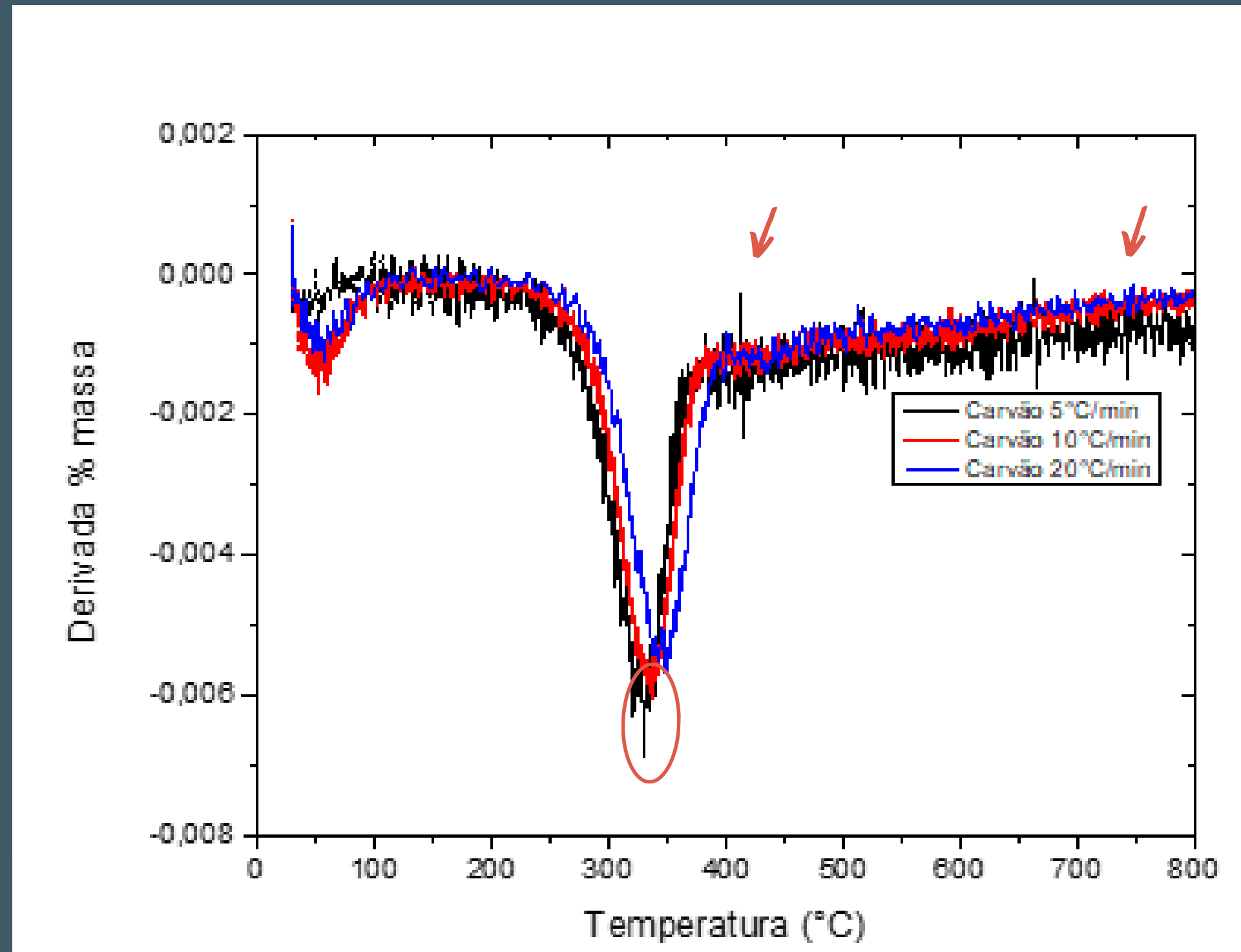


Figura 14. Curvas DTG do **carvão** com razão de aquecimento de 5,10 e 15 °C min até 800 °C em atmosfera inerte
A Autora (2021)

Resultados e Discussão - Análise de Termodegradação dos Materiais

27/47

Material	Perda de Massa (Temperatura em Kelvin)
Serragem	373
Parcial da Hemicelulose	
Celulose e Lignina em 40% da perda de massa	Após 500
Fração final da Celulose, Lignina e Carvão residual em 80% da perda de massa	650

Tabela 1. Comparativo de perdas de massa entre os materiais

Fonte: A Autora (2021)

Material	Perda de Massa (Temperatura em Kelvin)
Celulose	595,17
Sisal	575,15
Noz de Macadâmia	473,15
Cana-de Açúcar	523,15
Palha de Trigo	556,15

Tabela 2. Comparativo de perdas de massa entre os materiais

Fonte: SILVA, 2018; PAULA, 2011; REIS;PEREIRA;MULINARI, 2013)

Material	Perda de Massa (Temperatura em Kelvin)
PU	500
Diversas perdas de massa	
Segunda degradação	650
Terceira degradação	750

Tabela 3. Comparativo de perdas de massa entre os materiais

Fonte: SILVA, 2018; PAULA, 2011; REIS;PEREIRA;MULINARI, 2013)

Resultados e Discussão - Parâmetros físico-químicos da termodegradação

28/47

Serragem	
Conversão	Energia de Ativação (kJ.mol ⁻¹)
20%	192,85
30%	257,07
40%	296,99
50%	303,93
60%	309,27
70%	352,67

PU	
Conversão	Energia de Ativação (kJ.mol ⁻¹)
20%	123,62
30%	156,59
40%	178,94
50%	202,42
60%	210,63

Tabela 4 Energias de Ativação da Serragem e do PU
Fonte: A Autora (2021)

COMPARAÇÃO ENTRE ENERGIAS DE ATIVAÇÃO (Ea)	
Biomassa	Ea - kJ.mol⁻¹
Casca de Soja	Ea = 133,27
Bagaço de Mandioca	Ea = 144,31

Serragem	
	Energia de Ativação (kJ.mol⁻¹)
Conversão	
50%	Ea = 303,93

PU	
	Energia de Ativação (kJ.mol⁻¹)
Conversão	
50%	Ea = 202,42

Tabela 5. Taxa de Ea.

Fonte: SILVA, 2017; ZANATA, 2012; SILVA et al (2021)

Resultados e Discussão - Parâmetros físico-químicos da termodegradação

30/47

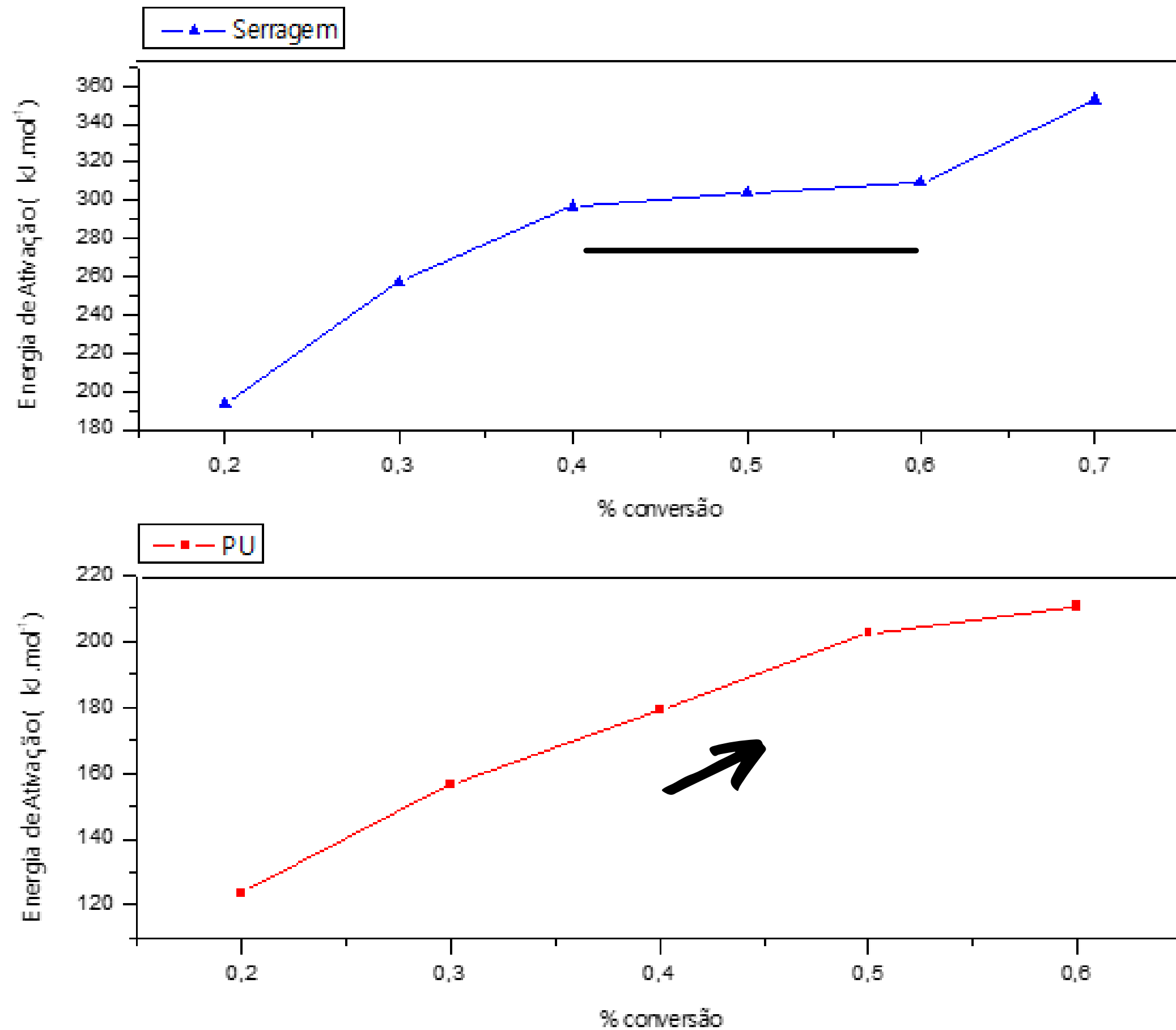


Figura 15 Mudanças observadas na energia de ativação da biomassa e do PU analisadas sob atmosfera inerte durante o processo de perda de massa
Fonte: A Autora (2021)

Materiais analisados	E_a (kJ mol ⁻¹)	A (s ⁻¹)	ΔH° (kJ mol ⁻¹)	ΔG° (kJ mol ⁻¹)	ΔS° (J mol ⁻¹)	Fonte
Serragem	303,93	1,04+23	298,6	183,6	-179,31	neste trabalho
PU	202,42	1,20 E+16	197,5	170,27	-46,0	neste trabalho
Casca de Laranja	92,6	1,47 E+7	87,63	161,62	-121,7	Santos e Morais (2015)

Tabela 6. Parâmetros termodinâmicos da casca seca de laranja, serragem e PU, sob atmosfera inerte no ponto de conversão de 50%
A Autora (2021).

Resultados e Discussão - Ensaio de Destoxificação - CURVA DE CALIBRAÇÃO ESPECTROFOTOMÉTRICA

32/47

- **A aplicação do método dos mínimos quadrados permitiu a obtenção da curva de calibração, com $R^2=0,9941$**

Uma vez validada a Curva de Calibração, a determinação da concentração de fenol (C) é função da absorbância (A) conforme a equação:

$$C = (A - 0,0148 / 11,302)$$

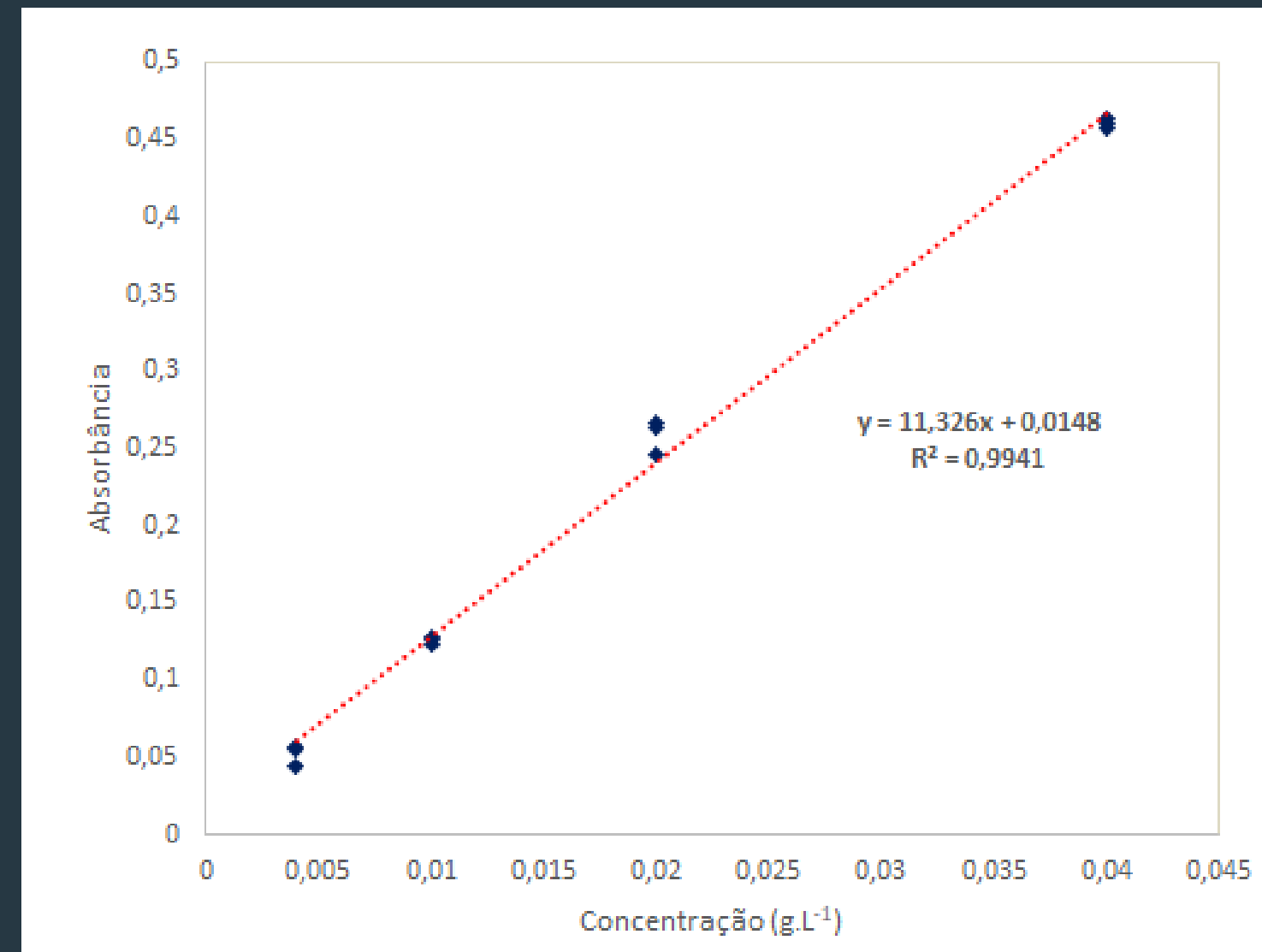
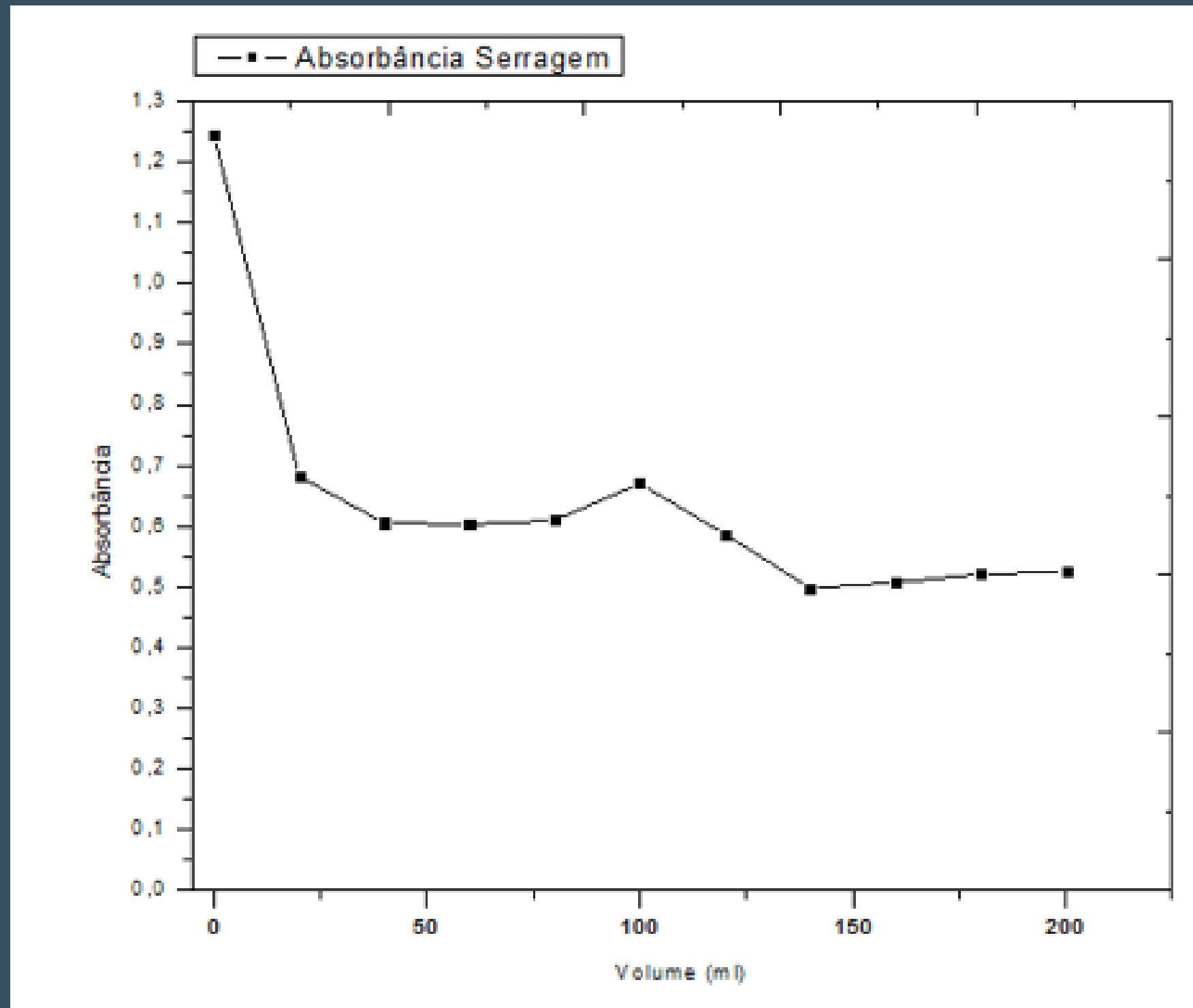


Figura 16. Curva de calibração espectrofotométrica a 280 nm das soluções de fenol. Fonte: A Autora (2021)



Concentração inicial de fenol de 1,0 g.L⁻¹.

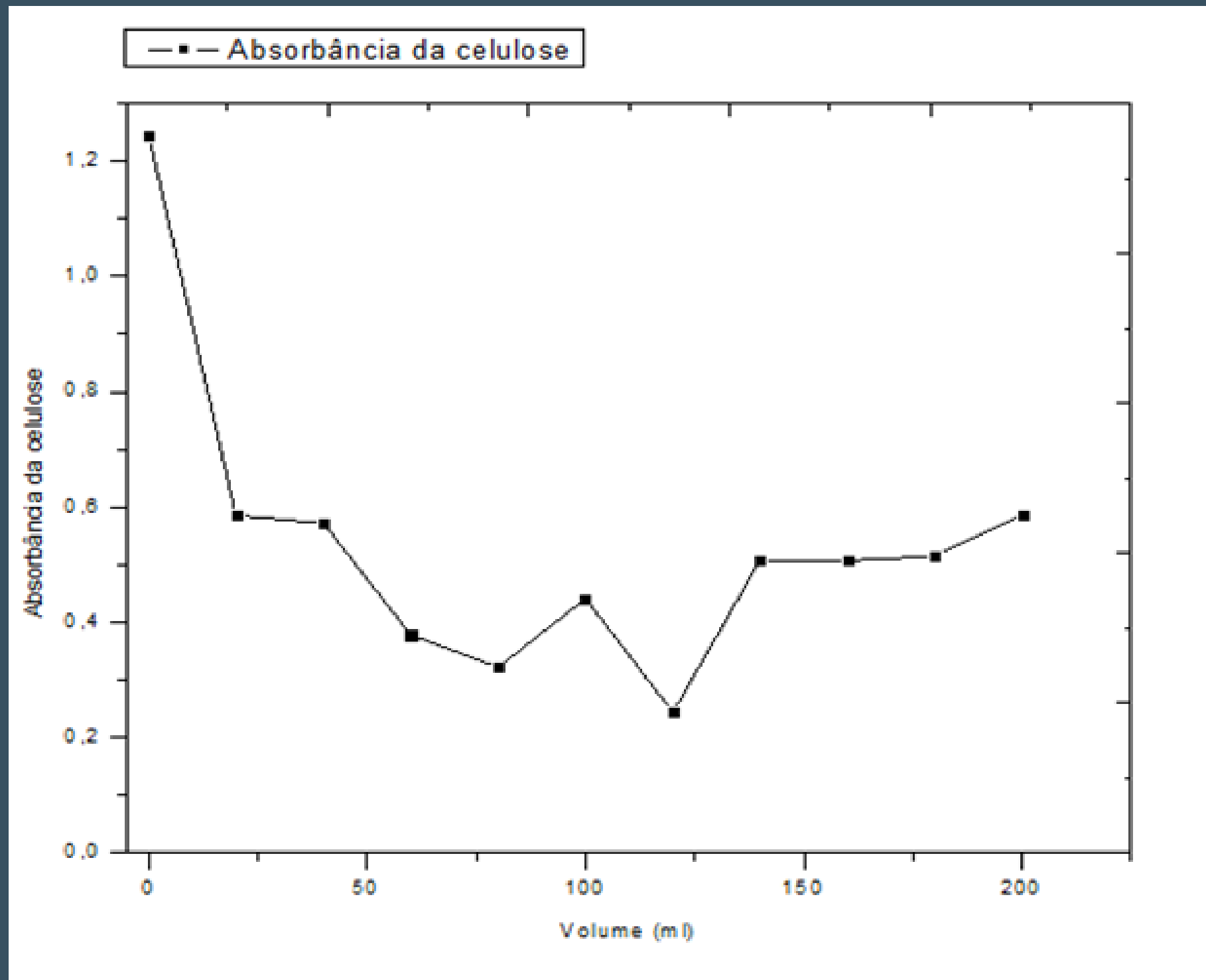
Foram atingidos valores de absorbância da ordem de 0,5, o que

representa, segundo a curva de calibração, uma concentração de **0,042 g.L⁻¹**, indicando, dentro das condições testadas, uma eficiência de remoção

de fenol **de 0,958 g.L⁻¹, ou 95,8%.**

Figura 17. Comportamento de adsorção de fenol – Serragem.

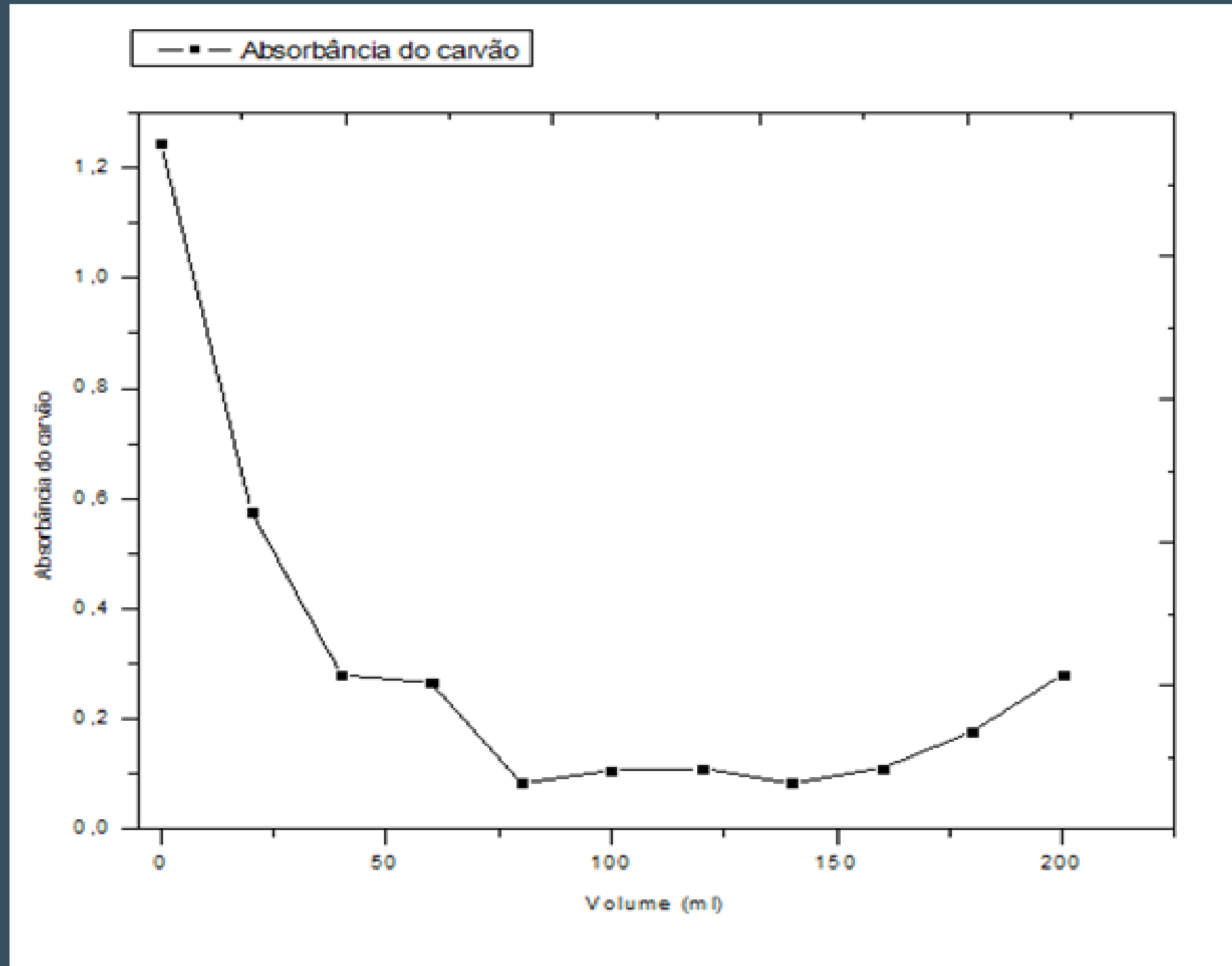
Fonte: A Autora (2021)



A Celulose apresentou valores de absorbância que oscilaram entre **0,25 (0,02 g.L⁻¹)** à **0,6 (0,05 g.L⁻¹)**, podendo-se admitir que a eficiência de remoção de fenol pela celulose microcristalina é de no mínimo **0,95 g.L⁻¹** ou **95%**.

Figura 18. Comportamento de adsorção de fenol
– **Celulose.**

Fonte: A Autora (2021)

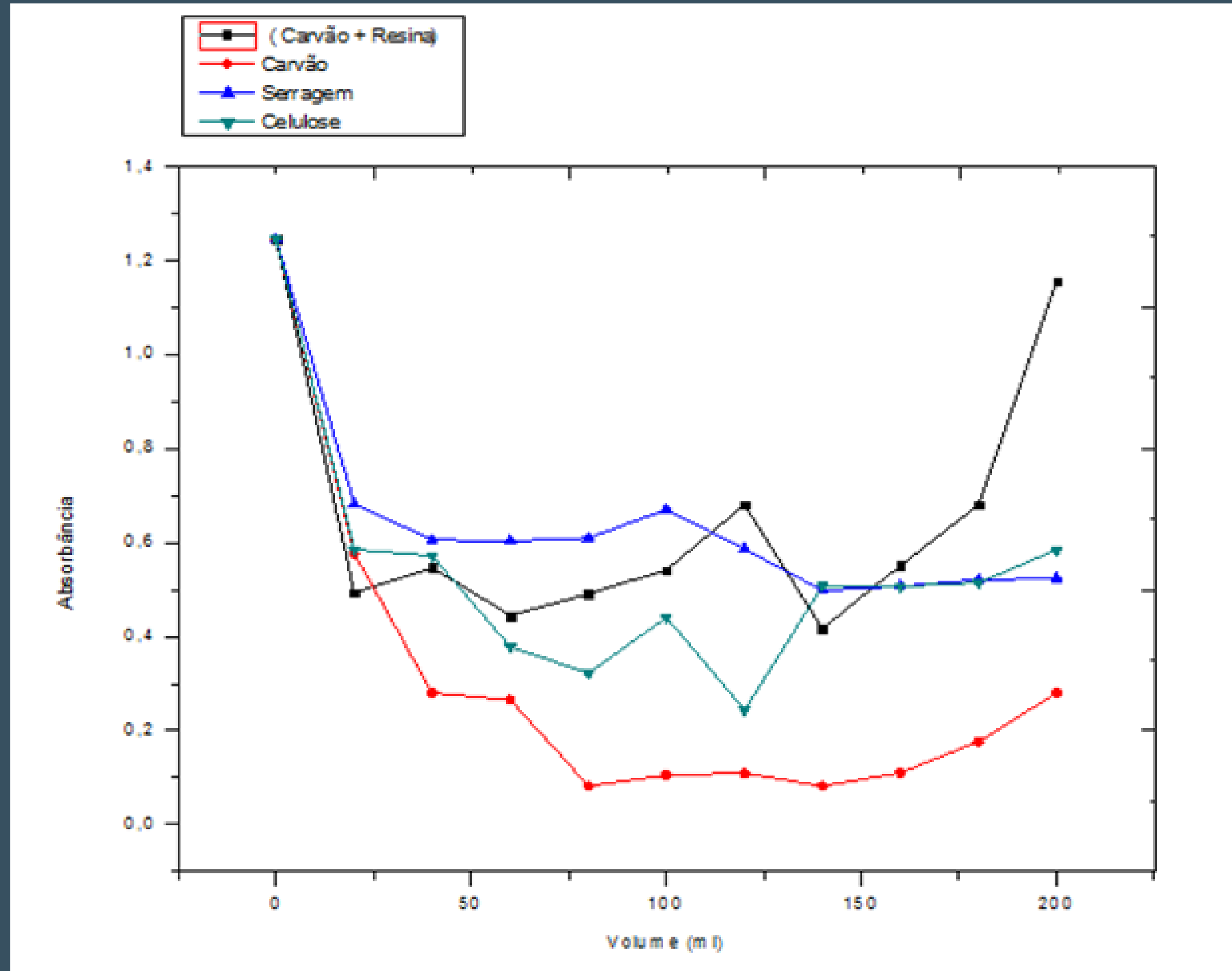


No caso do Carvão, os percolados apresentaram absorbâncias entre **0,1 e 0,3**, o que representa, respectivamente, **0,008 g.L⁻¹ e 0,025 g.L⁻¹**. Sendo assim, nas condições testadas, a eficiência de adsorção foi de, no mínimo, **0,975 g.L⁻¹ ou 97,5%**.

Figura 19. Comportamento de adsorção de fenol
- Carvão.

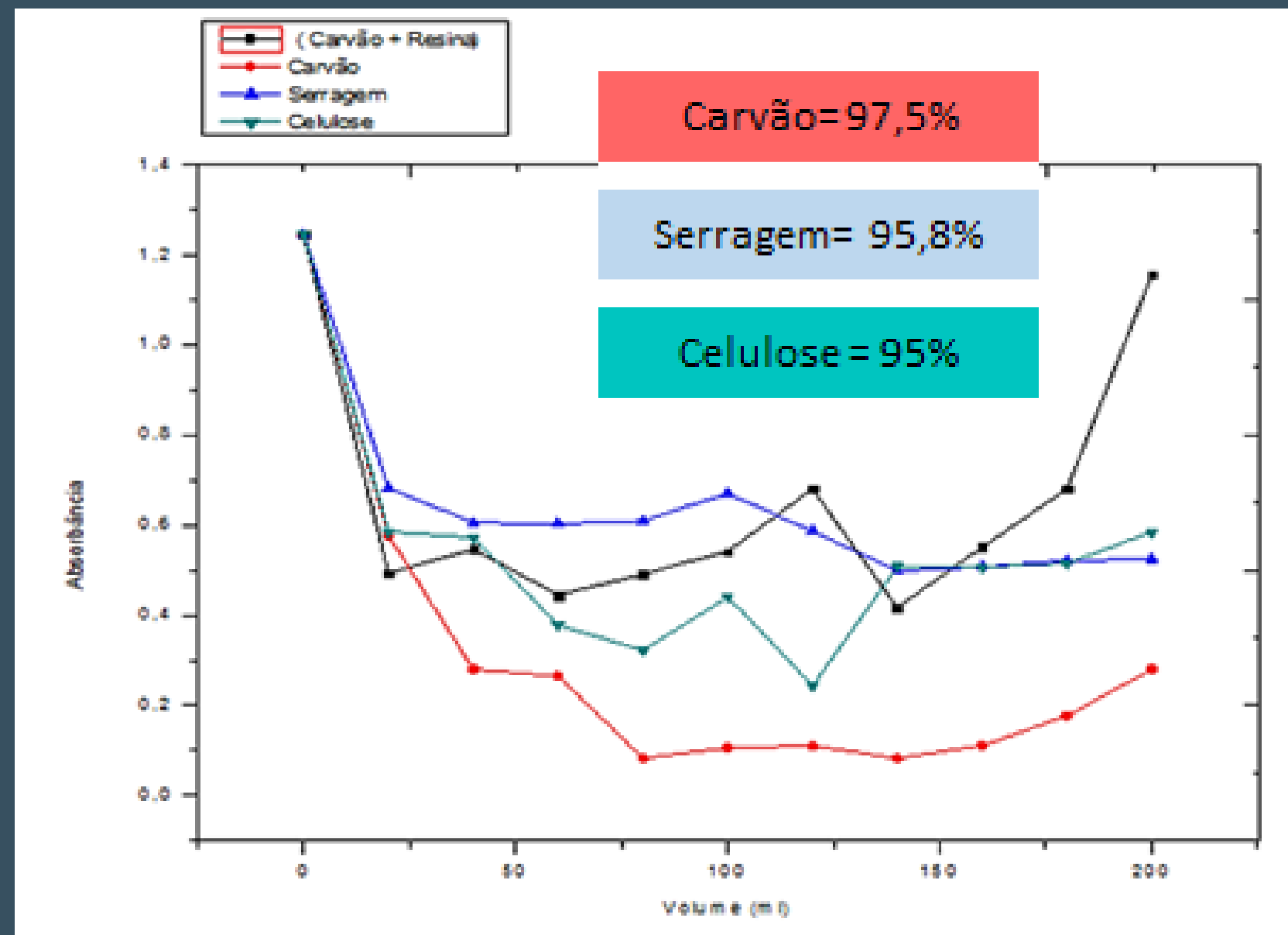
Fonte: A Autora (2021)

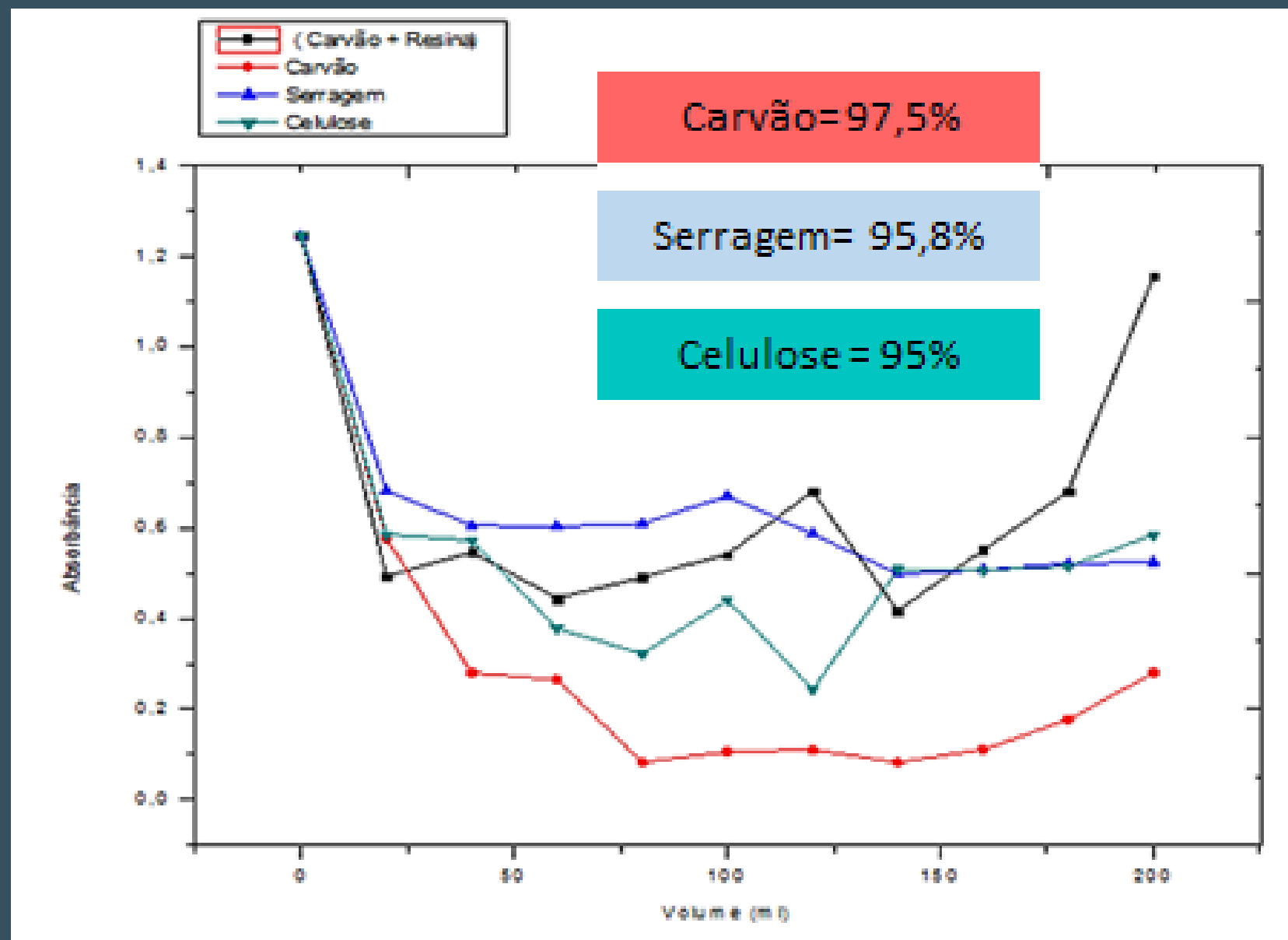
Figura 20. Comparação do comportamento de adsorção de fenol por diversos materiais testados
A Autora (2021)



Ferraz (2010):

- Alteração de pH acoplado a adsorção em carvão ativo - apresentou redução tanto das massas de açúcares, quanto dos compostos inibidores presentes no hidrolizado. **Remoção de 82%** dos inibidores derivados de lignina e degradação de açúcares;
- Resinas de troca iônica (A-860S) - **redução** de compostos inibidores em **49,52%**, entretanto promoveu uma **perda na concentração de açúcares em 39,15%**.
- Extração líquido/líquido com interface imobilizada em membranas de fibra oca - **obteve 46% de remoção.**





Fonseca (2009):

Utilização das leveduras *Issatchenkia occidentalis* e *Issatchenkia orientalis* reduziram 62% dos furanos em 24h chegando à remoção total após 48h.

- Foi possível produzir um produto semelhante ao carvão vegetal após tratamento térmico de 280 °C na serragem;
- A análise térmica dos materiais (serragem e PU) permitiu um comparativo em que os valores obtidos pelos ensaios de TGA, (figura 15), apresentaram melhor resultado da biomassa em relação ao PU, sofrendo menos perda de massa em temperaturas semelhantes, assim, a biomassa atendeu uma escala maior de temperaturas de trabalho;
- Os padrões termodinâmicos, reafirmaram a melhor eficiência da biomassa sobre o PU, com uma organização estrutural capaz de promover melhor adsorção do fenol devido melhores interações das cadeias;
- Os materiais avaliados (serragem, celulose e carvão,) apresentaram-se eficientes na remoção de fenol, atingindo valores de no mínimo 95,8% ; 95% e no mínimo 97,5%; respectivamente

Trabalhos Futuros:

- Novas Formas de Adsorção de Compostos Aromáticos nas Águas;
- Novas Metodologias para Etanol 2G,
- Viabilidade da Implementação dos Filtros Estudados no Âmbito Industrial, Ressaltando Custo X Benefício de Ambos.





Mérito Acadêmico - UNIFOA







Mérito Acadêmico - UNIFOA







Melhores Trabalhos - UNIFOA

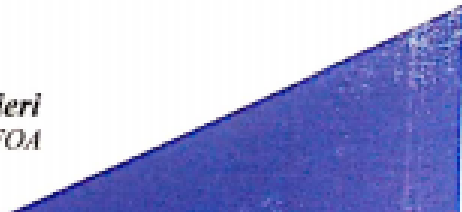


Conferimos aos participantes **Cyntia Espositi Veloso Machado, Franciele Cardoso Senhorinho Rabelo, Iúle Linhares Fontes Azevedo, Bruno Chaboli Gambarato**, o certificado como reconhecimento pelo melhor trabalho na categoria Resumo na área. Ciências Exatas e Engenharias inscrito no XII Colóquio Técnico-Científico e IV Encontro de Extensão do UniFOA, promovido pelo Centro Universitário de Volta Redonda – UniFOA, nos dias 23, 24 e 25 de outubro de 2018, na qualidade de autor(es) e co-autor(es) do trabalho **“Utilização de espuma de poliuretano para descontaminação de águas contendo compostos fenólicos”**.

Volta Redonda, 25 de outubro 2018.


Alden dos Santos Neves
Pró-reitor de Pesquisa e Pós-graduação


Otávio Barreiros Mithidieri
Pró-reitor de Extensão - UniFOA





151

Recebido em 12/2019. Aceito para publicação em 01/2020.

DESENVOLVIMENTO DE PRODUTO ECOLÓGICO NA ÁREA DE METALURGIA EXTRATIVA COMO COMPONENTE DA CARGA DE ALTO-FORNO

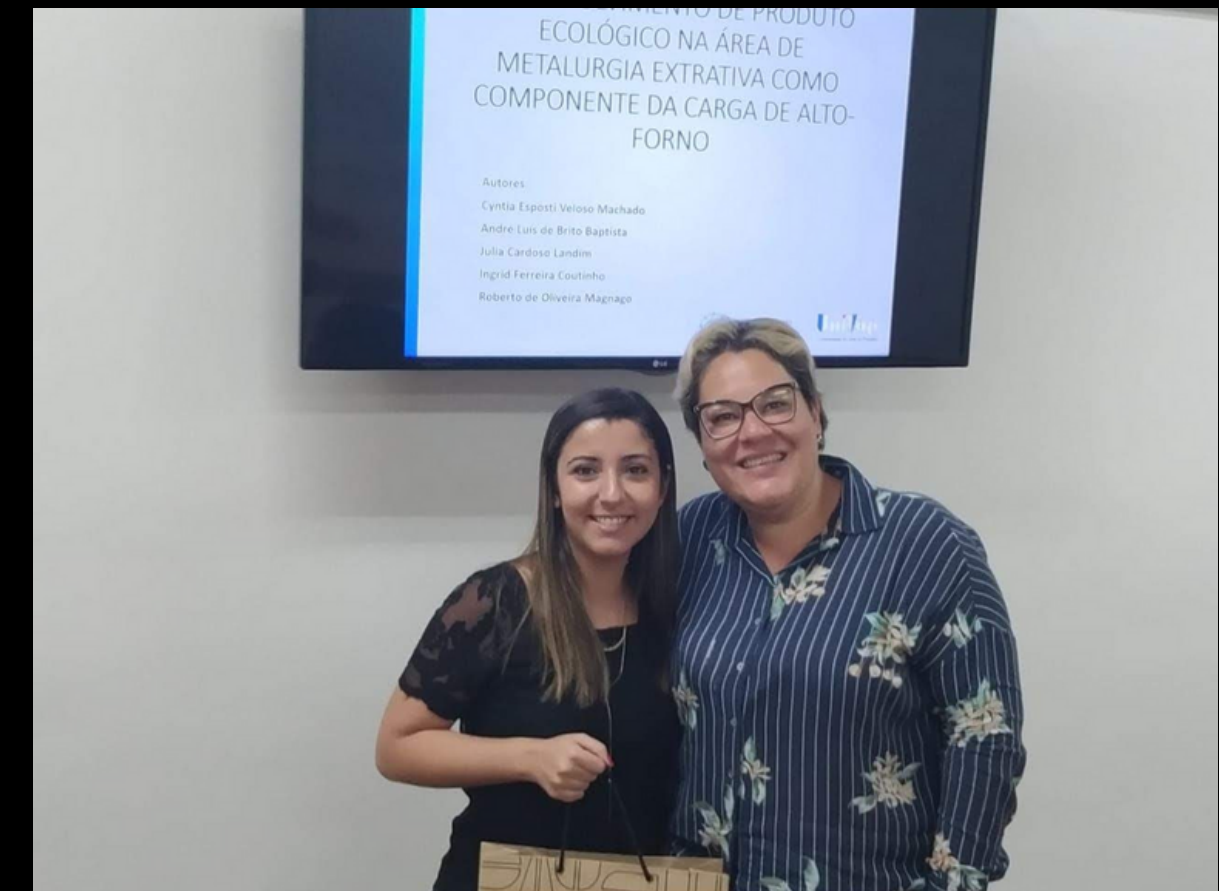
DEVELOPMENT OF AN ECOLOGICAL PRODUCT IN THE FIELD OF EXTRACTIVE METALURGY AS A COMPONENT OF HIGH-OVEN LOAD

Cyntia Esposti Veloso Machado¹
André Luís de Brito Baptista²
Julia Cardoso Landim³
Ingrid Ferreira Coutinho⁴
Roberto de Oliveira Magnago⁵

Resumo: O presente trabalho destaca a aquisição de pelotas autofundantes na forma de briquetes consolidados a frio, utilizando para isto uma mistura fina de minério de ferro e manganês, CaO, CaCO₃, dolomita, carvão e coque, aglomerados com escória de processo da refinação de aço de Tipo MRPL (Processo de Refino de Metal por Lance) como matéria-prima. Os resultados indicam que é possível produzir um aglomerado, com todos os resíduos gerados nas siderúrgicas integradas, pressionando e sujeitos a cura natural sem umidificação; A escória pode ser usada como um aglutinante, levando o briquete para apresentar uma resistência à compressão acima de 160 MPa, de acordo com os métodos ASTM C496 e ABNT 7222. Essa resistência é comparável ao valor do pellet e coque queimados. Essa qualidade permite ser carregada em um alto-forno grande e em outros equipamentos similares. Conclui-se que a briquetagem utilizando como ligante a escória de aço, permite atingir uma mistura de finos descartados.

Palavras-chave: Briquetagem; briquete; auto-aglomerado; reciclagem.

Abstract: The present work highlights the acquisition of self-deepening pellets in the form of cold consolidated briquettes, using for this purpose a fine mixture of iron and manganese ore, CaO, CaCO₃, dolomite, coal and coke, agglomerated with slag from the refining steel Type MRPL (Bid Metal Refining Process) as raw material. The results indicate that it is possible to produce a cluster with all the waste



Melhores Trabalhos - UNIFATEA

EIC 2019

Bioeconomia: Diversidade e Riqueza
para o Desenvolvimento Sustentável.

Certificamos que

DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA EM REFLUXO PARA RECUPERAÇÃO DA ÁGUA DE DESCARTE PROVENIENTE DE DESTILADOR, sob autoria de **Cyntia Esposti Veloso Machado, Anderson Gomes e Roberto de Oliveira Magnago**, foi selecionado como um dos **Melhores Trabalhos** do XVI Encontro de Iniciação Científica, XIV Mostra de Pós Graduação e VI Mostra de Extensão do Centro Universitário Teresa D'Ávila – UNIFATEA.



Prof. Dr. Wellington de Oliveira
Reitor UNIFATEA



Prof. Dr. Rosinei Batista Ribeiro
Pró-Reitor de Pesquisa, Pós-Graduação e Extensão



Convite para Palestra - Semana da Biologia Consórcio CEDERJ - UFRJ



Fundação
CECIERJ



CENTRO DE EDUCAÇÃO SUPERIOR A DISTÂNCIA DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO
POLO PROF. DARCY RIBEIRO – VOLTA REDONDA, RJ

VIII SEMANA DA BIOLOGIA

CERTIFICADO

Certificamos e agradecemos
CYNTIA ESPOSTI VELOSO MACHADO
por participar da VIII Semana da Biologia do Polo CEDERJ de Volta Redonda, ofertando a Palestra: “Avaliação da toxicidade do extrato fenólico utilizando o *Dendrocephalus brasiliensis*, Pesta 1921 (Crustacea: Anostraca) como organismo teste”, realizada no dia 28/09/2019.

Volta Redonda, 28 de Setembro de 2019.

Vanessa Eugênia Teixeira dos Santos
Vanessa Eugênia Teixeira dos Santos
Mediadora Coord. do Curso de Licenciatura em Ciências Biológicas e Coordenadora do Evento

Neusa Magaly C. Gonçalves
Neusa Magaly C. Gonçalves
Diretora do Polo

Jeferson de Paula Miranda
Jeferson de Paula Miranda
Biólogo e Aluno Coordenador do Evento

Apelo




Convite 10 a 14 de Abril

SEMANA DA Biologia
A Vida está em todo lugar!



Horário: 18h as 23h

Responsável pelo CEDERJ/VR:
Neusa Magaly de Carvalho Gonçalves

Organização: Coordenadora e Alunos do Curso de Ciências Biológicas

Realização: Polo Darcy Ribeiro
Rua 539, s/n, Jd. Paraíba - Volta Redonda

PATROCINADORES



Agradecimentos:

- **Equipe do Centro de Ciência da Saúde – CCS**
- **(Centro Universitário de Volta Redonda, Campus Três Poços, Volta Redonda – RJ)**
- **Equipe do Centro Integrado de Tecnologia – CIT (Centro Universitário de Volta Redonda, Campus Três Poços, Volta Redonda – RJ)**
- **Universidade Federal Fluminense – UFF (Vila Santa Cecília, Volta Redonda – RJ)**



Obrigada!

47/47

**“Aprender a partir de ontem, viver para hoje, esperança do amanhã.
O mais importante é não parar de fazer perguntas.”**

Albert Einstein

**cyntiaesposti@hotmail.com;
<http://lattes.cnpq.br/4790485433741364>
<https://orcid.org/0000-0002-2856-8998>**

