



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”**

Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira

JAIME ORTIZ RODRIGUEZ

**DETERMINAÇÃO DA POTENCIALIDADE DE BIOADSORÇÃO DO
BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR NA REMOÇÃO DE ÓLEOS E
GRAXAS DE EFLUENTE SINTÉTICO**

ILHA SOLTEIRA

2017

JAIME ORTIZ RODRIGUEZ

**DETERMINAÇÃO DA POTENCIALIDADE DE BIOADSORÇÃO DO
BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR NA REMOÇÃO DE ÓLEOS E
GRAXAS DE EFLUENTE SINTÉTICO**

Dissertação apresentada à Faculdade de
Engenharia – UNESP – Campus de Ilha
Solteira, para obtenção do título de Mestre em
Engenharia Civil. Área de Conhecimento:
Recursos Hídricos e Tecnologias Ambientais.

Prof. Dr. Tsunao Matsumoto
Orientador

ILHA SOLTEIRA
2017

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

O775d Ortiz Rodriguez, Jaime.
Determinação da potencialidade de bioadsorção do bagaço de cana-de-açúcar na remoção de óleos e graxas de efluente sintético / Jaime Ortiz Rodriguez. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2017
98 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Recursos Hídricos e Tecnologias Ambientais, 2017

Orientador: Tsunao Matsumoto
Inclui bibliografia

1. Bioadsorção. 2. Biomassa. 3. Batelada. 4. Leito fixo. 5. *Saccharum officinarum*.


Raiane da Silva Santos



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Ilha Solteira

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: DETERMINAÇÃO DA POTENCIALIDADE DE BIOADSORÇÃO DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR (SACHARUM OFFICINARUM) NA REMOÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS DE EFLUENTES SINTÉTICO

AUTOR: JAIME ORTIZ RODRIGUEZ

ORIENTADOR: TSUNAO MATSUMOTO

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em ENGENHARIA CIVIL, área: RECURSOS HÍDRICOS E TECNOLOGIAS AMBIENTAIS pela Comissão Examinadora:

Prof. Dr. TSUNAO MATSUMOTO
Departamento de Engenharia Civil / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira

Dr. WILLIAM DEODATO ISIQUE
Departamento de Engenharia Civil / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira

Prof. Dr. ORLANDO DE CARVALHO JUNIOR
Câmpus de Londrina / Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Ilha Solteira, 31 de outubro de 2017

DEDICO

Na memória de meus amados pais Jesus e Alicia, a Ivan Andrés, meu caro sobrinho e também a Hermanos e família. Que Deus abençoe sempre.

AGRADECIMENTOS

A meu Deus, por ficar em tudo momento, com bênçãos e conselhos, por brindar a minha vida a razão e guia para existir, e por fazer a estadia no Brasil no ciclo de ensino, cheia de alegria e experiências positivas.

Também expresso meus agradecimentos a toda as pessoas vinculadas à UNESP e ao desenvolvimento da pesquisa, sua colaboração e entrega pessoal em cada momento em seu trabalho e propósito desinteressado pela ajuda brindada.

Ao Dr. Professor Tsunao Matsumoto, por sua categoria como pessoa e profissional sem a qual este trabalho de pesquisa não seria realizado.

Ao meu caro sobrinho Ivan Andrés, por sua capacidade como homem e como engenheiro e seu apoio à realização desta pesquisa.

“A única forma de chegar ao impossível,
É acreditar que é possível.

”

Lewis Carol – Alice no País das Maravilhas

“Entrega o teu caminho ao Senhor, confia nele, e ele tudo fará”

Salmo 37:5

RESUMO

ORTIZ R. J. Determinação da potencialidade de bioadsorção do bagaço de cana-de-açúcar na remoção de óleos e graxas de efluente sintético. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”. Ilha Solteira, 2017, 98p.

O crescimento do setor sucroalcooleiro tem potencializado a geração de grandes quantidades do resíduo de cana-de-açúcar (bagaço), fato que tem incentivado as pesquisas de novas alternativas para sua aplicação. Este trabalho teve como objetivo a utilização do resíduo da biomassa, obtida de uma usina sucroalcooleira do estado de São Paulo (SP); avaliando sua granulometria após pré-tratamento (peneira grosseira), passando por peneiras padronizadas da série Tyler com aberturas correspondentes aos diâmetros médios de: 1,40mm, 1,19mm, 1,00mm e 0,85mm, o material bioadsorvente alternativo para remoção de óleos e graxas (O & G) proveniente de processamento de alimentos. Estudos realizados consideram como contaminante de difícil remoção, devido a sua solubilidade, pois estão presentes na suspensão de compostos orgânicos das águas residuárias domésticas, como ésteres de alto peso molecular, formados a partir de ácidos graxos de cadeia longa e glicerol. Os melhores resultados e condições operacionais que foram obtidas para a bioadsorção por bagaço de cana-de-açúcar destes O & G em ensaios em batelada, teve a finalidade detestar os mesmos em ensaio em coluna de leito fixo. O melhor resultado obtido entre as granulometrias do bagaço de cana-de-açúcar testadas para bioadsorção foi com diâmetro de 1,4mm. O experimento que determinou a influência da dosagem, de 0,5 a 5,0g, do bioadsorvente, bagaço de cana-de-açúcar, foi realizado com pH ácido em torno de 4 e 25°C (temperatura ambiente) com concentração inicial de O & G em solução oleosa aquosa sintética de $0,057\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$, no qual a porcentagem de remoção aumentou com a quantidade de adsorvente até 5,0g. Por outro lado o equilíbrio da capacidade de adsorção decresceu com a quantidade de adsorvente até $0,0028\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$. O resultado da isoterma em concentração de equilíbrio (C_e) de O & G com material bioadsorvente bagaço de cana-de-açúcar, com granulometria 1,4 mm, foi obtido a capacidade de adsorção do adsorvente (q_e) de $0,00225\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$. A interpretação dos resultados por meio dos modelos matemáticos de Langmuir e Freundlich, foi a obtenção do melhor coeficiente de correlação $R^2 = 0,988$, coeficiente de separação $R_L = 0,999$ para isoterma do tipo favorável e capacidade máxima de adsorção, ($q_{\text{max}} = 0,10\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ para modelo de Langmuir. Nos ensaios em leito fixo de bagaço de cana-de-açúcar, granulometrias de 1,00 e 0,85mm não demonstraram resultados significativos em testes em coluna de vidro. Para granulometrias de 1,4mm e 1,19mm foram observados, na faixa da fração de concentração de adsorvato (C_e/C_0) de 5% a 95%, valores de ponto de ruptura ao ponto de exaustão. O ensaio em coluna de vidro empacotado com leito fixo bagaço de cana-de-açúcar com granulometria de 1,40mm, apresentou resultados de bioadsorção de O & G no ponto de ruptura (C_b), valores de 46,49min e volume (V_b) de 250mL. O ponto de exaustão (C_x) de 386,40min e volume (V_x) de 1,850mL. Além disto, ensaio realizado em coluna de plástico empacotado com bagaço de cana-de-açúcar com granulometria de 1,4mm; resultou em valores de ponto de ruptura (C_b) de 72min e volume (V_b) 500mL e ponto de exaustão (C_x) de 802,2min e volume (V_x) de 3.000mL. Os resultados obtidos nos ensaios do presente trabalho demonstraram eficiência de remoção de O & G da solução sintética utilizada pelo bagaço da cana-de-açúcar concluindo-se como sendo uma alternativa de tratamento deste resíduo por bioadsorção.

Palavras Chave: Bioadsorção, Biomassa, Batelada, Leito fixo, *Saccharum Officinarum*.

ABSTRACT

Determination of bio adsorption potential of sugarcane bagasse on synthetic oils and greases effluent removal. 2017. 95f. Dissertation (Master), Sao Paulo State University, Ilha Solteira, 2017.

The sugar and alcohol industry plant are rising, this has potentiated to generation of large amounts of sugarcane residue (bagasse), a fact that has encouraged the research of new use options and application. The objective of this research was for use the sugar and alcohol industry plant biomass residue obtained in Sao Paulo State (SP), evaluating its granulometry after pre-treatment (coarse sieving), passing through standard Tyler series sieves with openings corresponding to mesh (1.40mm, 1.19mm, 1.00mm and 0.85mm), as alternative bio-sorbent material for the removal of oils and greases (O & G) from food processing activity. This study carried out for these materials considered as difficult to remove these contaminants because their solubility, as present in organic compounds suspension from domestic wastewater, such as esters of high molecular weight, formed from long chain fatty acids and glycerol. The best results and operational conditions that were obtained for bio-adsorption by sugarcane bagasse of these O & G in batch tests; it had to purpose running them in a fixed bed column test. The best result obtained among the granulometry of the sugarcane bagasse tested for bio-adsorption was with a mesh of 1.4mm. The experiment that determined the influence of the dosage, from 0.5 to 5.0g of the bio-adsorbent (sugarcane bagasse), it was carried out with acid pH at 4 and 25°C (environment temperature) with initial O & G concentration at 0,057gg⁻¹ in synthetic aqueous oily solution, in which the removal percentage increased with the amount of adsorbent up to 5.0g. On the other hand, the adsorption capacity balance decreased with the amount of adsorbent up to 0,0028gg⁻¹. The results of equilibrium isotherm (C_e) of O & G with bio-adsorbent material of sugarcane bagasse, with granulometry of 1.4mm, was obtained the adsorption capacity of the adsorbent (q_e) of 0.00225gg⁻¹. The interpretation of the results using the Langmuir and Freundlich isotherm mathematical models was to obtain the best correlation coefficient R² = 0.988, separation coefficient RL= 0.999 for favorable type isotherm and maximum adsorption capacity, q_{max} = 0.10gg⁻¹ for Langmuir model. In tests on sugarcane bagasse in fixed bed, granulometries of 1.00 and 0.85mm, did not show significant results in glass column test. For granulometry 1.40mm and 1.19mm, 5% to 95% of the adsorbate concentration fraction (C_e/C₀) were observed at the point of rupture to point of exhaustion. The glass column test packed with sugarcane bagasse fixed bed and particle size of 1.4mm, presented O & G biosorption results with rupture point (C_b) values of 46.49min and volume (V_b) of 250mL. The point of exhaustion (C_x) of 386.40min and volume (V_x) of 1.850mL. In addition, a test performed in a plastic column packed with sugarcane bagasse with a particle size of 1.40mm, resulted in values of break point (C_b) were 72min and volume (V_b) of 500mL and point of exhaustion (C_x) of 802.2min and volume (V_x) of 3.000mL. The results obtained in the present research demonstrated O & G removal efficiency from synthetic oily solution by sugarcane bagasse, concluding as an alternative treatment of O & G by bio-adsorption.

Keywords: Bio-adsorption, Biomass, Batch, Fixed bed, *Saccharum Officinarum*

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Reação de Esterificação dos glicerídeos.....	22
Figura 2 - Geração do bagaço de cana-de-açúcar	28
Figura 3 - Solubilização e lavagem de bagaço de cana-de-açúcar	39
Figura 4 - Secagem com exposição ao sol de bagaço de cana-de-açúcar	39
Figura 5 - Ensaio de peneiramento por peneira padronizadas tipos Tyler de bagaço de cana-de-açúcar	40
Figura 6 - Amostras de bagaço de cana-de-açúcar classificadas depois dos ensaios de peneiramento	40
Figura 7 - Aspecto dos ensaios para determinação de massas específicas de bagaço de cana-de-açúcar	40
Figura 8 - Balões volumétricos utilizados no ensaio de determinação de massa específica do bagaço de cana-de-açúcar	40
Figura 9 - Ensaio de pH (pH metro)	41
Figura 10 - Ensaio de DQO (digestor de amostras)	41
Figura 11 - Ensaio para quantificação de Ó & G (Soxhlet)	41
Figura 12 - Ensaio para quantificação de sólidos totais (banho maria)	41
Figura 13 - Massas de bagaço de cana-de-açúcar por pesagem em cápsulas.....	43
Figura 14 - Frascos com solução sintética e bagaço de cana-de-açúcar.....	43
Figura 15 - Aspecto dos ensaios em mesa agitadora com soluções sintéticas e massas de bagaço de cana-de-açúcar	44
Figura 16 - Alíquotas de solução sintéticas obtidas em ensaios em batelada	44
Figura 17 - Montagem experimental de coluna de vidro (bureta)	46
Figura 18 - Meio suporte de lã de vidro colocado em coluna de vidro (bureta)	46
Figura 19 - Meio suporte de areia colocado em coluna de plástico (PVC)	46
Figura 20 - Piezômetros colocados em coluna plástica (PVC)	46
Figura 21 - Meio filtrante de bagaço de cana-de-açúcar colocado na coluna de plástico (PVC)	46
Figura 22 - Medição da altura do meio filtrante de bagaço-de-cana-de-açúcar colocado na coluna plástica (PVC)	46
Figura 23 - Meio filtrante de bagaço-de-cana-de-açúcar moldada na coluna de plástico (PVC)	47

Figura 24 - Montagem experimental de coluna de plástico (PVC)	47
Figura 25 - Fração mássica obtida do bagaço de cana-de-açúcar	49
Figura 26 - Variação de massa específica por granulometria de bagaço de cana-de-açúcar.....	51
Figura 27 - Resultado O&G obtidos em amostras de esgoto doméstico.....	51
Figura 28 - Resultados de pH obtidos em coletas de esgoto doméstico.....	52
Figura 29 - Resultados de DQO média obtidos em coleta de esgoto doméstico.....	53
Figura 30 - Resultados de Sólidos Totais obtidos em coletas de esgoto doméstico.....	54
Figura 31 - Resultados de Sólidos Totais Suspensos obtidos em coletas de esgoto doméstico.....	55
Figura 32 - Variação da Bioadsorção em diferentes granulometrias de bagaço de cana-de-açúcar	56
Figura 33 – Variação da Bioadsorção por dosagem de bagaço de cana-de-açúcar	57
Figura 34 – Isoterma de adsorção do bagaço de cana-de-açúcar	58
Figura 35 – Isoterma de adsorção pelo modelo de Langmuir	59
Figura 36 – Isoterma de adsorção pelo modelo de Freundlich.....	59
Figura 37 - Curvas de ruptura de bioadsorção em leito fixo com bagaço.....	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Lista de ensaios realizados para caracterização de esgoto doméstico.....	41
Tabela 2 - Parâmetros dos ensaios de leito fixo com bagaço de cana-de-açúcar	44
Tabela 3 - Resultado de ensaio granulométrico de bagaço de cana-de-açúcar	48
Tabela 4 - Resultado do ensaio por balão volumétrico com bagaço de cana-de-açúcar.....	49
Tabela 5 - Resultados quantidade de O & G determinados por Soxhlet	51
Tabela 6 - Resultado de pH e Temperatura obtidos em coletas de esgoto doméstico.....	52
Tabela 7 - Resultado de DQO obtidos em coletas de esgoto doméstico	53
Tabela 8 - Resultados da série sólidos obtidos em coletas de esgoto doméstico	54
Tabela 9 - Resultados por bioadsorção com granulometria de bagaço de cana-de-açúcar.....	56
Tabela 10 - Resultados por dosagem de bagaço de cana-de-açúcar	57
Tabela 11 - Resultados de adsorção pelo bagaço de cana-de-açúcar	58
Tabela 12 - Parâmetros para os modelos matemáticos de Langmuir e Freundlich	58
Tabela 13 - Parâmetros físicos de sistema de colunas de leito fixo com bagaço	60
Tabela 14 – Resultados de bioadsorção em colunas com leito fixo de bagaço	60
Tabela 15 – Resultados de bioadsorção de ensaio em coluna de vidro1	60
Tabela 16 – Resultados de bioadsorção de ensaio em coluna de vidro2	61
Tabela 17 - Resultados de bioadsorção em coluna de plástico3.....	61

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

A	Peso seco do resíduo + cápsula [mg]
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
Abs	Absorbância
AGCL	Ácidos graxos de cadeia longa
AGVs	Ácidos Graxos Voláteis
APHA	Associação Americana de Saúde Pública
ARS	Águas Residuárias de Suinocultura
AWWA	American Water Works Association
B	Peso seco da capsula [mg]; Peso do balão vazio [g]
BET	Método Concepto de Adsorção
C	Peso seco do resíduo capsula e filtro [mg]
Cb	Ponto de traspasse
C _{eq}	Concentração de óleos e graxas no equilíbrio [mgL ⁻¹]
C _f	Concentração final
C _i	Concentração inicial
cm	Centímetro
cm ³	Centímetro cúbico
C _x	Tempo de exaustão
C ₀	Concentração inicial da solução oleosa
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
°C	Grau Celsius
d _L	Diâmetro da coluna
D ₁	Densidade do liquido de teste [g/cm ³]
D	Peso seco da capsula e filtro [mg]
DAER/RS-EL	Departamento Autônomo de Estradas de Rodagem
DBO ₅	Demanda Biológica de Oxigênio
dm	Decímetro
$\overline{D_{pi}}$	Diâmetro médio
DQO	Demanda Química de Oxigênio
E	Porosidade do leito
EAA	Espectrofotometria de Adsorção Atômica

E _{fm}	Força eletromotriz
E _s	emf do tampão-padrão
E _x	emf da amostra
F	Faraday; Peso seco do resíduo capsula após a calcinação [mg]
g	Unidade de medida de massa
G	Peso seco do resíduo e capsula e filtro após a calcinação [mg]
J	Joules
K _F	Constante de capacidade de adsorção de Freundlich [$\text{g}^{-1}\text{L}^{1/n}$]
K _g	Quilograma
K _L	Const. de interação O & G/bagaço de cana-de-açúcar [Lmg^{-1}]
L	Litro ou comprimento do leito
Log	Logaritmo
m_b	Peso do balão volumétrico vazio
m_{b+1}	Peso do balão volumétrico + líquido de teste
mg	Miligramas
Min	Minutos
mL	Mililitro
mm	Milímetro
m _s	Massa de soluto
Meq	Miliequivalente
Mesh	Medida abertura
M _s	Gramas de Bagaço por tamanho
M ₁₂ :	Massa das partículas retidas na peneira de 12 mesh
M _{1/4} :	Massa das partículas retidas na peneira de 1/4 mesh
M ₄ :	Massa das partículas retidas na peneira de 4 mesh
M ₈ :	Massa das partículas retidas na peneira de 8 mesh
M ₉ :	Massa das partículas retidas na peneira de 9 mesh
M ₁₄ :	Massa das partículas retidas na peneira de 14 mesh
M ₁₆ :	Massa das partículas retidas na peneira de 16 mesh
M ₂₀ :	Massa das partículas retidas na peneira de 20 mesh
n	Exponente de Freundlich é relacionado à heterogeneidade de sólido
nm	Nanômetros

NBR	Normas Técnicas Brasileira
O/A	Solução óleo e água
OD	Oxigênio dissolvido
O & G	Óleos e Graxas
pH	Potencial hidrogeniônico
pH _B	Nominal do tampão-padrão
P	Peso da massa
PVC	Cloreto de Polivinila
PZC	Ponto de Carga Zero
RALF	Reator Anaeróbio de Manto de Lodo e Fluxo Ascendente
rpm	Rotações por minuto
SP	São Paulo
SS	Sólidos Suspensos
ST	Sólidos Totais
STF	Sólidos Totais Fixos
STV	Sólidos Totais Voláteis
SSF	Sólidos Suspensos Fixos
SST	Sólidos Suspensos Totais
SSV	Sólidos Suspensos Voláteis
T	Temperatura
UNESP	Universidade Estadual Paulista
V	Volume
WEF	Water Environmental Federation
ZTM	Zona de Transferência de Massa
1/n	Constante relacionada à heterogeneidade da superfície

LISTA DE SÍMBOLOS

Δx_i	Fração Mássica
$\Delta x_i / \overline{D_{pi}}$	Fração Mássica e o Diâmetro Médio
Ag_2SO_4	Sulfato de Prata
ρ_{ap}	Massa específica aparente
ρ_E	Massa específica no empacotamento
μm	Micrômetros
λ	Lambda
%	Porcentagem
0mV	Isopotencial
Cd	Cadmio
$CdCl_2$	Cloreto de Cadmio
C_{12}	Número de cadeias de carbono
C_{22}	Número de cadeias de carbono
$C_{18:1}$	Ácido graxo
Cl_2	Cloro diatômico
HCl	Ácido Clorídrico
H_2SO_4	Ácido Sulfúrico
H_2O	Água
$HOOC C_6H_4COOK$	Ftalato de hidrogênio de potássio
$K_2Cr_2O_7$	Dicromato de potássio
NaCl	Cloreto de Sódio
Pb	Chumbo
q	Quantidade de adsorvato adsorvido
q_e	Quantidade adsorvida [gg^{-1}]
q_{max}	Quantidade máxima adsorvida [gg^{-1}]
R^2	Coefficientes de Correlação
R_L	Coefficientes de Separação
R	Constante do gás
S	Gradiente de concentração
V_i	Volume inicial
V_f	Volume final

V_i	Volume interno do recipiente [m^3]
V_b	Volume em ponto de traspasse
V_{ap}	Volume das partículas
V_L	Volume da coluna vazia
V_x	Volume em ponto de exaustão
w	Massa conhecida de bioadsorvente
W_{bs}	Peso do recipiente cheio [kg]
W_b	Peso do recipiente vazio [kg]
x_i	Fração Peneirada
y_i	Fração Retida
Z_{ad}	Zona de Adsorção

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
2 OBJETIVO GERAL	21
2.1 OBJETIVOS ESPECIFICOS	21
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
3.1 DEFINIÇÃO E COMPOSIÇÃO DOS ÓLEOS E GRAXAS	22
3.2 DESCARGAS DE ÓLEOS GRAXAS DA PREPARAÇÃO DE ALIMENTOS	23
3.3 IMPACTOS AMBIENTAIS POR CONTAMINAÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS.....	24
3.4 TRATAMENTOS DE EFLUENTES COM CONTEÚDO DE ÓLEOS E GRAXAS	24
3.5 BIOADSORÇÃO DE EFLUENTES COM CONTEÚDO DE ÓLEOS E GRAXAS	27
3.6 ORIGEM E PROPIEDADES DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR.....	30
3.7 BIOADSORÇÃO COM BAGAÇO DA CANA DE AÇÚCAR	28
3.8 ISOTERMAS DE ADSORÇÃO	32
3.8.1 <i>Isoterma de Langmuir</i>	32
3.8.2 <i>Isoterma de Freundlich</i>	34
3.9 ENSAIOS EM BATELADA.....	35
3.10 ENSAIOS EM COLUNA DE LEITO FIXO	36
3.10.1 <i>Curva de ruptura (breaktrought)</i>	36
4 MATERIAS E METODOS.....	38
4.1 CARACTERIZAÇÃO DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR.....	39
4.1.1 <i>Pré- tratamento do bagaço de cana-de-açúcar</i>	39
4.1.2 <i>Seleção granulométrica do bagaço de cana-de-açúcar</i>	39
4.1.3 <i>Determinação das massas específicas do bagaço de cana-de-açúcar</i>	40
4.2 CARACTERIZAÇÃO DO ESGOTO DOMESTICO	41
4.3 ENSAIOS EM BATELADA.....	42
4.3.1 <i>Teste de bioadsorção por tamanho de bagaço de cana-de-açúcar</i>	42
4.3.2 <i>Teste de bioadsorção de efeito da dosagem de bagaço de cana-de-açúcar</i>	42
4.3.3 <i>Teste do equilíbrio de bioadsorção por bagaço de cana-de-açúcar</i>	43
4.4 ENSAIOS EM COLUNA DE LEITO FIXO	44
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48
5.1 CARACTERIZAÇÃO DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR.....	48

<i>5.1.1 Ensaio granulométrico do bagaço de cana-de-açúcar</i>	48
<i>5.1.2 Massas específicas absoluta e aparente do bagaço de cana-de-açúcar</i>	49
5.2 ANÁLISES PARA CARACTERIZAÇÃO DE ESGOTO DOMÉSTICO	50
<i>5.2.1 Solução sintética oleosa</i>	55
5.3 ENSAIOS DE ADSORÇÃO EM BATELADA	55
<i>5.3.1 Influência de granulometria de bagaço de cana-de-açúcar</i>	55
<i>5.3.2 Efeito da dosagem do bagaço de cana-de-açúcar</i>	57
<i>5.3.3 Equilíbrio de adsorção com bagaço de cana-de-açúcar</i>	58
5.4 ENSAIO DE ADSORÇÃO EM COLUNA DE LEITO FIXO	60
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	63
7 CONCLUSÕES	64
8 RECOMENDAÇÕES	65
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	66
ANEXOS	71

1 INTRODUÇÃO

O grave problema da poluição e posterior tratamento de óleos e graxas (O & G) presentes nos efluentes de esgoto doméstico é acrescentado de maneira consideráveis por preparação de alimentos que ocasionam descargas com quantidades expressivas de O & G.

Por outro lado, existe a possibilidade de aproveitar o bagaço de cana-de-açúcar para aplicação como bioadsorvente destes contaminantes, sendo esta gramínea de maior cultivo em solo brasileiro para produção de etanol.

O bagaço de cana-de-açúcar com propriedades adsorptivas e características de biomassa ligno-celulósicas reter em sua superfície moléculas de substâncias gasosas ou líquidas em fase fluida, tendo como resultado a possibilidade da separação de seus componentes.

O objetivo principal da pesquisa foi determinar o potencial do resíduo desta biomassa para aplicação de adsorção como operação unitária para separação e purificação em processo de tratamento de águas residuárias domésticas.

O ensaio de granulometria do bagaço-de-cana foi realizado utilizando peneiras padronizadas tipo Tyler e com a aplicação do método por picnômetro foi avaliado a massa específica aparente e absoluta como suas propriedades físicas.

Com a montagem experimental em batelada foi determinado o tamanho ideal de 1,4mm para o bagaço utilizado, como o melhor entre as quatro granulometrias testadas, além das quatro dosagem de sua massa, e também a aplicação do modelo matemático de Langmuir para isoterma de adsorção permitiu a determinação da quantidade adsorvida (q_e) de $0,00225\text{gg}^{-1}$ e da quantidade máxima (q_{max}) de $0,10\text{gg}^{-1}$ de O & G em função da concentração de equilíbrio na fase líquida.

Os modelos matemáticos de Langmuir e Freundlich para isoterma forneceram coeficientes de correlação (R^2) em 0,988 e o de separação (R_L) 0,99 que amostraram ser uma isoterma favorável.

Os ensaios em coluna com leito fixo de bagaço indicaram que a melhor granulometria foi 1,4mm para a bioadsorção dos quatro testes e foram obtidos os volumes de exaustão na coluna de vidro 1.850mL e coluna de plástico (PVC) 3.000mL.

A capacidade de adsorção de bagaço aumentou com uma maior quantidade de adsorvente e quando a concentração inicial da solução oleosa (C_0) foi baixa.

O material de adsorção bagaço de cana-de-açúcar, mostrou ser adequado e de ter potencialidade dentro de a proposta de esta pesquisa.

2 OBJETIVO GERAL

Este trabalho teve como objetivo geral determinar a potencialidade em bioadsorção com o uso do bagaço da cana-de-açúcar para remoção de óleos e graxas (O & G) presentes em solução oleosa sintética.

2.1 OBJETIVOS ESPECIFICOS

Para a consolidação do objetivo geral, os seguintes objetivos específicos foram desenvolvidos:

- a. Determinar características físicas;
- b. Obter granulometria ótima de bagaço de cana-de-açúcar para bioadsorção de O & G;
- c. Interpretar as isotermas com modelos de Langmuir e Freundlich;
- d. Descrever o comportamento de adsorção por meio de curvas de ruptura variando a massa de bagaço de cana-de-açúcar e a concentração inicial de O & G.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Fundamentados em referências de pesquisas sob adsorção de contaminantes orgânicos com biomassas agrícolas produzidas em Brasil, foram obtidas diretrizes para realizar os ensaios utilizados em remoção de contaminantes e com especial atenção à O & G.

A adsorção como fenômeno de superfície descritos em trabalhos de pesquisas, envolve princípios básicos do processo que correlacionam parâmetros físicos e operacionais e os quais foram aplicados nos experimentos de bioadsorção por biomassa.

3.1 DEFINIÇÃO E COMPOSIÇÃO DOS OLEOS E GRAXAS

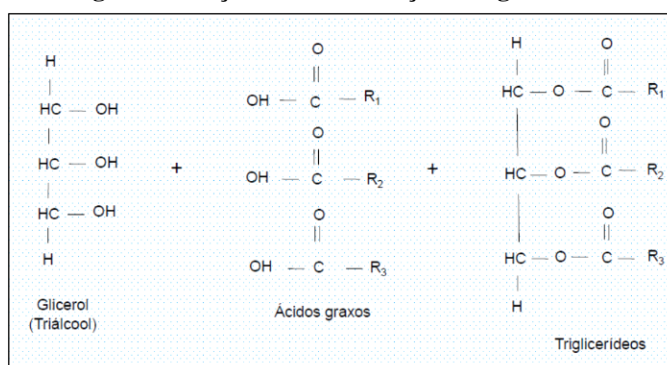
Os óleos de procedência animal e vegetal, são compostos de Carbono, Hidrogênio e Oxigênio. O óleo animal obtido ao ferver o tecido dos animais e óleo vegetal é derivado de sementes ou folhas (WAELEKENS, 2010).

Segundo Melhenbacher (1977), estas substâncias químicas designadas também como lipídeos estão formadas basicamente por ácidos graxos e glicerol chamados triacilgliceróis.

O termo óleos e graxas (O & G) é devido a sua forma física presentes a temperatura ambiente de 25°C. As gorduras são sólidas ou pastosas, e os óleos, líquidos, estes componentes de substâncias são das categorias: glicerídeos e não-glicerídeos.

Compostos glicerídeos são definidos por esterificação de uma molécula de glicerol com até três moléculas de ácidos graxos, sua estrutura molecular se encontra na **Figura 1**.

Figura 1 Reação de Esterificação dos glicerídeos



Fonte: Melhenbacher (1977).

Os não glicerídeos podem ser fosfatídeos, esteróis, ceras. Hidrocarbonetos insolúveis, carotenoides, clorofila, tocoferóis (vitamina E), lactonas e metilcetonas.

Os ácidos graxos em geral têm longa cadeia de átomos de carbono e hidrogênio, e um grupo terminal carboxila. A solubilidade dos lipídeos em solventes orgânicos não polares resulta de seu hidrocarboneto expressivo.

A parte hidrocarbônica da substância é responsável por sua propriedade oleosa ou gordurosa. A maioria dos ácidos graxos de ocorrência natural não são ramificados e contêm um número par de átomos de carbono.

As ligações duplas presentes nos ácidos graxos e de ocorrência natural, nunca são conjugadas. Podem ser saturados com hidrogênio ou insaturados. Nos triacilgliceróis e ácidos graxos de cadeia longa (AGCL), o ácido palmítico, esteárico, oleico e linoleico representam 80%, sendo o ácido oleico o mais abundante ($C_{18:1}$) (MENDES; CASTRO, 2005).

3.2 DESCARGAS DE ÓLEOS E GRAXAS DA PREPARAÇÃO DE ALIMENTOS

Segundo Oliveira et al. (2015), os estabelecimentos alimentares domésticos e comerciais provêm despejos por descarte do preparo e manipulação de alimentos, com quantidades significativas e alto grau de heterogeneidade de O & G em efluentes das instalações sanitárias prediais.

Os O & G presentes na suspensão das águas residuárias domésticas se apresentam como ésteres de alto peso molecular, formados a partir de ácidos graxos superiores (C_{12} a C_{22}) e glicerol.

A concentração de ácidos graxos livres, índices de peróxido, índices de refração e compostos polares totais é incrementada por cocção, aumentando o índice de acidez (LAGO; ROCHA, 2017).

Segundo Orsatto, Hermes e Boas (2010), a demanda biológica de oxigênio (DBO_5) e demanda química de oxigênio (DQO) são aumentados por óleos e graxas durante o processo de decomposição porque reduzem o oxigênio dissolvido (OD), causando uma alteração bioquímica ao ecossistema aquático.

Elevadas concentrações de O & G ativam também a formação de lodos heterogêneos de baixa atividade hidrolítica pela flotação, acrescendo o tempo de retenção hidráulica em lagoas de estabilização e reduzindo também a capacidade de aeradores em tratamentos aeróbios ou envolve a demanda de produtos químicos de floculação (METCALF; EDDY, 2003).

Segundo Mendes e Castro (2005), a operação de reatores em digestão anaeróbia com concentração elevada de O & G interferem no tratamento de estes efluentes, com formação de lodo e propriedade hidrolítica baixa pela presença de biomassa oleosa.

A resolução Conama 430/2011 (Brasil, 2011) da Legislação Brasileira, estabeleceu uma concentração máxima permitida para o lançamento de efluentes ao sistema de transporte de esgotos, de até 50mgL^{-1} para O & G vegetais e animais.

Sendo este o terceiro constituinte dos efluentes de esgoto doméstico em termos quantitativos com concentração de 0 até 150mgL^{-1} , representa aproximadamente 10% dos principais grupos de substâncias orgânicas presentes (METCALF; EDDY, 2003). Alguns valores pesquisados e referenciados, segundo Von Sperling (1996), também se encontram na faixa de 55 e 170mgL^{-1} .

3.3 IMPACTOS AMBIENTAIS POR CONTAMINAÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS

Os compostos O & G acarretam eutrofização de águas superficiais, mau funcionamento de redes pluviais, promovem pragas urbanas como proliferação de insetos e roedores. Por impregnar nas redes de drenagem urbana de cidades e centros urbanos aumentam os riscos de transbordamento em eventos como enchentes (COELHO, 2009).

Os O & G oferecem grande risco de poluição para os recursos ambientais e ecossistemas, por seu alto conteúdo nas descargas de efluentes merece atenção especial pela falta de tratamento adequado, eficiente e de baixo custo para a retirada do sobrenadante formado (ZANON, 2013).

A atividade de reciclagem de estes resíduos pode ser incrementada e ganha hoje em dia, espaço cada vez maior, além de reduzir os efeitos de degradação ambiental, por ser uma matéria prima de baixo custo por conta de sua qualidade disponível.

3.4 TRATAMENTOS DE EFLUENTES COM CONTEÚDO DE OLEOS E GRAXAS

As quantidades traços de O & G em efluentes apresentam resistência à degradação biológica, sem remoção efetiva e nem total, sendo necessário métodos de tratamento físico-químicos (NASCIMENTO et al. 2014).

Os O & G para sua remoção se apresentam na sua forma livre, emulsionado e dissolvido nas unidades de tratamento (PAIVA et al. 2015).

Segundo Mendes e Castro (2005), os métodos de tratamento podem ser físicos, químicos e biológicos segundo a caracterização e composição dos efluentes de águas residuárias. O método físico extrai uma fração dos O & G presentes no efluente, aplicando grades, peneiras, caixas de gorduras, tanques com função de decantadores ou flutuadores, filtros de areia, remoção de sólidos grosseiros, sólidos em suspensão e lipídios sendo estes os mais comuns.

Segundo Waelkens (2010), a separação de sobrenadante com Skimmer por adsorção, também por uso de tecido, estopa ou até mesmo borracha inserida no sobrenadante, e assim após complementar a separação de moléculas emulsificadas quimicamente e as partículas muito pequenas, por um tratamento mais complexo.

O tratamento por gravidade pode desestabilizar a emulsão óleo/água por meio da aplicação de temperatura ou com adição de ácido, também pode ser realizado por adição de coagulante e floculante para promover a coagulação.

A acidificação para o tratamento de efluentes é mais efetiva, sendo que ao final, após a separação, terá que ser neutralizado, por esta razão, o tratamento por coagulação resulta ser mais econômico que por acidificação, mais não é o mais efetivo (BONI, 2012).

A desestabilização da emulsão óleo/água por neutralização da superfície carregada eletricamente elimina cargas eletrostáticas superficiais, diminui o potencial zeta e favorece a ocorrência das operações de coagulação, floculação e flotação para o tratamento de efluentes oleosos (CECCHET et al. 2009).

Na etapa secundária, o tratamento anaeróbio para remoção de O & G apresenta interferências por causa da formação e acúmulos de escumas nos digestores (GUIMARÃES et al. 2002).

O tratamento biológico por reator anaeróbio alcança 70% de eficiência de remoção de matéria orgânica no Brasil, mas é necessária a instalação de unidades de pós-tratamento para remoção da fração de material orgânico com O & G dos efluentes (MENDES; CASTRO, 2005).

O uso de resinas ou membranas e grânulos é um tratamento aplicado em duas fases, sendo esta uma alternativa para o reator anaeróbio que apresenta acúmulo progressivo de ácidos graxos voláteis (AGVs) criando instabilidade operacional (AQUINO, 2015).

Quando a concentração de O & G é baixa, principalmente após o tratamento terciário a purificação dos efluentes permite recircular as águas para aproveitamento em outros processos ou também, lançar em corpos receptores de alta exigência (GUIMARÃES et al. 2002).

Segundo Mendes e Castro (2005), a redução da DBO por tratamentos biológicos, tanto aeróbios e anaeróbios, podem ser aplicados a efluentes de óleos comestíveis com concentração entre 150 a 200mgL⁻¹ antes do tratamento. Os O & G são hidrolisados e depois transformados em biomassa por fornecimento de carbono às bactérias. Pode ser empregado também em tratamento por enzima lipase para remoção do conteúdo de teor elevado em lipídios, e hoje em dia apresenta um crescente uso.

Segundo Orsatto, Hermes e Boas (2010) concentrações iniciais de O & G vegetais e animais para o tratamento dos efluentes no RALF 1, foram de 27,9 e 165,9mgL⁻¹, e depois do tratamento, obtiveram valores de 10,10 e 24,40mg L⁻¹. O tratamento no RALF 2, as faixas de concentrações ficaram entre 5,40 e 34,30mg L⁻¹ iniciais para depois do tratamento reduziram para 0,50 e 19,10mgL⁻¹ de O & G.

A tecnologia mais recomendada para remoção de teor de O & G de até 50mg L⁻¹ é por flotação com ar dissolvido e por etapa previa de coagulação/floculação (CECCHET et al., 2009).

A argila organoléptica granular para filtração de efluentes com O & G foi capaz de reduzir sua concentração, mas em altas concentrações, entopem facilmente os filtros (WAEKENS, 2010).

Segundo Boni (2012), a aplicação de bioadsorventes provenientes de fontes renováveis em processo de purificação para remoção de O & G, é uma alternativa viável com remoção das frações de peróxidos constituintes dos O & G vegetais e animais. Os materiais bioadsorventes podem ser: casulo do bicho da seda, cinza de casca de arroz, palha de cevada, serragem, fibra de coco, esponja natural, lã de ovelha, sabugo de milho, bagaço de cana-de-açúcar entre outros mais.

Por outro lado, podem ser utilizados como adsorventes alguns materiais comerciais como: sílica gel, alumina ativada, carvão ativado, alumino silicatos, zeólitos, carvão de ossos, terra *fuller*, bentonita e bauxita entre outros (BONI, 2012).

Os filtros orgânicos com meios filtrantes de serragem de madeira, bagaço de cana-de-açúcar triturado e pergaminho de grãos de café para a remoção de O & G das águas residuárias de suinocultura (ARS), obtiveram valores de 96, 89 e 75 % (MAGALHÃES, 2005).

3.5 BIOADSORÇÃO DE EFLUENTES COM CONTEÚDO DE OLEOS E GRAXAS

A Bioadsorção é o fenômeno de adsorção física por meio de matérias renováveis em cuja superfície interferem forças de van der Waals ou de coesão por interação molecular retendo substâncias em fase fluida, principalmente as que se encontram em estado líquido ou gasoso, com a possibilidade de separação de componentes, adsorvidos na interface de toda a superfície de bagaço de cana-de-açúcar (NASCIMENTO et al. 2014).

Uma Solução oleosa é um líquido com conteúdo das moléculas de O & G que concentram sob a superfície do bagaço, onde este sólido poroso as retém na interfase sólido-líquido. Então a bioadsorção é um processo adsorptivo que utiliza a capacidade adsorvente do bagaço da cana-de-açúcar.

O processo de adsorção aplicado neste caso foi somente mecanismo estérico, onde poros de bioadsorvente, possuem dimensões e formas características, permitindo que determinadas moléculas do adsorvato, possam entrar, excluindo as demais, sendo esta de alta seletividade em nível molecular com baixo custo energético (BRANDAO, 2006).

Segundo Zanon (2013), a retenção seletiva ocorre por fatores como polaridade do cátion na remoção e pelas diferenças de pesos das moléculas.

Segundo Oliveira et al. (2014), a adsorção é maior com moléculas cujo massa específica for elevada, mas moléculas com elevada polaridade e massa específica baixa a adsorção é menor.

Em soluções aquosas a adsorção é influenciada por ação de grupos polares de elevada afinidade com água e sua eficiência de adsorção diminui (VASQUES, 2008).

Segundo Nascimento et al. (2014) os fatores que influenciam a adsorção são quantidade de soluto adsorvido em bioadsorvente, distribuição de energia superficial, área superficial do bioadsorvente, temperatura e concentração de soluto na fase fluida. O parâmetro pH com valor ácido serve para determina as cargas eletrostáticas e carga superficial de adsorvato e adsorvente.

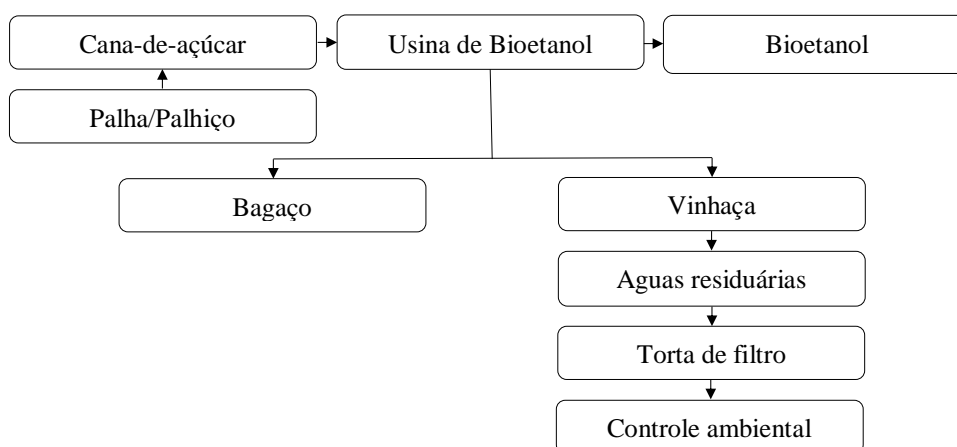
O estudo de Boni (2012), avaliou adsorção por bagaço de cana-de-açúcar como um processo exotérmico a partir de 25 °C, a capacidade de adsorção foi determinada em 1,24g de hidrocarboneto por g de bioadsorvente, caracterizado por adsorção física. A capacidade de adsorção, q_e foi inversamente proporcional à temperatura, a 40°C diminuiu 6,6% e apresentou 1,13g de hidrocarboneto adsorvido por g de bioadsorvente.

Assim, em experimento com a redução de temperatura na remoção, de 35, 25, e 15°C, a capacidade de adsorção ficou próxima à encontrada a 25°C, indicando pouco efeito da temperatura na adsorção do efluente oleoso. Em faixas de maiores temperaturas, influenciou na eficiência de remoção do óleo da fase aquosa e na capacidade de bioadsorção com o bagaço.

3.6 ORIGEM E PROPIEDADES DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR

A **Figura 2** exibe um fluxograma geral, a geração pelas indústrias sucroalcooleiras do Brasil de bagaço de cana-de-açúcar como resíduo agrícola.

Figura 2 Geração do bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Bonassa et al. (2015)

A cana-de-açúcar é proveniente do Sul e Sudoeste Asiático, e cultivada atualmente em regiões tropicais e subtropicais, é uma gramínea perene pertencente à classe Liliopsida da família *Poaceae*, tribo *Andropogoneae* e gênero *Saccharum* (GRAEBIN, 2014).

A cana-de-açúcar é uma gramínea de reduzida dureza passou por modificações através do tempo tem gerado outras espécies que diferem quanto ao conteúdo de fibras e teores de açúcares (GEURGEL, 2007).

“O bagaço é um resíduo fibroso da moagem da cana de cana-de-açúcar, cada tonelada processada, gera 280 kg de bagaço” (BONI, 2012).

Na literatura existem pesquisas com foco no aproveitamento de resíduo de biomassa como também com bagaço-de-cana de açúcar para tratamento e purificação de águas residuárias com contaminantes orgânicos em soluções aquosas (BRANDÃO, 2006).

O bagaço de cana-de-açúcar tem propriedade presente na biomassa: boa hidrofobicidade, elevada umidade e estrutura porosa, sua área específica conformada com microporos, área superficial elevada (boa capacidade de adsorção) com valores de $40\text{m}^2\text{g}^{-1}$, a qual desenvolve uma força capilar no sentido de adsorção de O & G (BRANDÃO, 2006).

Segundo pesquisa feita por Boni (2012), os valores da área superficial encontrados pelo bagaço de cana-de-açúcar foram na sua ordem de $30,79 \pm 0,18\text{m}^2\text{g}^{-1}$ e $26,40 \pm 0,80\text{m}^2\text{g}^{-1}$ em granulometrias de 710 e $600\mu\text{m}$, respectivamente.

A essas características e propriedades se somam também, morfologia da superfície e estrutura cristalina, fraturas, natureza e distribuição dos poros.

O teor de O & G e viscosidade da sustância aquosa afetam os pequenos poros do material adsorvente, diminuindo a eficiência de remoção (BONI, 2012).

Estudos de uso de bagaço de cana-de-açúcar como adsorvente de íons metálicos em remoção de corantes, conclui-se que pode ser um material renovável e biodegradável (VIVAS, 2013).

Segundo Zanon (2013) sua composição específica é material lignocelulósico fibroso constituído de 1 a 25mm em sua granulometria, humidade de 5,0 a 45%, estrutura fibrilar com 50 a 60% de fibras, composição em medulas de 30 a 35%, 10 a 15% de outros compostos e 5% de extrativos e componentes inorgânicos.

Ademais é composto de 20 a 25% de lignina, 25 a 30% de polioses da Hemicelulose, 40 a 50% de celulose e menores percentuais de outros componentes extrativos e cinzas (OLIVEIRA et al. 2014)

Pelas características enzimáticas sua eficiência afetam o processo de adsorção, o qual deve-se à presença de substratos de porosidade e cristalinidade em fibras de celulose, teor de lignina e hemicelulose presentes.

Segundo Graebin (2014), o pH da solução aquosa correspondente ao ponto crítico ou ponto de carga zero (*point of zero charge* – PZC), para o bagaço da cana-de-açúcar, o valor de pH obtido foi de 5,38. Com pH baixo, a superfície é carregada positivamente adsorvendo ânions para balancear cargas positivas, e pH alto a superfície é carregada negativamente e adsorve cátions.

Assim Boni (2012) comprovou que o valor de pH diferente em fase aquosa com O & G mantém sua eficiência de remoção com bagaço da cana-de-açúcar, em pH ácido $1,20\text{gg}^{-1}$, próximo à neutralidade $1,24\text{gg}^{-1}$ e para condições básicas $1,28\text{gg}^{-1}$.

3.7 BIOADSORÇÃO COM BAGAÇO DA CANA DE AÇÚCAR

Segundo Sousa et al. (2005), realizou teste em batelada por reator agitado e granulometria de 0,75 mm de bagaço de cana-de-açúcar para verificar a capacidade de bioadsorção. Das análises em cromatografia a gás verificou que adsorveu n-heptano de efluentes contendo óleos proveniente de gasolina e diesel, provando a capacidade de separação e ampla área superficial de material poroso formado pelas fibras.

Segundo Albertini, Carmo e Filho (2007), pesquisaram em reator fechado e fluxo homogeneizado, o bagaço da cana-de-açúcar em bioadsorção de metais pesados, empregaram soluções de 500mL de cloreto de cádmio ($\text{CdCl}_2 \cdot 2 \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$), e 25 e 50mgL^{-1} de contaminante em 10g de bagaço e tempos de contato 16,12, 8 e 4 h.

Os autores testaram bioadsorção de cádmio (mgCd.kg^{-1}), em alíquotas de 250mL e 125mL com 5,0 e 2,5g de biomassa, solução de contato e contaminante na relação 1:50. Em espectrofotometria de adsorção atômica (EAA) foi detectado diferenças significativas ($P < 0.05$) em 25mgCdL^{-1} . Nos quatro tempos empregados, adsorção maior foi em 12h comparados aos tempos de 16, 8 e 4h.

Com 50mgCdL^{-1} e tempo de contato de 16h foi superior aos demais, 12, 8, e 4h. A conclusão deste estudo segundo os autores, foi inferido que as adsorções em tempos de contato de 8, 12, 16h apresentaram bons resultados.

Pesquisa de Santos, Sanchez e Silva (2007), realizaram ensaios em reator com agitação de 1h a 1.000 rpm, em volumes de 1.000mL, para remoção de emulsões de gasolina comercial (hidrocarboneto leve) com 23% de álcool etílico anidro disperso em água testando a granulometria do bagaço de 1 a 2 mm.

Segundo as isoterma e cinética de adsorção, a capacidade de adsorção em equilíbrio foi de 11mLg^{-1} , com condições iniciais de 20% de C_0 de hidrocarbonetos em dispersão e bagaço com e sem tratamento com ácido. A capacidade de adsorção de 19mgg^{-1} foi para efluentes sintéticos com injeção de gasolina em misturas de óleos de motores, lubrificantes, perdas de gasolina, aditivos fluidos hidráulicos.

Segundo Paiva et al. (2015), utilizando 0,5 a 2,5g de bagaço de cana-de-açúcar, volume 120mL de água produzida, no banho metabólico Dubnoff e tempo de equilíbrio de 6h, foram realizados dois ensaios a 37,5 rpm para remoção de óleo de querosene emulsificado em água sintética. Pelo método do clorofórmio foi determinado que 0,5g, a melhor quantidade de bagaço para adsorção de óleo de querosene.

A interpretação da isoterma na pesquisa destes autores, pelo modelo de Langmuir, q_m indica adsorção máxima e pelo modelo de Freundlich pelo parâmetro $1/n$ indica a facilidade com que o processo de adsorção foi verificado para uma quantidade menor de adsorvente.

A pesquisa de Zanon (2013), de obter da redução da acidez de óleo residual da preparação de alimentos (frituras) combustível biodiesel, avaliou o processo de adsorção por bagaço de cana-de-açúcar. As condições iniciais com 0,75 a 3,75g de adsorvente agitação de 50 a 200rpm, temperatura de 18 a 32°C e óleo residual 33g. O índice de acidez foi determinado por método do Adolfo Lutz, e o resultado em valor médio percentual foi de 34,56% e a menor redução de 17,10%, com maior redução de 49,47%.

Segundo Graebin (2014), em experimento por sistema batelada, com condições experimentais em pH igual a 5, temperatura de 25°C, agitação 150 rpm, tempo de contato de 120min, pesquisou a utilização do bagaço de cana-de-açúcar como material adsorvente de metal, níquel. O resultado de análises cinética da adsorção foi $1,43 \pm 0,024 \text{ meqg}^{-1}$. A granulometria de 2,0mm e dosagens de 1, 4, e 8 gL^{-1} , tempo de contato 60min, a melhor remoção ocorreu em 4 gL^{-1} e eficiência de adsorção de 40% de níquel.

O mesmo autor pesquisou a adsorção de metal, cádmio e níquel, com condições iniciais de temperatura 30°C, pH ótimo de 6,0 e 6,5, com os quais obtive resultados de remoção de $1,18 \text{ mgg}^{-1}$ e $0,96 \text{ mgg}^{-1}$, respectivamente.

No estudo de Boni (2012), foi pesquisado a remoção de hidrocarbonetos leves por bioadsorção por meio de diversas biomassas, das quais o bagaço de cana-de-açúcar foi a que apresentou a segunda melhor capacidade, com valores de 8,28 e 7,92g de hidrocarboneto por g de material em efluentes aquosos.

No mesmo estudo de Boni, as adsorções da gasolina foram testadas em adsorventes com pré-tratamento com ácido clorídrico (HCl), obtendo retenções no bagaço próximas à que apresentaram na sua forma natural. A adsorção das soluções hexano-heptano e isoctano, mostraram valores máximos de adsorção de 7,65g de hidrocarbonetos por g de bioadsorvente.

Também foram testadas granulometrias de bagaço de 710 e $600 \mu\text{m}$, em condições iniciais de 0,5g de massa, pH 6, agitação de 120 rpm, temperatura de 25°C, e concentração de hidrocarboneto de $8,9 \text{ mgL}^{-1}$, com uma dispersão de água destilada e decahidronaftaleno.

Nesta avaliação obtiveram redução de 85% do volume inicial da gasolina nos primeiros 5min, na proporção de 3,5ml gasolina por g de bagaço de cana-de-açúcar.

3.8 ISOTERMAS DE ADSORÇÃO

Para ajustar dados experimentais para construção de uma isoterma de adsorção sobre valores de quantidade de adsorvato adsorvido por unidade de massa de adsorvente (q) versus concentração de adsorvato em equilíbrio (C_e), há muitas equações propostas com os dois parâmetros, fato que torna mais fácil a sua utilização (NASCIMENTO et al. 2014).

Os modelos matemáticos de isotermas que se aplica à esta pesquisa foram de Langmuir e Freundlich.

3.8.1 *Isoterma de Langmuir*

Apresenta pressupostos de um numero definido de sítios com energia equivalente, as moléculas adsorvidas não interagem umas com as outras, a adsorção ocorre em monocamada, cada sitio pode comportar apenas uma molécula adsorvida. Prevê a capacidade máxima de adsorção do material e descreve o comportamento dos dados experimentais. (LANGMUIR, 1918)

Segundo Brandão (2006), a superfície de adsorvente esta composta de um número de áreas com igual capacidade de adsorção ou “patches”, consideradas independentes umas com outras e comportam-se como fases cristalinas separadas. A equação 1 representa a isoterma de Langmuir:

$$q_{eq} = \frac{q_{max} K_L C_{eq}}{1 + K_L C_{eq}} \quad (1)$$

Em que:

q_{eq} Quantidade de O & G adsorvido por grama do bagaço no equilíbrio, mgg^{-1} ;

q_{max} Capacidade máxima de adsorção, mgg^{-1} ;

K_L Constante de interação óleos e graxas /bagaço de cana-de-açúcar, Lmg^{-1} ;

C_{eq} Concentração de óleos e graxas no equilíbrio, mgL^{-1} ;

Uma das suas formas linearizadas expressa a equação (2), assim:

$$\frac{q_e}{C_e} = K_L q_{\max} - K_L q_e \quad (2)$$

O número total de superfícies de adsorção disponíveis é representado por q_{\max} por massa de sorvente, no caso ideal, q_{\max} é igual para todos os adsorvatos. Segundo Waekens (2010) a concentração de adsorção máxima para um composto é representada pela Equação 3:

$$q_{\max} = q_e \text{ máx.} \quad (3)$$

Para o cálculo dos valores de q_{\max} e K , a quais são relacionadas com a energia livre de adsorção, segundo à afinidade entre a superfície do bioadsorvente e o adsorvato, são utilizados os coeficientes angulares de inclinação e linear de intercepto.

O grau de desenvolvimento da bioadsorção é calculado por coeficiente de inclinação e intercepto aplicados ao fator de separação ou de equilíbrio, R_L , obtido por meio da equação 4 (NASCIMENTO et al. 2014).

$$R_L = \frac{1}{1 + K C_o} \quad (4)$$

O R_L avalia o tipo de isoterma, é adimensional, quando R_L é 0, neste caso o processo de adsorção é irreversível, quando $0 < R_L < 1$, a adsorção é favorável, quando R_L é 1, a adsorção é linear, se $R_L > 1$, a adsorção é desfavorável (SANTOS, 2015).

No estudo de Brandão (2006), foi pesquisado a adsorção de contaminantes orgânicos com dispersão de gasolina com serragem de madeira, mesocarpo de coco e sabugo de milho *in natura* com pré-tratamento ácido a 25 C° (temperatura ambiente). A isoterma de Langmuir utilizando mesocarpo de coco com o valor de $q_{\max} 13,24 \pm 0,20 \text{ mLg}^{-1}$ e $13,66 \pm 0,17 \text{ mLg}^{-1}$, K foi de $0,33 \pm 0,056$ e $0,68 \pm 0,13$ em 100mL de efluente por mL de gás, foi o melhor resultado.

Segundo Paiva et al. (2015), o estudo avaliou a capacidade adsortiva variando a concentração em emulsão óleo de querosene em 2,0g do bagaço da cana-de-açúcar misturada com água destilada e 35g de NaCl, os dados experimentais indicaram para Langmuir ser mais significativo, caracterizando a adsorção em monocamada.

3.8.2 Isoterma de Freundlich

O modelo com características empíricas é aplicado a sistemas não ideais em superfícies heterogêneas, adsorção na estrutura multicamada e não prevê a saturação da superfície (NASCIMENTO et al. 2014).

A equação de Freundlich aplica uma distribuição exponencial na caracterização dos vários tipos de sítios com diferentes energias de adsorção, a equação 5, representa o modelo (BRANDÃO, 2006).

$$q_{eq} = K_F C_{eq}^{1/n} \quad (5)$$

Em que:

q_{eq} Quantidade de óleos e graxas adsorvido por grama do bagaço no equilíbrio, mgg^{-1} ;

C_{eq} Concentração de óleos e graxas no equilíbrio, mgL^{-1} ;

$\frac{1}{n}$ Constante relacionada à heterogeneidade da superfície do bioadsorvente;

K_F Constante de capacidade de adsorção de Freundlich, $g^{-1}L^{1/n}$;

A sua forma linearizada é expressa a equação 6, assim:

$$\text{Log } q_{eq} = \text{Log } K_F + \frac{1}{n} \text{Log } C_{eq} \quad (6)$$

Segundo Waelkens (2010), o expoente n de Freundlich é relacionado à heterogeneidade de sólido, ou seja, é um índice que representa a diversidade das energias envolvidas na adsorção do soluto por múltiplos componentes do adsorvato heterogêneo.

A determinação do parâmetro K_F e $1/n$ para o análise da regressão linear a traves do gráfico de $\log q$ versus $\log C_e$, forneceu uma interpretação de $1/n$, e um intercepto $\log K_F$. O valor de 1 a 10 para n indicam adsorção favorável, $n \neq 1$ o K_F depende não linearmente das unidades em que C_{eq} é expresso. Para $n = 1$, a isoterma é linear e energias de adsorção são constantes em toda a concentração do adsorvato. (NASCIMENTO et al. 2014).

Segundo Brandão (2006) o modelo Freundlich assume uma distribuição randômica dos sítios com diferentes energias adsorptivas sobre a superfície do sólido.

Para valores correspondentes a $n < 1$ a isoterma Freundlich torna-se côncava e para baixo com maior concentração de adsorvato, a energia de adsorção é mais fraca em processo de adsorção químico. A isoterma Freundlich para $n > 1$ é convexa, para cima quanto maior a concentração do adsorvato maiores as energias livres de adsorção é um processo de adsorção física. (SANTOS, 2015).

Segundo Brandão (2006), o experimento com bagaço de cana-de-açúcar como bioadsorvente de remoção de Pb II, no qual 2gdm^{-3} de adsorvente foi mantida fixa, e a concentração de Pb II para faixas de 50 a 1.000mgdm^{-3} . Pelo modelo de Langmuir obteve-se o q_{max} de $227,27\text{mgg}^{-1}$ e K $0,0033\text{dm}^3\text{mg}^{-1}$ e coeficiente de correlação 0,9699.

Com o modelo de Freundlich o gráfico de $\log q_e$ versus $\log C_e$ forneceu linhas retas com 0,432 em $1/n$ e de 9,32, para K e coeficiente de correlação foi de 0,885. O valor $1/n$ baixo representa bom potencial do bioadsorvente.

3.9 ENSAIOS EM BATELADA

Segundo Borba et al. (2012) os estudos de equilíbrio em batelada realizados foram feitos em procedimento padrão de mistura para um volume fixo de solução com concentração C_0 e uma quantidade conhecida de adsorvente em condição controlada, tempo de contato e taxa de agitação, temperatura e pH fixo.

Outros autores descrevem a técnica de batelada a um tempo de contato e temperatura e massa conhecida de bioadsorvente, w , adicionada a um volume V de solução de soluto, com uma concentração C_0 (CURBELO, 2002).

A quantidade que ficou adsorvida no sólido é interpretada como sendo a queda da concentração do adsorvato que se encontra diluída em um componente inerte ao longo do tempo. Quando não ocorrer mais a transferência da quantidade de adsorvato sob o adsorvente é estabelecido o equilíbrio com o restante adsorvato livre na solução C_e .

O balanço de massas simples entre as condições iniciais e finais, fornece o equilíbrio, para o sistema a determinada temperatura. A equação 7, em termos matemáticos descreve o fenômeno (NASCIMENTO et al. 2014).

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{w} \quad (7)$$

Segundo Borba et al. (2012), o sistema batelada prediz a obtenção de parâmetros de transferência de massa e de equilíbrio e são úteis na investigação em sistemas contínuo, pois, auxiliam na análise e interpretação de dados experimentais. Obtida a quantidade de soluto sob o adsorvente, q_e , versus a concentração C_e no fluido é denominada isoterma de adsorção, realizados a temperatura constante e mudando a concentração da solução e da massa do adsorvente.

3.10 ENSAIOS EM COLUNA DE LEITO FIXO

A operação de adsorção nestes sistemas baseia-se nas zonas de transferência de massa (ZTM) que é uma porção do leito na qual o componente soluto presente na solução de alimentação é transferido para a fase sólida do sistema, dependem de fatores tais como vazão volumétrica, diâmetro de partícula, e concentração inicial da solução (NASCIMENTO et al. 2014).

Segundo Vasquez (2008) em adsorção em coluna as concentrações de adsorvato na fase fluida e na fase sólida variam com o tempo e a posição no leito. O processo de adsorção em componentes de misturas fluidas por colunas de leito fixo com materiais adsorventes porosos é uma das várias aplicações em engenharia química.

“O leito é considerado fixo porque a vazão existente no sistema não é suficiente para arrastar as partículas sólidas” (ALFREDO, 2013).

3.10.1 Curva de ruptura (*breakthrough*)

Experimentos em coluna de leito fixo proporcionam as curvas de ruptura (*breakthrough curve*) em função do tempo ou volume versus concentração do soluto da solução em contato contínuo em o leito de adsorvente e monitorada a concentração do soluto a saída do leito (NASCIMENTO et al. 2014).

O início da operação com adsorção rápida em camada superior do leito que apresenta seus sítios de adsorção livres, onde o fluido contata com o adsorvente há fácil transferência de massa e ocorre maior variação de concentração na zona de transferência de massa (ZTM), a concentração de soluto na saída da coluna é reduzida (FIGUEIREDO, 2014).

A concentração está praticamente livre de soluto no fundo do leito e muda rapidamente ainda que a camada superior do leito esteja praticamente saturada, a zona de adsorção (Z_{ad}) é estreita com movimento em direção do fluxo descendente e taxa mais lenta que a velocidade linear do fluido no leito, sendo assim a primeira situação (NASCIMENTO et al., 2014).

“Dessa forma, o adsorvato que vai entrando na coluna vai sendo sequencialmente e cria-se um gradiente de concentração na forma de S” (FIGUEIREDO, 2014).

A metade de leito é saturada com soluto, a Z_{ad} está por alcançar a parte inferior do leito e a concentração do soluto no efluente aumenta sensivelmente, o fenômeno é denominado como início da “ruptura ou breakthrough”, para a segunda situação (NASCIMENTO et al. 2014).

A Z_{ad} passa através do fundo de leito e aumenta rapidamente igualando o valor da concentração na solução inicial (C_0) e satura o leito, recebe o nome de ponto de exaustão, para a terceira situação. Em geral o ponto de ruptura corresponde a 0,05 de C_e/C_0 e ponto de exaustão, C_e/C_0 de 0,95 (GUIMARÃES, 2010).

Na prática, segue-se o escoamento e pouca adsorção pelo qual o leito apresentou equilíbrio com a concentração da solução efluente. O tempo de ruptura (breakthrough) diminui com o decréscimo da altura do leito, com o aumento do tamanho da partícula do adsorvente, com o aumento da velocidade do fluido através do leito e com o aumento da concentração inicial do soluto na alimentação (NASCIMENTO et al. 2014).

Segundo Figueiredo (2014), volume de trespassse (mL) é volume de efluído até o ponto de ruptura do efluente em ZTM e ocorre a 5% da concentração inicial.

O volume de exaustão (mL) é volume de efluído até o ponto de exaustão do efluente em ZTM e ocorre 95% da concentração inicial.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A caracterização física do bagaço de cana-de-açúcar foi baseada em normas de ensaios NBR-6508 (ABNT, 1984-a), grãos de solos que passam por peneira 4,8 mm, e NBR-7181 (ABNT, 1984-d), solo e análise granulométrico. Também com norma de ensaio DAER/RS-EL 010/01 (Rio Grande do Sul, 2001) de determinação da massa específica real dos grãos. As especificações e procedimentos estão exibidos no Anexo I.

Análises quantitativa e qualitativa dos parâmetros pré-determinados foram pH, temperatura, demanda química de oxigênio (DQO), óleos e graxas (O & G), e série sólidos em esgoto doméstico da cidade de Ilha Solteira. Os ensaios e as análises utilizados estão descritos no Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 2005).

Para obter a solução sintética testada em ensaios dos experimentos laboratoriais foi utilizado os descartes de O & G da preparação de alimentos, estes misturados com água deionizada e após a solução é emulsionada com surfactante espumoso. As especificações e procedimentos estão expostos no Anexo II.

A parte experimental foi realizada em escala laboratorial nos ensaios de sistema em batelada e coluna de leito fixo.

Para testar a bioadsorção por bagaço de cana-de-açúcar foram utilizadas quatro granulometrias de 1,4; 1,9; 1,0; 0,85mm e concentração da solução sintética de 250mgL^{-1} em 100mL de solução sintética ajustados ao pH 4, agitação a 160 rpm, temperatura de 25°C e tempo de contato de 14400 minutos. Foram feitas seis diluições, e diferentes massas de bioadsorvente utilizadas.

Ensaio de leito fixo com bioadsorvente foram empacotados sem coluna de vidro de 2cm de diâmetro (Bureta de 50 mL), e uma segunda coluna de plástico (PVC) de 7cm de diâmetro (volume de $2424,5\text{ cm}^3$).

Interpretação de resultados da razão de concentração versus tempo após a plotagem da curva de ruptura (*breakthrough*), também analisada a zona de transferência de massa (ZTM).

Resultados dos experimentos foram coletados e plotados na planilha eletrônica Excel, também foi realizado a análise matemática por meio dos modelos das isoterma de Langmuir e Freundlich. As especificações e procedimentos estão expostos no Anexo II.

Os ensaios experimentais foram realizados no Laboratório de Saneamento da Faculdade de Engenharia da Universidade Estadual “Júlio de Mesquita Filho”, UNESP, Campus de Ilha Solteira.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DO BAGAÇO CANA-DE-AÇÚCAR

4.1.1 Pré tratamento do bagaço de cana-de-açúcar

O bagaço de cana-de-açúcar foi cedido por uma usina sucroalcooleira sediada no estado de São Paulo (SP). Este resíduo gerado (bagaço), foi coletado para sua avaliação como bioadsorvente desta pesquisa, foi coletado em sacos plásticos e transportado até o laboratório.

Sustâncias orgânicas e/ou inorgânicas ou impurezas contidas junto ao bagaço foram solubilizadas com água. Após submetida à extração da sacarose ou compostos por médio de lavagem com água; imersa por quatro horas, ao final enxaguado abundantemente com água.

A secagem como última etapa, com exposição a calor solar e por sete dias. O bagaço é acondicionado em sacos de polietileno até o momento do uso. As **Figuras 3 e 4**, exibem alguns passos de pré tratamento de bagaço de cana de açúcar descritos.

Figura 3 Solubilização e Lavagem de bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 4 Secagem com exposição ao sol de bagaço de cana-de-açúcar



4.1.2 Seleção granulométrica do bagaço de cana-de-açúcar

O ensaio utilizou peneiras tipo Tyler e padronizadas em aberturas da série, mesh 3;4; 9; 12; 14; 16; 20, foram dispostas de forma que as inferiores têm abertura menor que as superiores, à quais foi aplicada agitação manual por 10 minutos por peneiramento. As **Figuras 5 e 6**, exibem ensaios granulométricos descritos.

Figura 5 Ensaio de peneiramento por peneira padronizada tipo Tyler de bagaço cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 6 Amostras de bagaço de cana-de-açúcar classificadas depois dos ensaios de peneiramento

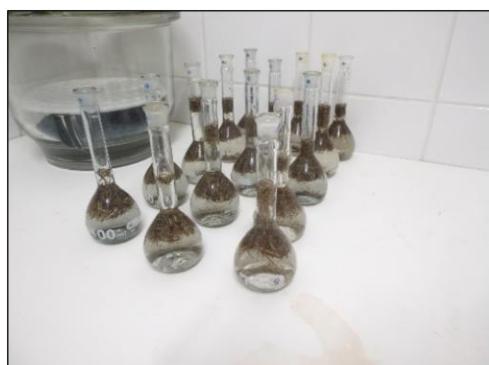


4.1.3 Determinação das massas específicas do bagaço de cana-de-açúcar

O ensaio aplicado com técnica por picnômetro das cinco granulometrias de bagaço foram determinadas suas massas específicas. A massa específica aparente utilizada em ensaio de coluna, caracteriza o conjunto de partículas do leito fixo; e não como sólido em si por sua massa específica absoluta.

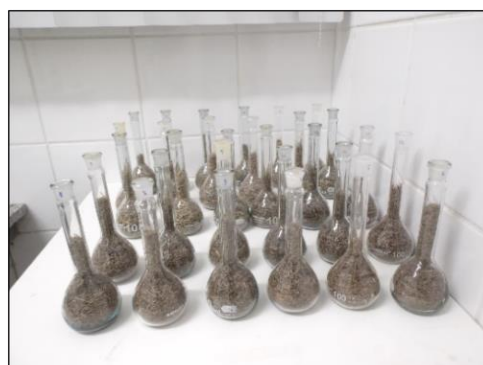
O procedimento básico experimental consistiu em pesar uma grama de bagaço por tamanho (M_s), com balança de precisão e após determinar seu volume no balão volumétrico. Pesou-se balão volumétrico de 100mL vazio, e após uma segunda pesagem de seu volume completo com água e temperatura de 25°C, foram anotados seus respectivos pesos. Logo registrou os pesos de 1g do bagaço e após completaram o volume de balão volumétrico com água. Foi utilizada água deionizada $\rho = 0,998\text{g/cm}^3$. Assim foram obtidos os valores das massas específicas do bagaço da cana-de-açúcar. As **Figuras 7 e 8** exibem os ensaios com balão volumétrico descritos para aplicação da técnica do picnômetro.

Figura 7 Aspecto do ensaio para determinação de massa específica de bagaço cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 8 Balões volumétricos utilizados no ensaio de determinação de massa específica do bagaço de cana de açúcar



4.2 CARACTERIZAÇÃO DO ESGOTO DOMÉSTICO

As amostras simples das águas residuárias domésticas foram coletadas em quatro horários distintos: 8; 11; 14 e 17h, logo que o esgoto bruto passar por peneira estática instalada na estação elevatória do sistema de águas residuárias da cidade de Ilha Solteira. As amostras foram coletadas em recipientes plásticos, após ensaios biológicos foram acidificadas a $\text{pH} \leq 2$ com 5mL de H_2SO_4 segundo Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, AWWA, WEF, 2005). A **Tabela 1** apresenta os parâmetros que foram determinados para caracterização de esgoto doméstico. As **Figuras 9, 10, 11, 12**, exibem os ensaios de caracterização de esgoto doméstico descritos.

Tabela 1 Lista de ensaios realizados para caracterização de esgoto doméstico

Parâmetro	Unidade	Análises	Numero
pH	-	Potenciométrico	4500 H+B
T	°C	Termométrico	2550 B
DQO	mg/L	Colorimétrico por fluxo fechado	5220 D
O&G	mg/L	Extração Soxhlet	5520 D
SS	mg/L	Gravimétrico	2540 B-F

Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 9 Ensaio de pH (pH metro)



Figura 10 Ensaio de DQO (digestor de amostras)



Figura 11 Ensaio para quantificação de O&G. (Soxhlet)



Figura 12 Ensaio para quantificação de sólidos totais (banho maria)



Fonte: Elaboração do próprio autor

4.3 ENSAIOS EM BATELADA

Os ensaios em bateada foram:

- a. Teste de bioadsorção por granulometria de bagaço cana-de-açúcar
- b. Teste de bioadsorção de efeito da dosagem de bagaço cana-de-açúcar
- c. Teste de equilíbrio de bioadsorção de bagaço cana-de-açúcar

Condições iniciais se efetuaram para os três em iguais condições assim:

- Concentração inicial teórica (C_0) de 250 mg/L
- Agitação de 160 rpm
- Tempo de contato 14400 minutos
- Temperatura 25 °C
- pH ~4

4.3.1 Teste de bioadsorção por tamanho de bagaço de cana-de-açúcar

As granulometrias de bagaço 1,4; 1,19; 1,0 e 0.85mm com massa de 1,0g foram utilizadas em erlenmeyers de 125mL de volume com solução sintética. Após término da agitação tipo shaker (mesa agitadora), cada alíquota dos erlenmeyers foi filtrada com uma peneira tipo caseira (0,1mm) para separar o bioadsorvente da solução sintética.

Cada solução foi passada pelo papel filtro quantitativo (25 μ m), com auxílio de bomba de vácuo e kitassato. O conteúdo de O & G retido no papel foi colocado em cartucho de celulose cilíndricos (8x2cm), e estes levados em estufa de secagem (120°C) para secagem do contaminante por 1h. Uma vez resfriados foram levados às colunas de destilação de Soxhlet com solvente hexano (100 mL) em proporção de mistura 1:1/2 (v/v) por 4h de aquecimento.

O balão de fundo chato foi seco (100 °C) e pesado (P_0), depois foi inserido o solvente hexano e calculado o peso final (P_1) pela segunda pesagem feita após a extração e previamente resfriados (30min) em dessecador antes da pesagem. Efetuou-se o cálculo de O & G adsorvido por bagaço, por meio da Equação 6 pela diferença de massa extraída P_1 e P_0 . Assim, após a obtenção dos resultados foram realizadas as respectivas plotagens e análises dos dados obtidos que estão apresentados no item 5.

4.3.2 Teste de bioadsorção de efeito da dosagem de bagaço de cana-de-açúcar

A capacidade de bioadsorção foram aferidas com quantidades de massa de bagaço de 0,5 a 5,0g em solução sintética (100mL) em erlenmeyers (125 mL). Da mesma forma que no item (4.3.1), foram adotados os procedimentos para obtenção das concentrações de O & G. Os resultados estão apresentados no item 5.

4.3.3 Teste de equilíbrio de bioadsorção por bagaço de cana-de-açúcar

A capacidade adsorptiva pelo bagaço de cana-de-açúcar foi determinada através da aplicação dos modelos de Langmuir e Freundlich, com os quais foram interpretados os dados obtidos nos experimentos, e assim, obter a relação dos parâmetros de equilíbrio das equações dos dois modelos.

Para determinação das isotermas foram realizadas diluições 125; 62,5; 31,25; 15,62 e 7,81 mgL⁻¹ de solução sintética em erlenmeyers (125 mL), contendo 1,0g de bagaço de cana-de-açúcar com granulometria 1,40mm, também foi incluído o erlenmeyer controle sem o preenchimento com o bagaço e considerado com (C₀).

Da mesma forma que no item 4.3.1, os procedimentos para obtenção das concentrações de O & G foram iguais. Os resultados estão apresentados no item 5. O ajuste dos dados experimentais pelos modelos matemáticos de isoterma Langmuir e Freundlich correspondem a plotagem da interação de q_e(mgg⁻¹) versus C_e(mgL⁻¹). As Equações 1 a 5 foram utilizadas para interpretação dos dados obtidos.

As **Figuras 13, 14, 15, 16**, exibem alguns passos efetivados em ensaios de batelada descritos.

Figura 13 Massas de bagaço de cana-de-açúcar por pesagem em capsulas



Figura 14 Frascos com solução sintética e bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 15 Aspectos dos ensaios em mesa agitadora com soluções sintética e massas de bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 16 Alíquotas de solução sintética obtidas em ensaios de batelada



4.4 ENSAIOS EM COLUNA DE LEITO FIXO

Os parâmetros operacionais de estes ensaios de leito fixo com bagaço de cana-de-açúcar estão apresentados na **Tabela 2**. Após os testes, o melhor resultado de bioadsorção com a primeira coluna (vidro) foi testado posteriormente a sua potencialidade em coluna de maior diâmetro (plástico).

Tabela 2 – Parâmetros dos ensaios de leito fixo com bagaço de cana-de-açúcar

Concentração O & G mg. L ⁻¹		Vazão mL.L ⁻¹	Leito bagaço			Coluna	
Teórica C ₀	Experimental C ₀		Granulometria	Massa gramas	Cumprimento cm	Material	Diâmetro cm
250	0,238	4	12	5	22	Vidro	2
250	0,018	4	14	5	22	Vidro	2
250	0,014	4	16	5	22	Vidro	2
250	0,014	4	20	5	22	Vidro	2
250	0,042	4	12	135	22	Plástico	7

Fonte: Elaboração do próprio autor

Para os testes foi utilizada uma bomba peristáltica como equipamento auxiliar para bombeamento em fluxo descendente desde um recipiente plástico de armazenamento (5.000mL) até as colunas de ensaios. A condição de concentração teórica inicial (C₀) de 250mgL⁻¹ de solução sintética em alíquotas de 100mL, foram coletadas junto às entradas das colunas. No decorrer dos ensaios foram também coletados amostras na saída das colunas, as alíquotas foram de 50 e 100mL, após a válvula de controladora da vazão.

A solução sintética foi mantida homogênea e solúvel, previamente emulsificadas com auxílio de agitador e liquidificador, e assim obteve-se uma concentração reprodutível próximo a valor médio durante os experimentos.

O preenchimento do suporte com lã de vidro (4cm) antes e depois do empacotamento do leito com bagaço, evitou a fluidização em coluna de vidro (Bureta).

O empacotamento do suporte na coluna de plástico (Tubo PVC), foi utilizado suporte de areia (2cm) pré tratada disposto na base da coluna. O seguinte meio de suporte foi lã de vidro (4cm), a fim de evitar carreamento e entupimento. Um terceiro material suporte de 5 cm de altura, foi de bagaço com granulometria 2mm, o qual também foi acondicionado acima com 5 cm de espessura e baixo do leito com bagaço.

O arranjo com altura 22 cm de bagaço de cana-de-açúcar com granulometria de 1,4cm. A compactação do material foi realizada com auxílio de um soquete (plástico), fazendo compressão e assim, minimizar o fluxo preferencial pela parede interna das colunas.

Dois piezômetros foram instalados na coluna de plástico, sendo um para controle da carga hidrostática e outro, para controle da perda de carga, ambos com igual comprimento da altura da coluna.

Uma vez que a vazão da saída da bomba foi calibrada, começou o bombeamento de vazão de 4mLmin^{-1} através da coluna com água deionizada e por um tempo (em torno de 10min); a calibração da vazão foi realizada com o uso de cronometro e proveta (20mL). A coluna foi deixada cheia com solução sintética e a torneira de controle fechada, afim de diminuir a porosidade do leito e manter preenchido com a solução antes dos ensaios de vazão.

Os ensaios de percolação com solução sintética através de cada coluna com granulometria de bagaço foram iniciados, anotados os volumes, perda de carga. Uma vez coletadas as alíquotas em cada tempo predeterminado, a concentração de O & G foi quantificada por meio da coluna de destilação Soxhlet para cada alíquota de solução sintética e a temperatura ambiente de 25 °C. As curvas de ruptura (breakthrough) foram obtidas por meio de plotagens dos resultados obtidos com correlação da razão concentração (C_e/C_0) versus tempo.

As **Figuras 17 a 24**, exibem alguns passos efetivados em ensaios de leito fixo em coluna descritas.

Figura 17 Montagem experimental de coluna de vidro (bureta)



Figura 18 Meio suporte de lá de vidro colocado em coluna de vidro (bureta)



Figura 19 Meio suporte de areia colocado em coluna de plástico (PVC)



Figura 20 Piezômetros colocados em coluna plástica (PVC)



Figura 21 Meio filtrante de bagaço de cana-de-açúcar colocado na coluna de plástico (PVC)



Figura 22 Medição da altura do meio filtrante de bagaço-de-cana-de- açúcar colocada em coluna plástica (PVC)



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 23 Meio filtrante de bagaço de cana-de- açúcar moldada na coluna plástica (PVC)



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 24 Montagem experimental de coluna de plástico (PVC)



5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com os resultados obtidos dos ensaios experimentais de bioadsorção com bagaço de cana-de-açúcar foi avaliada a potencialidade por remoção de O & G da solução sintética, dos ensaios que apresentaram os melhores desempenhos. Os dois sistemas empregados, contínuo e não contínuo (em batelada), foram empregados nos ensaios da biomassa estudada como bioadsorvente em outras pesquisas.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR

5.1.1 Ensaio granulométrico do bagaço de cana-de-açúcar

A pesagem resultou em total 10,8 g de massa de bagaço. O material heterogêneo foi separado por frações com resultado de granulometrias uniformes, como as que representaram individualmente uma parte da amostra, foram as que estão contidas na **Tabela 3**.

Tabela 3 - Resultado de ensaio granulométrico de bagaço de cana-de-açúcar

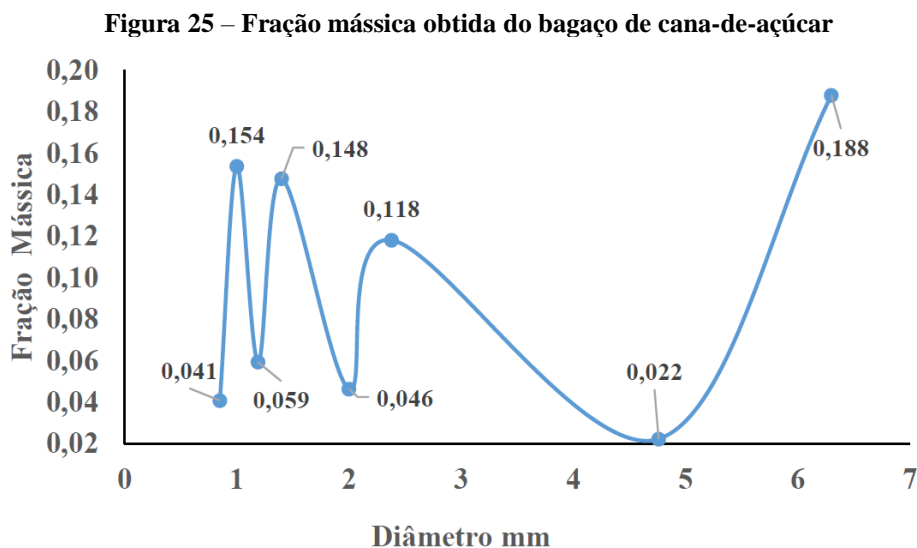
Diâmetro (mm)	Massa pesada (g)	Fração mássica	Diâmetro Médio	Fração peneirada	Fração retida
6,3	2030	0,19	6,3	0,588	0,412
4,76	240	0,02	5,53	0,754	0,246
2,38	1275	0,12	3,95	0,658	0,342
2	500	0,05	2,98	0,730	0,270
1,4	1595	0,15	2,19	0,628	0,372
1,19	640	0,06	1,69	0,717	0,283
1	1660	0,15	1,34	0,622	0,378
0,85	440	0,04	1,09	0,735	0,265
Fundo	2420	0,77			
	10800	1			

Fonte: Elaboração do próprio autor

O bagaço utilizado apresentou existência de duas variações diferentes de geometrias e dimensões, e obteve-se quatro amostras diferentes com diâmetros de 0,85; 1,0; 1,19; 1,4 mm. Os diâmetros da ordem 0,85 a 1mm foram basicamente pó e representou 24,99%. Por outro lado, as fibras longas, > 1,19 mm, com 75,02% foram as predominantes.

Os ensaios com melhores resultados pôr granulometrias foram 1,4 e 1,19mm para bioadsorção do bagaço. O diâmetro Sauter (superfície/volume) exibiu o valor 2,15mm.

Os valores de fração mássica versus diâmetro são os resultados obtidos de análise granulométrica do bagaço-de-cana-açúcar e apresentados na **Figura 25**.



Fonte: Elaboração do próprio autor

Segundo Brandão (2006) a adsorção com bagaço de cana-de-açúcar de contaminantes derivados de petróleo, utilizou bagaços com granulometrias de 1,705mm e 1,205mm entre peneiras do tipo Tyler padronizadas, mesh 12 a 16 e mesh 9 a 12.

Outra análise granulométrica por peneira padronizada Tyler com agitação manual e tempo do ciclo de 10min para o bagaço de cana-de-açúcar utilizado, foi determinado o valor de 67% para diâmetro médio > 2,19mm, segundo Ravelo (2010).

5.1.2 Massas específicas absoluta e aparente do bagaço de cana-de-açúcar

Os resultados das análises por balão volumétrico encontram-se na **Tabela 4**.

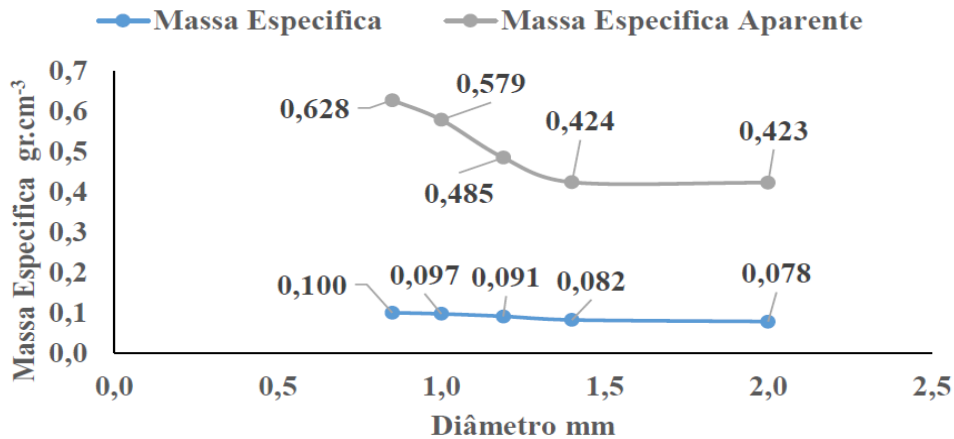
Tabela 4 - Resultados do ensaio por balão volumétrico com bagaço de cana-de-açúcar

Nº Malha	Tamanho partícula	ρ aparente g/cm^3	Media	ρ absoluta g/cm^3	Media
20	0,850	0,628	0,577	0,100	0,099
16	1,000	0,579	0,518	0,097	0,097
14	1,190	0,485	0,473	0,091	0,086
12	1,400	0,424	0,408	0,082	0,082
9	2,000	0,423	0,382	0,078	0,078

Fonte: Elaboração do próprio autor

Os valores da **Tabela 4**, exibem pequena variação das massas específicas do bagaço de cana-de-açúcar foi observado que existe uma tendência de aumento na medida em que diminui a granulometria. A correlação de massa específica versus diâmetro está apresentada na **Figura 26**.

Figura 26 - Variação da massa específica por granulometrias de bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

Segundo Perez (2016), para biomassas de características físicas semelhantes ao bagaço de cana-de-açúcar, o valor encontrado para massa específica aparente foi $0,48\text{gcm}^{-3}$. Segundo o mesmo estudo, valores para massa específica variaram entre $0,055$ e $0,066\text{gcm}^{-3}$.

5.2 ANÁLISES PARA CARACTERIZAÇÃO DE ESGOTO DOMÉSTICO

Cálculo de O & G presentes em esgoto doméstico

Para a determinação de O & G pelo método de Soxhlet foram utilizados balões de fundo chato previamente pesados e pesados também após a extração. Os valores obtidos estão na **Tabela 5**.

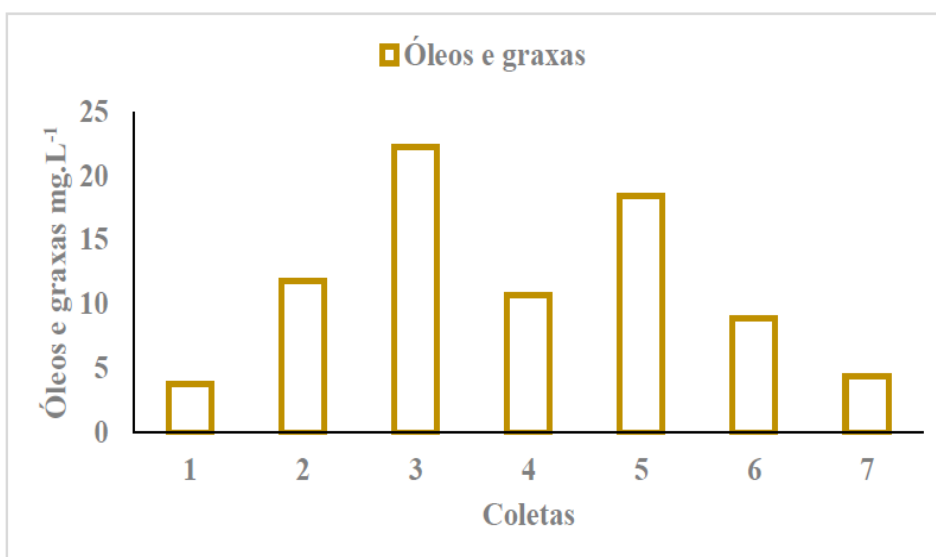
Tabela 5 - Resultados quantidade de O & G determinados por Soxhlet

Nº	Data	Volume L	Balão g		Peso mg. L ⁻¹
1	13/02/17	1	75,898	75,902	3,80
2	14/02/17	1	76,530	76,541	11,80
3	15/02/17	1	75,899	75,921	22,20
4	16/02/17	1	76,530	76,541	10,70
5	17/02/17	1	75,898	75,916	18,40
6	18/02/17	1	76,529	76,538	8,90
7	19/02/17	1	75,899	75,903	4,40

Fonte: Elaboração do próprio autor

O valor obtido máximo foi de 22,2mgL⁻¹ e mínimo 4,4mgL⁻¹ apresentando sempre valores < 50 mgL⁻¹ permissíveis pela resolução CONAMA 357 dentro da faixa de descarga de águas residuárias domésticas (BRASIL, 2005).

As quantidades de O & G segundo as análises realizadas nas amostras coletadas de efluente estão apresentadas na **Figura 27**.

Figura 27- Resultado de Ó & G obtidos em amostras de esgoto doméstico

Fonte: Elaboração do próprio autor

Valores de pH e Temperatura registrados no esgoto doméstico

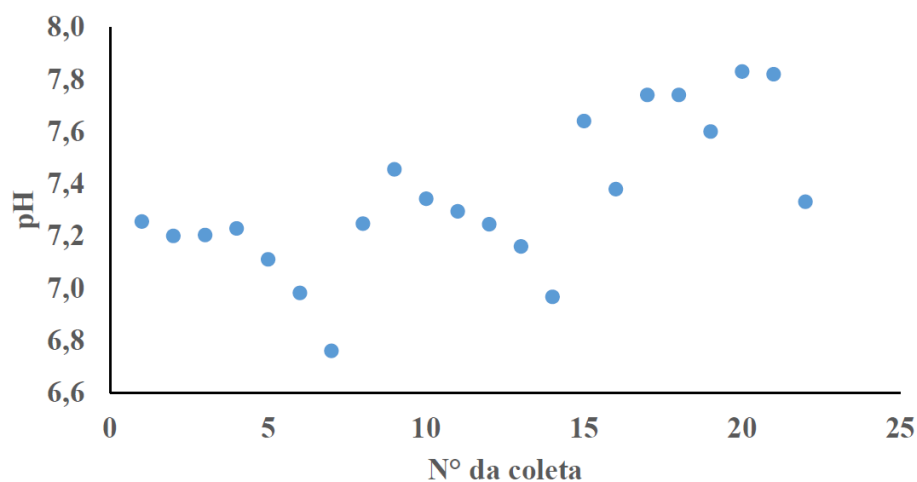
Os valores obtidos estão apresentados na **Tabela 6**. O pH com valores entre 6,76 e 7,26 e a Temperatura de 26,6°C.

Tabela 6 – Resultado de pH e Temperatura obtidos em coletas de esgoto doméstico

Data	pH	T°	Data	pH	T°	Data	pH	T°
30/1/17	7,26	26,6	14/2/17	7,46	26,6	29/3/17	7,74	26,6
31/1/17	7,20	26,6	15/2/17	7,34	26,6	30/3/17	7,74	26,6
01/2/17	7,20	26,6	16/2/17	7,30	26,6	31/3/17	7,60	26,6
02/2/17	7,23	26,6	17/2/17	7,25	26,6	01/4/17	7,83	26,6
03/2/17	7,11	26,6	18/2/17	7,16	26,6	02/4/17	7,82	26,6
04/2/17	6,98	26,6	19/2/17	6,97	26,6	03/4/17	7,33	26,6
05/2/17	6,76	26,6	27/3/17	7,64	26,6			
13/2/17	7,25	26,6	28/3/17	7,38	26,6			

Fonte: Elaboração do próprio autor

Os registros pH das amostras coletadas do esgoto doméstico estão expostos na **Figura 28**.

Figura 28 – Registros do pH obtidos em coletas de esgoto doméstico

Fonte: Elaboração do próprio autor

Segundo Matsumoto e Sanchez (2010) valores pH de 7,35 e Temperatura de 28,9 °C foram obtidos durante a caracterização do esgoto doméstico da cidade Ilha Solteira. Os resultados foram semelhantes aos obtidos nesta investigação.

Demanda química de oxigênio (DQO) do esgoto doméstico

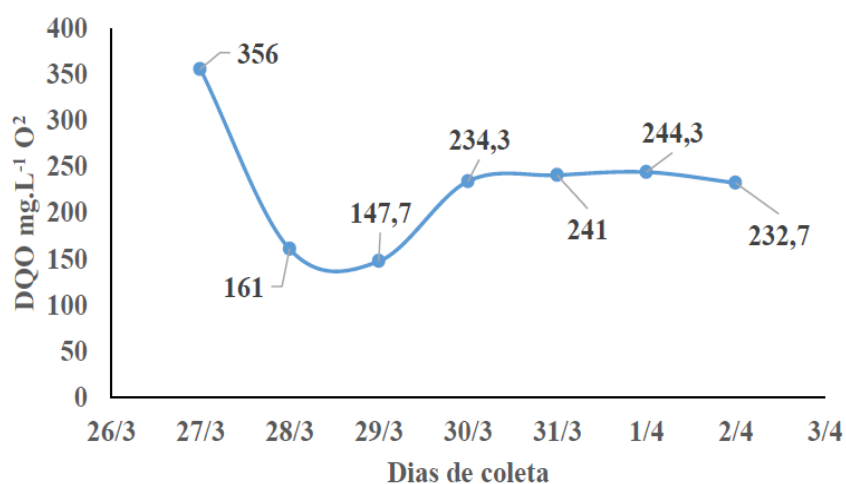
As análises de DQO de esgoto doméstico realizadas encontram-se na **Tabela 7**.

Tabela 7 – Resultados de DQO obtidos em coletas de esgoto doméstico

Data	Absorbância mg/L	Media
27/3/17	0,197	356,0
28/3/17	0,080	161,0
29/3/17	0,072	147,7
30/3/17	0,124	234,3
31/3/17	0,128	241,0
01/4/17	0,130	244,3
02/4/17	0,123	232,7

Fonte: Elaboração do próprio autor

A DQO média obtida nas análises das coletas de esgoto doméstico estão exibidos na Figura 29.

Figura 29 – Resultados de DQO média obtida em coletas de esgoto doméstico

Fonte: Elaboração do próprio autor

Segundo Matsumoto e Sanchez (2010), os valores 148mgL^{-1} a 758mgL^{-1} e valor médio de 424mgL^{-1} , obtidos pela caracterização de esgoto doméstico na cidade de Ilha Solteira para DQO, foram com valores semelhantes aos anotados em esta investigação.

Série de sólidos no esgoto doméstico

Os valores da série sólidos segundo as análises realizadas nas amostras coletadas de esgoto doméstico estão apresentadas na **Tabela 8**.

Tabela 8 – Resultados da série sólidos obtidos em coletas de esgoto doméstico

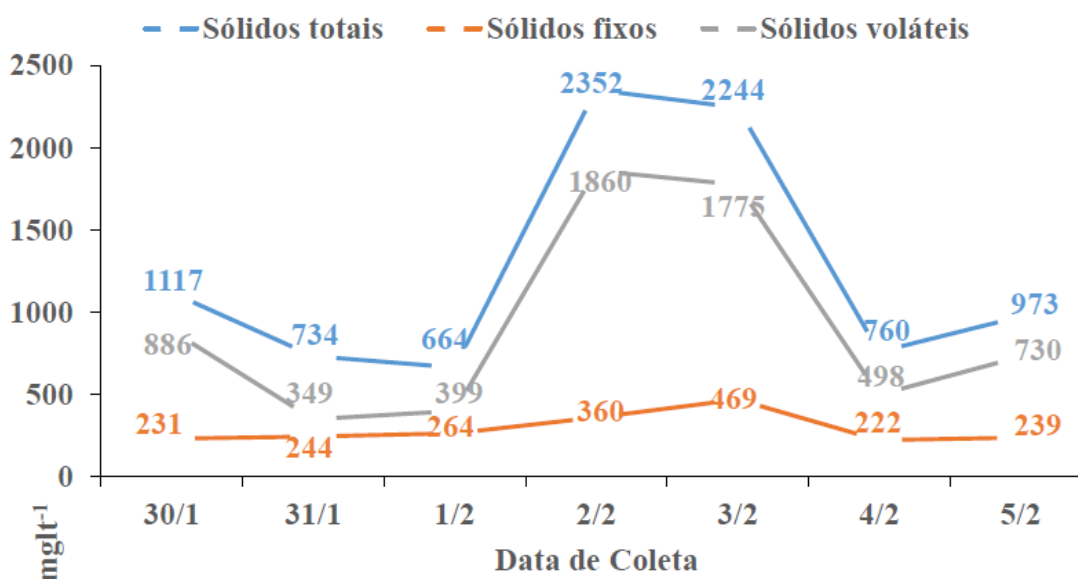
Data	S.T (mgL ⁻¹)	S.T.F (mgL ⁻¹)	S.T.V (mgL ⁻¹)	S.S.T (mgL ⁻¹)	S.S.F (mgL ⁻¹)	S.S.V (mgL ⁻¹)
30/01/17	1.117	231	886	271	64	207
31/01/17	734	244	349	370	158	509
01/02/17	664	264	399	248	182	67
02/02/17	2.352	360	1.860	125	38	53
03/02/17	2.244	469	1.775	102	31	71
04/02/17	760	222	498	133	61	132
05/02/17	973	239	730	97	13	97
Media	1.263	290	928	192	78	162

S.T: sólidos totais; S.T.F: sólidos totais fixos; S.T.V: sólidos totais voláteis; S.S.T: sólidos suspensos totais; S.S.F: sólidos suspensos fixos; S.S.V: sólidos suspensos voláteis.

Fonte: Elaboração do próprio autor

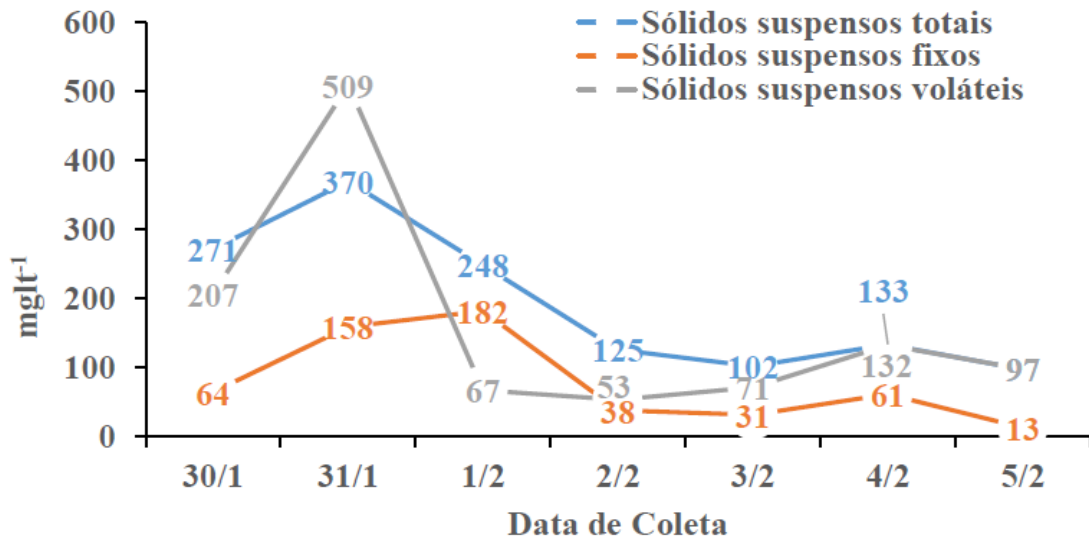
Segundo Matsumoto e Sanchez (2010), os valores de 409, 176 e 232 mgL⁻¹ para Sólidos Totais, Fixos e Voláteis foram os obtidos na caracterização de esgoto doméstico da cidade de Ilha Solteira, uma diferença significativa somente nos Sólidos Totais em relação aos resultados obtidos neste estudo. Para os valores para Sólidos Suspensos Totais, Fixos e Voláteis de 169,60 e 109 mgL⁻¹ apresentam semelhança a os valores deste estudo. As variações da concentração da série de sólidos segundo resultados das análises das amostras coletadas do esgoto doméstico ficam expostos na **Figura 30 e 31**.

Figura 30 – Resultados de Sólidos Totais obtidos em coletas de esgoto doméstico



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura 31 – Resultados de Sólidos Totais Suspensos obtidos em coletas de esgoto doméstico



Fonte: Elaboração do próprio autor

5.2.1 Solução sintética oleosa

Os O & G utilizadas na solução sintética nos testes de bioadsorção em sistemas de batelada e coluna de leito fixo com o bagaço de cana-de-açúcar, foram calculadas como unidade de concentração em porcentagem de massa-volumem pela Equação 8 (CHANG, 2002).

$$\% \text{ m/v} = \left(\frac{\text{g}_{\text{sóluto}}}{\text{mL}_{\text{disl}}} \right) \cdot 100 \dots\dots\dots (8)$$

Os cálculos estão apresentados no Anexo II.

5.3 ENSAIOS DE ADSORÇÃO EM BATELADA

5.3.1 Influência de granulometria de bagaço de cana-de-açúcar

As quatro granulometrias do bagaço, resultaram em valores de bioadsorção ou remoção encontram-se expostos na **Tabela 9**.

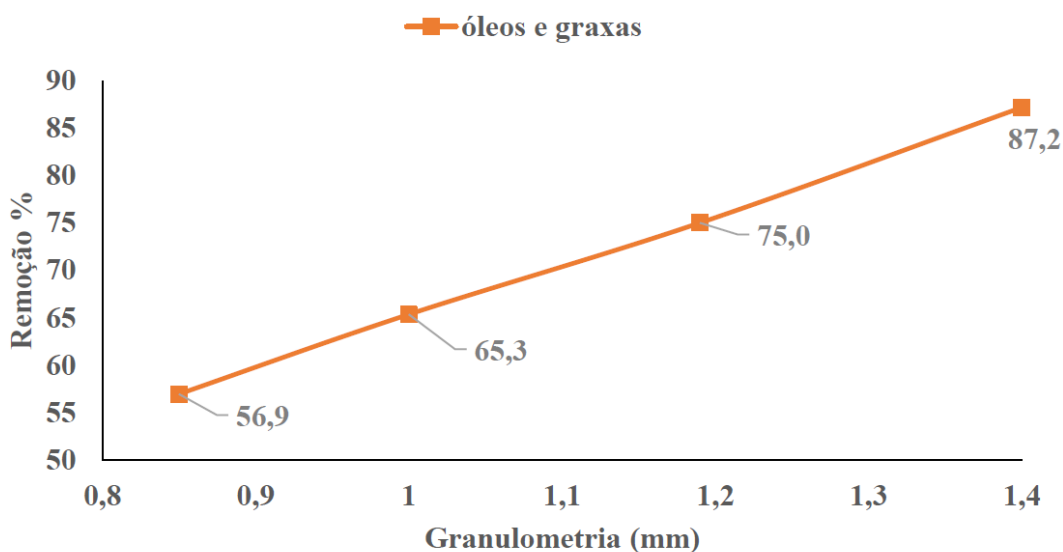
Tabela 9 – Resultados de bioadsorção com granulometria de bagaço de cana-de-açúcar

Granulometria mm	Bagaço		Concentração óleos e graxas mg. L ⁻¹			Volume L	Remoção (%)
	Massa gr	Teórica C ₀	Experimental C ₀	Equilíbrio C _e			
1,40	1,000	250	238	30,5	0,1	87,18	
1,19	1,000	250	238	56,5	0,1	75,00	
1,00	1,000	250	238	82,5	0,1	65,34	
0,85	1,000	250	238	102,5	0,1	56,93	

Fonte: Elaboração do próprio autor

As porcentagens de remoção de O & G por bioadsorção de bagaço apresentou maior valor para granulometria 1,4mm.

As quantidades adsorvidas da solução sintética encontram-se expostas na **Figura 32**.

Figura 32 –Variação da Bioadsorção em diferentes granulometrias de bagaço de cana-de-açúcar

Fonte: Elaboração do próprio autor

Segundo Moreira (2010), o aumento na porcentagem de remoção ou bioadsorção de O & G com granulometria pode ser atribuído ao acréscimo ocorrido no tamanho dos poros disponíveis para adsorção, aumentando dessa forma, o percentual de remoção.

5.3.2 Efeito da dosagem do bagaço de cana-de-açúcar

Os resultados da quantidade (qe) de O & G bioadsorvida pelo bagaço de cana-de-açúcar obtida em ensaios em batelada para diferente dosagem de massa de bagaço e sua porcentagem de remoção estão apresentados na **Tabela 10**.

Tabela 10 – Resultados por dosagem de bagaço de cana-de-açúcar

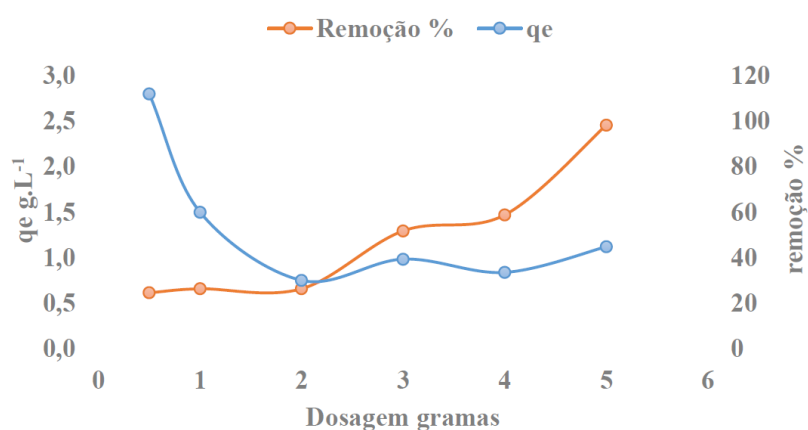
Massa g	Volume L	C ₀	C ₀ -C _e	q _e mg. g ⁻¹	Remoção (%)
0,5	0,1	57	0,014	2,80	24,56
1	0,1	57	0,015	1,50	26,32
2	0,1	57	0,015	0,75	26,32
3	0,1	57	0,029	0,98	51,75
4	0,1	57	0,033	0,84	58,77
5	0,1	57	0,056	1,12	98,25

Fonte: Elaboração do próprio autor

A percentagem de remoção de O & G aumenta com incremento da dosagem de adsorvente de 0,5 a 5g, atribuída ao incremento da área de superfície e disponibilidade de mais sítios ativos para adsorção.

Também pode ocorrer redução da área de superfície de adsorção disponível para moléculas de O & G como resultantes de sobreposição ou agregação de sítios de adsorção devido ao aumento da quantidade de bagaço, o coeficiente (q_e) de O & G adsorvido em termos da massa unitária pode diminuir. O percentual de remoção máxima foi obtido com 5,0g, e aumento da dose de adsorvente alterou o rendimento de adsorção, isto deve-se à ligação de quase todas as moléculas à superfície de adsorvente e ao estabelecimento de equilíbrio entre às moléculas na solução sintética oleosa e bagaço de cana-de-açúcar.

Os dois efeitos resultante devido a dosagem de bagaço estão exibidos na **Figura 33**.

Figura 33 – Variação da Bioadsorção por dosagem de bagaço de cana-de-açúcar

Fonte: Elaboração do próprio autor

Segundo Chowdhury; Chakraborty; Saha (2010), considerações aos fenômenos descritos por bioadsorção com bagaço foram observados.

5.3.3 Equilíbrio de adsorção com bagaço de cana-de-açúcar

Os resultados obtidos pela aplicação de modelos matemáticos de Langmuir e Freundlich estão apresentados nas **Tabela 11 e 12**.

Tabela 11 – Resultados de adsorção pelo bagaço de cana-de-açúcar

Nº	Massa g	C ₀ g. L ⁻¹	C _e g. L ⁻¹	q _e g. g ⁻¹	Log 1/C _e	Log 1/q _e
1	1,000	0,095	0,017	0,00165	-1,108	-2,782
2	1,000	0,095	0,023	0,00225	-1,143	-2,648
3	1,000	0,095	-0,024	-0,00245	-0,924	0,000
4	1,000	0,095	-0,032	-0,00325	-0,896	0,000
5	1,000	0,095	0,020	0,00205	-1,131	-2,689
6	1,000	0,095	-0,011	-0,00115	-0,975	0,000

Fonte: Elaboração do próprio autor

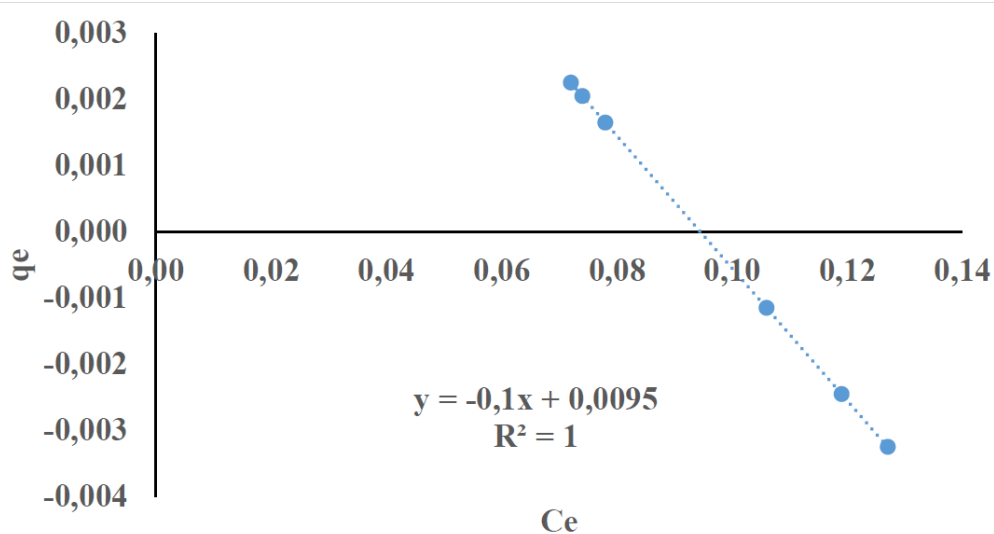
Tabela 12 – Parâmetros para os modelos matemáticos de Langmuir e Freundlich

Ó & G	Isoterma Langmuir				Isoterma Freundlich			
	q _{max} (g. g ⁻¹)	K _L (L/g)	R _L	R ²	1/n	n	K _f (L/g)	R ²
	0,10	1.940	0,994	0,988	-3,90	-0,255	1.224,14	0,99

Fonte: Elaboração do próprio autor

A isoterma determinada por q_e versus C_e está exibida na **Figura 34**.

Figura 34 – Isoterma de adsorção do bagaço de cana-de-açúcar



Fonte: Elaboração do próprio autor

A configuração de isoterma do tipo linear, mostra que uma quantidade de O & G em solução sintética foi retida por unidade de bagaço de cana-de-açúcar, sendo proporcional à concentração de equilíbrio de O & G na fase líquida.

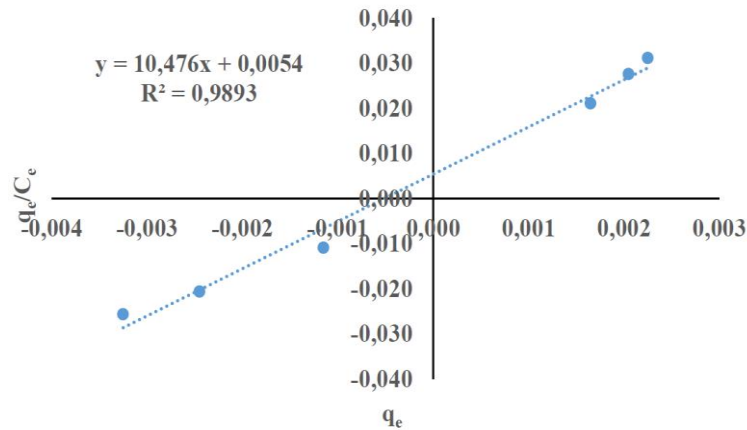
O melhor ajuste de dados foi obtido pelo modelo de Langmuir, este resultado era esperado, pois o modelo considera a heterogeneidade do bagaço de cana-de-açúcar. A interpretação do modelo de Langmuir à capacidade máxima de adsorção resultou em $q_m = 100\text{mgg}^{-1}$. O fator de separação R_L esteve em intervalo de 0 e 1, indicando processo de adsorção favorável.

As constantes K_L e K_F apresentam valores altos com maior interação do material adsorvente e solução contendo o contaminante. No modelo de Freundlich, a constante n apresentou valor negativo e foi rejeitada.

Os coeficientes de correlação R^2 de ambos os modelos ficaram próximos a 1, mostrando eficiência na adsorção tanto para o modelo de Langmuir como para o modelo de Freundlich.

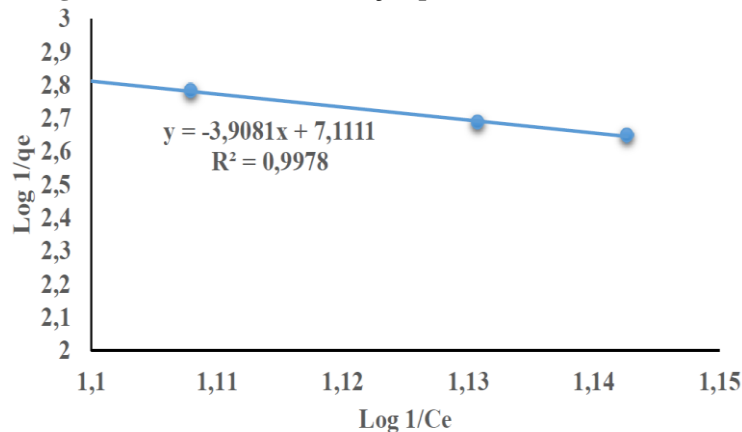
Os dois modelos e suas interpretações estão demonstrados nas **Figura 35 e 36**.

Figura 35 – Isoterma de adsorção pelo modelo de Langmuir



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura. 36 -Isoterma de adsorção pelo modelo de Freundlich



Fonte: Elaboração do próprio autor

5.4 ENSAIOS DE ADSORÇÃO EM COLUNA DE LEITO FIXO

Os resultados dos parâmetros físicos de sistemas em coluna com leito fixo de bagaço de cana-de-açúcar estão apresentados em **Tabela 13**.

Tabela 13 - Parâmetros físicos de sistemas de colunas de leito fixo com bagaço

Parâmetros	Símbolo	Unidade	Col. vidro1	Col. vidro 2	Plástico 3
Concentração inicial	C_0	mg/L	250	250	250
Diâmetro da coluna	d_L	cm	2	2	7
Comprimento do leito	L	cm	22	22	22
Volume da coluna vazia	V_L	cm ³	157,08	157,08	2424,5
Massa do adsorvente na coluna	M	g	5	5	130
Massa específica aparente	ρ_{ap}	g.cm ⁻³	0,424	0,485	0,424
Massa específica empacotamento	ρ_E	g.cm ⁻³	0,032	0,032	0,054
Volume das partículas	V_{ap}	cm ³	0,084	157,08	2424,5
Porosidade do leito	E	adim	0,923	0,934	0,873

Fonte: Adaptado de Nascimento et al. (2014).

As sínteses de resultados de ensaios por leito fixo em colunas estão apresentadas na **Tabela 14**.

Tabla 14 – Resultados de bioadsorção em colunas com leito fixo de bagaço

Tamanho	C_0 (g.L ⁻¹)	C_e/C_0	Altura leito (cm)	Vazão mL.min ⁻¹	Vol. trespasse mL	Tempo trespasse min	C_e/C_0	Vol. exaustão. mL	Tempo exaustão. min
1.40	0,238	0,040	22	4	250	46,49	0,716	1850	386,40
1.19	0,018	0,083	22	4	50	39,25	0,861	300	55,15
1.40	0,042	0,260	22	4	500	72,0	1,000	3000	802,2

Fonte: Elaboração do próprio autor

Os resultados para cada ensaio em colunas de vidro estão apresentados nas **Tabelas 15 e 16**.

Tabela 15 – Resultados de bioadsorção de ensaio em coluna de vidro 1

C_e (g)	C_0 (g)	C_e/C_0	Volume mL	Tempo Min
0,009	0,238	0,040	250	46,49
0,018	0,238	0,076	300	56,34
0,022	0,238	0,092	350	63,00
0,061	0,238	0,256	400	67,80
0,099	0,238	0,416	450	73,20
0,117	0,238	0,489	1450	306,0
0,129	0,238	0,542	1700	361,8
0,133	0,238	0,561	1750	371,4
0,138	0,238	0,580	1800	378,0
0,170	0,238	0,716	1850	386,4

Fonte: Elaboração do próprio autor

Os resultados de ensaio na coluna 1 em vidro (bureta) indicaram que o bagaço no início a remoção de O & G com C_e/C_0 em 0,04 representou 4% em C_b , com 46,49min de tempo de traspasse. Quando C_e/C_0 alcançou 0,716 ou 71,6 % em C_x o tempo de exaustão foi de 386,4min.

Tabela 16 Resultados de bioadsorção de ensaio em coluna de vidro 2

C_e (g)	C_0 (g)	C_e/C_0	VOLUME mL	Tempo Min
0,002	0,018	0,083	50	39,25
0,005	0,018	0,278	100	52,24
0,006	0,018	0,333	150	53,18
0,007	0,018	0,417	200	53,59
0,014	0,018	0,750	250	54,34
0,016	0,018	0,861	300	55,15

Fonte: Elaboração do próprio autor

Os resultados de ensaio na coluna 2 em vidro (bureta) indicaram que o bagaço no início, a remoção de O & G com C_e/C_0 em 0,083 e representou 8% em C_b , com 39,25min de tempo de traspasse. Quando C_e/C_0 , C_x alcançou 0,861 ou 86% em C_x , assim o tempo de exaustão foi de 55,15 min.

Os resultados para o ensaio em coluna de plástico estão apresentados na **Tabela 17**.

Tabela 17 Resultados de bioadsorção em coluna de plástico 3

C_e (g)	C_0 (g)	C_e/C_0	VOLUME mL	Tempo Min
0,011	0,042	0,26	500	72,00
0,013	0,042	0,30	750	128,4
0,014	0,042	0,35	1250	263,4
0,026	0,042	0,63	1500	330,0
0,031	0,042	0,75	1750	388,8
0,038	0,042	0,92	2000	450,6
0,039	0,042	0,93	2500	610,8
0,042	0,042	1,00	3000	802,2

Fonte: Elaboração do próprio autor

Os resultados de ensaio na coluna 3 em plástico (PVC) indicaram que o bagaço iniciou a remoção de O & G com C_e/C_0 em 0,26, o que representou 26% em C_b , com 72min de tempo de traspasse. Quando C_e/C_0 alcançou 1 ou 100 % em C_x , o tempo de exaustão foi de 802,2min.

As curvas de ruptura (breaktrough) nas quais estão indicados os coeficientes C_x , e C_b , estão apresentados na **Figura 37**.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Pelos resultados do trabalho obtidos nos ensaios demonstraram eficiência de remoção de O & G da solução sintética pelo bagaço da cana-de-açúcar, concluindo-se que o mesmo poderá ser utilizado como alternativa para o tratamento por bioadsorção deste elemento presente em esgoto doméstico.

Com método simples de peneiramento do material adsorvente foram obtidos resultados significativos influenciados pelo tamanho relativo das amostras, tempo de contato do processo, frequência de vibração, equipamento empregado (peneira circular) e normatização aplicadas na classificação de bagaço.

Assim ficou evidenciado que as conduções de ensaios de granulometria para materiais com alto grau de polimorfismo (disparidade de tamanhos) demandam atenção especial quanto às metodologias empregadas (processo de separação e análise dos resultados), uma vez que as conduções de técnicas inapropriadas podem acarretar em resultados não fidedignos.

Quando comparados os métodos de adsorção, em batelada e coluna de leito fixo, foram verificados que ambos métodos demonstraram bons resultados em eficácia e aplicabilidade.

Desta forma, pode-se concluir que o resíduo, bagaço de cana-de-açúcar, teve bom desempenho como bioadsorvente nas condições estudadas com boa correlação entre os resultados numéricos com os resultados experimentais.

7 CONCLUSÕES

Pelos resultados expostos pode-se concluir que o bagaço de cana-de-açúcar pode ser utilizado como um bioadsorvente.

Os valores de pH em torno de 4 indicaram que a carga superficial foi positiva e, portanto, a adsorção de ânions é favorecida.

Pela granulometria em teste de adsorção com bagaço de cana-de-açúcar, o diâmetro de partícula de 1,40mm adsorveu 102,5mgg⁻¹ de O & G, equivalente a 43,07 %.

A melhor dosagem de bagaço de cana-de-açúcar foi de 0,5g e removeu 0,0028gg⁻¹ com uma concentração inicial de 0,057gL⁻¹.

O melhor ajuste para os dados obtidos foi pelo modelo de Langmuir que correspondeu ao coeficiente de correlação R² de 0,988.

A máxima capacidade de adsorção (q_{max}) de O & G foi de 0,1gg⁻¹.

O fator de separação R_L esteve em intervalo de 0 e 1, indica que o processo de adsorção é favorável.

Em coluna de leito fixo e concentração inicial (C₀) de 0,238 gL⁻¹ foi possível remover 5 % equivalentes 0,021gL⁻¹ no ponto de ruptura e dentro do valor dos parâmetros da Resolução Conama 430/2011.

Os testes granulométricos com partículas de bagaço de cana-de-açúcar de 1,00 e 0,85mm em ensaio com leito fixo, não demonstraram resultados significativos e apresentaram empacotamento que bloqueava a passagem do fluido.

Pelas curvas de ruptura e suas formas indicaram resistência em zona de transferência de massa (ZTM), apresentando-se mais estreitas e mais inclinada.

A forma alongada do bagaço com maior massa e menor concentração inicial, o que evidencia uma maior capacidade de adsorção.

8 RECOMENDAÇÕES

Recomenda-se realizar análises de área superficial específica e parâmetro de poros BET, em bagaço de-cana-de-açúcar e determinar as possíveis modificações de estrutura para melhorar retenção de O & G.

Utilizar um efluente com características reais para análise da eficiência de bioadsorção do bagaço da cana-de-açúcar.

Para diâmetro e altura de coluna sugere-se que no mínimo, três valores sejam estudados, possibilitando uma melhor previsão da capacidade de funcionamento da coluna de bioadsorvente.

Determinar o potencial Zeta de bioadsorvente bem como o ponto de carga zero (pH_{ZPC}) para melhor elucidar o fenômeno de bioadsorção.

Testar o processo de bioadsorção por bagaço de cana-de-açúcar em seu ciclo completo como e quando ocorrem a saturação de carga, dessorção ou regeneração e lavagem, determinando o maior rendimento prático possível.

Testar as colunas do leito fixo com condições experimentais de diferentes vazões de alimentação e compactação do leito fixo e assim determinar as curvas de ruptura e as condições mais favoráveis de bioadsorção pelo bagaço de cana-de-açúcar.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 6508**: determinação da massa específica de grãos de dolos. Rio de Janeiro, 1984 a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. – ABNT. **NBR 7181**: solo análise granulométrica. Rio de Janeiro, 1984 b.

ALBERTINI, S.; CARMO, L.; FILHO, L. Utilização de serragem e bagaço de cana-de-açúcar para adsorção de cádmio. **Revista Ciência e Tecnologia Alimentícia**, Lins, v. 27, n. 1, p. 113-118, 2007.

ALFREDO, C. A. P. **Adsorção de azul de metileno em casca de batata utilizando sistemas em batelada e coluna de leito fixo**. 2013. 55 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnólogo em Processos Químicos) - Coordenação do Curso de Tecnologia em Processos Químicos, Universidade Tecnológica federal do Paraná, Toledo, 2013.

APHA, AWWA, WEF– **Standard Methods For Examination of Water And Wasterwater** American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) e Water Environment Federation (WEF), 21^a ed, (2005)

AQUINO, D. M. F. **Estudo da adsorção de fenol utilizando biomassa residual para aplicação no tratamento de água produzida na indústria do petróleo**. 2015. 39 f Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Petróleo) - Curso de Engenharia de Petróleo Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

BRANDÃO, C. P. **Avaliação do uso de do bagaço de cana como adsorvente para remoção de contaminantes, derivados do petróleo, de efluentes**. 2006. 147 f. Dissertação (Mestrado Engenharia Química) - Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2006.

BRASIL. Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução no 357, de 17 de março de 2005, **Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA**, Brasília, 2011. <[Http://antigo.semace.ce.gov.br/integracao/biblioteca/legislacao/conteudolegislacao.asp?cd=95](http://antigo.semace.ce.gov.br/integracao/biblioteca/legislacao/conteudolegislacao.asp?cd=95)>. Acesso em: 3 jan. 2017.

BRASIL. Resolução nº 357, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, **Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA**, Brasília, 2005. <[Http://antigo.semace.ce.gov.br/integracao/biblioteca/legislacao/conteudolegislacao.asp?cd=95](http://antigo.semace.ce.gov.br/integracao/biblioteca/legislacao/conteudolegislacao.asp?cd=95)>. Acesso em: 3 jan. 2017.

BONI, T. H. **Aplicação de biomassa na redução do teor de óleos e graxas presentes em efluentes aquosos**. 2012. 121 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

BORBA, C. E. et al. Estudo da cinética e do equilíbrio de adsorção dos corantes azul turquesa QG e amarelo reativo 3r em carvão ativado. **ENGEVISTA**, Rio de Janeiro, v. 14, n. 2, p. 135-142, 2012.

CECCHET, J. et al. Tratamento de efluente de refinaria de óleo de soja por sistema de flotação por ar dissolvido. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, Campina Grande, v. 14, n.1, p. 81-86, 2009.

COELHO, R. P. **Reciclagem e desenvolvimento sustentável no Brasil**. Óleos vegetais: produção, consumo e reciclagem de óleos vegetais. 2009. Disponível em: <http://ecologia.icb.ufmg.br/~rpcoelho/Livro_Reciclagem/Projeto_Cezar/cap%2010%20oleos%20vegetais.pdf>. Acesso em: 26 mar. 2013.

CURBELO, S. F. **Estudo da remoção de óleo em águas produzidas na indústria de petróleo, por adsorção em coluna utilizando a vermiculita expandida e hidrofobizada**. 2002. 88 f. Dissertação (Mestrado Engenharia Química) - Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade de Rio Grande Norte, Natal, 2002.

CHANG, R. **Química**. 7. ed. México: McGraw-Hill, 2002.

CHOWDHURY, S.; CHAKRABORTY, S.; SAHA D. P. Removal of crystal violet from aqueous solution by adsorption onto eggshells: equilibrium, kinetics, Thermodynamics and artificial neural network modeling. **Waste Biomass**, Dordrecht, v. 13, n. 4, p. 655-664, 2010.

DEPARTAMENTO AUTÔNOMO DE ESTRADAS E RODAGEM - DAER. **Manual de normas da DAER**. Porto Alegre: DAER, 2001. 160 p. Disponível em: <www.daer.rs.gov.br/.../27154711-manual-de-ensaios-vol-i.pdf>. Acesso em: 24 out. 2017.

FIGUEREIDO, R. S. **Estudo da adsorção de manganês em batelada e coluna de leito fixo utilizando zeólita sintética**. 2014. 80 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) -. Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal Ouro Preto, Ouro Preto, 2014.

GEURGEL, A V. L. **Mercerização e modificação química de celulose e bagaço de cana-de-açúcar com anidrido succínico e trietilenotetramina: Preparação de novos materiais quelantes para a adsorção de Pb (II), Cd (II), Cr (VI) e Cu (II)**. 2007. 180 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) – Pós-Graduação em Recursos Hídricos, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2007.

GRAEBIN, O. G. **Secagem do bagaço de cana de açúcar e estudo da sua aplicação na remoção de metal pesado**. 2014. 113 f. Dissertação (Mestrado, Engenharia Química) - Programa de Pós-graduação “Stricto Sensu” em Engenharia Química, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Toledo, 2014.

GIMARÃES, V. et al. Avaliação estatística da determinação do teor de óleos e graxas em efluente doméstico. In: SIMPÓSIO ÍTALO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL,6, 2002, Vitoria. **Anais...** Vitória: [S.n.], 2002. p. 1-6.

GUIMARÃES, D. **Tratamento de efluentes ricos em sulfato por adsorção em resinas de troca iônica**. 2010. 173 f. Dissertação (Mestrado Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2010.

LAGO, S. M.; ROCHA, F. W. O óleo de fritura residual como matéria-prima para a produção de biodiesel, tendo como pontos de coletas estabelecimentos de ensino. **Revista Gestão Sustentável Ambiental**, Florianópolis, v. 6, n. 1, p. 402 – 431, 2017.

LANGMUIR, I. The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum. **Journal of American Chemical Society**, v. 40, n. 9, p. 1361-1403, set. 1918. Disponível em: <<http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ja02242a004>>. Acesso em: 2 set. 2013.

MAGALHÃES, A. M. **Modelagem do processo de filtração de água residuária de suinocultura em materiais orgânicos**. 2005. 102 f. Tese (*Doctor Scientiae*) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2005.

MATSUMOTO, T.; SANCHEZ, I. Eficiencia del tratamiento de aguas residuales por lagunas facultativas e implicaciones en la salud. **Centro de Estudios en Salud**, Nariño, v. 1, n. 12, p. 65-77, 2010.

MELHENBACHER, V. C. (Cord.). **The analysis of fats and oils**. Lasa: Edição URMO. 1977. V. 6, 629 p.

MENDES, A.; CASTRO, H. F. Aplicação de lipases no tratamento de águas residuárias, **Química Nova**, São Paulo, v. 28, n. 2, p. 296-305, 2005.

METCALF; EDDY. **Wastewater Engineering: treatment disposal and reuse**. 4. ed. Boston: McGraw, Hill, 2003. 1819 p.

MOREIRA, D. R. **Desenvolvimento de adsorventes naturais para tratamento de efluentes de galvanoplastia**. 2010. 79 f. Dissertação (Mestrado Engenharia e Tecnologia de Materiais) - Programa de Pós-graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

NASCIMENTO, R. F. et al. **Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais**. Fortaleza: Imprensa Universitária, 2014. 256 p.

OLIVEIRA, J. et al. Caracterização físico-química de resíduos oleosos do saneamento e dos óleos e graxas extraídos visando a conversão em biocombustíveis. **Química Nova**, São Paulo, v. 37, n. 4, p. 597-602, 2014. Disponível em: <<http://quimicanova.s bq.org.br/imagebank/pdf/v37n4a04.pdf>>. Acesso em: 24 out. 2017.

OLIVEIRA, J. et al. Utilização do bagaço de cana-de-açúcar como adsorvente na redução da acidez de óleo residual para produção de biodiesel. **Revista Tecnológica**, Maringá, n. esp. 2015. p. 83-91, 2015. Disponível em: <<http://periodicos.uem.br/ojs/index.php/RevTecnol/article/view/26008/14820>>. Acesso em: 24 out. 2017.

ORSATO, F.; HERMES, E.; BOAS, M., Eficiência de remoção de óleos e graxas de uma estação de tratamento de esgoto sanitário. **Engenharia Ambiental**, Espírito Santo do Pinhal, v. 7, n. 4, p. 249-256, 2010.

PAIVA, E. et al. Remoção do óleo da água produzida sintética utilizando bagaço de cana-de-açúcar como adsorvente. In CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 11, 2015, Campinas. **Anais...** Campinas: Unicamp, 2015. p. 1-6.

PÉREZ, P. N. **Modelagem fluidodinâmica do bagaço de cana-de-açúcar: Projeto de gaseificador de leito fluidizado borbulhante**. 2016. 181 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

RAVELO, C. S. **Avaliação e otimização de pré-tratamentos e hidrólise enzimática do bagaço de cana-de-açúcar para a produção de etanol de segunda geração**. 2010. 414 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2010.

SOUZA, T. et al. **Avaliação do uso de biomassa como adsorvente para a separação de contaminantes orgânicos em efluentes líquidos**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA EM INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 6, 2005, Campinas. **Anais...**Campinas: Unicamp, 2005. p. 1-6.

SANTOS, G. E.; SANCHEZ, L. O.; SILVA, H. F. Desempenho de biomassas na adsorção de hidrocarbonetos em efluentes aquosos. **Química Nova**, São Paulo, v. 30, n. 2, p. 327-331, 2007.

SANTOS, M. C. **Uso de cascas de laranja como adsorvente de contaminantes no tratamento de água**. 2015. 162 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Ambientais) - Campus Experimental de Sorocaba, Universidade Estadual Paulista, Sorocaba, 2015;

VASQUES, R. V. **Caracterização e aplicação de adsorvente para remoção de corantes de efluentes têxteis em batelada e colunas de leito fixo**. 2008. 153 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Química) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, Universidade de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

VIVAS, L. F. **Caracterização de argilas e biomassa da cana-de-açúcar e utilização como adsorventes na remoção de BTX**. 2013. 126 f. Dissertação (Mestre em Química) – Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, Universidade Estadual Paulista, São José do Rio Preto, 2013.

VON SPERLING, M. **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos**. 2. ed. Belo Horizonte: Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental da Universidade Federal de Minas Gerais, 1996. 243 p.

WAEKENS, B. **Tratamento de efluentes industriais mediante a aplicação de argila organofílica e carvão ativado granular**. 2010. 116 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Engenharia Hidráulica e Sanitária, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

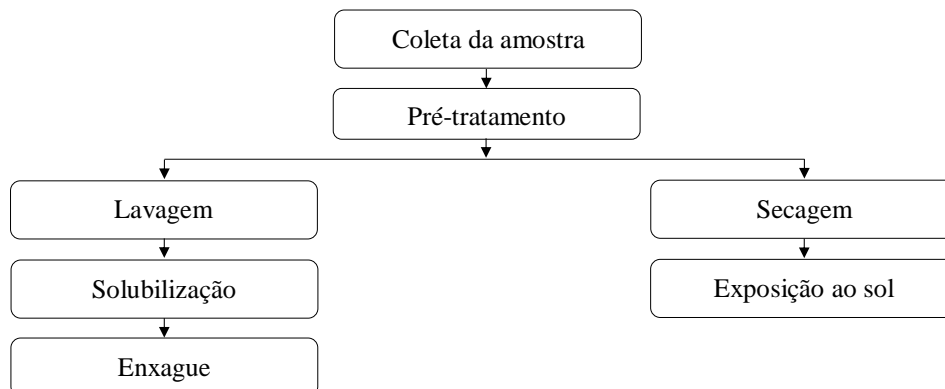
ZANON, E. **Estudo de agentes adsorventes para a redução do índice de acidez de óleo residual para a produção de biodiesel**. 2013. 43 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnólogo Biocombustíveis) – Curso Superior de Tecnologia em Biocombustíveis, Universidade Federal do Paraná, Palotina, 2013.

ANEXO I

I.1 ENSAIO DE GRANULOMETRIA POR PENEIRAMENTO

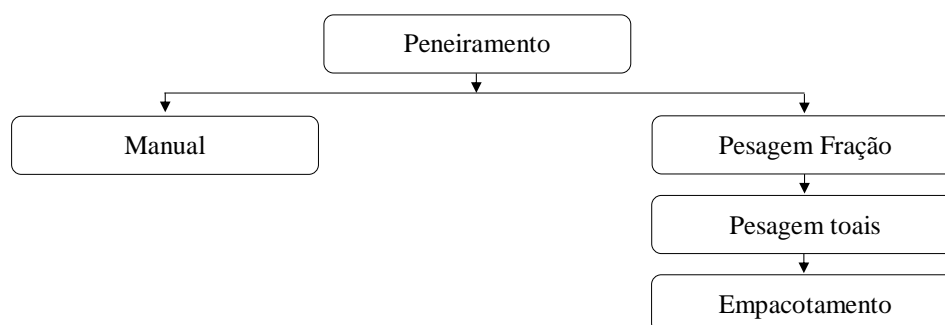
Os procedimentos do pré-tratamento e seleção de bagaço de-cana-de-açúcar com peneira padronizada Tyler se exibem na **Figura AI1 e AI2**, respectivamente. Além se descrevem as relações com seus resultados do análises granulométrico em **Tabela AI1**.

Figura AI1 - Procedimento metodológico do pré-tratamento da biomassa



Fonte: Elaboração do próprio autor

Figura AI2 - Procedimento metodológico da seleção granulométrica da biomassa



Fonte: Elaboração do próprio autor

Tabela AI1 - Definições dos cálculos dos parâmetros ensaio de granulometria

D _{pi} (mm)	Massa Pesada (m _i) (g)	Fração Mássica (Δx _i) (-)	Diâmetro Médio $\overline{Dp_i}$ (mm)	Fração Peneirada (x _i) (-)	Fração Retida (y _i) (-)	Δx _i / $\overline{Dp_i}$ (-)
D ₁	m ₁	m ₁ /m _t	D ₁	1 - Δx ₁	1 - x ₁	Δx ₁ / $\overline{Dp_1}$
D ₂	m ₂	m ₂ /m _t	(D ₂ +D ₁) / 2	x ₁ - Δx ₂	1 - x ₂	Δx ₂ / $\overline{Dp_2}$
D ₃	m ₃	m ₃ /m _t	(D ₃ +D ₂) / 2	x ₂ - Δx ₃	1 - x ₃	Δx ₃ / $\overline{Dp_3}$
D ₄	m ₄	m ₄ /m _t	(D ₄ +D ₃) / 2	x ₃ - Δx ₄	1 - x ₄	Δx ₄ / $\overline{Dp_4}$
D ₅	m ₅	m ₅ /m _t	(D ₅ +D ₄) / 2	x ₄ - Δx ₅	1 - x ₅	Δx ₅ / $\overline{Dp_5}$
D ₆	m ₆	m ₆ /m _t	(D ₆ +D ₅) / 2	x ₅ - Δx ₆	1 - x ₆	Δx ₆ / $\overline{Dp_6}$
D ₇	m ₇	m ₇ /m _t	(D ₇ +D ₆) / 2	x ₆ - Δx ₇	1 - x ₇	Δx ₇ / $\overline{Dp_7}$
D ₈	m ₈	m ₈ /m _t	(D ₈ +D ₇) / 2	x ₇ - Δx ₈	1 - x ₈	Δx ₈ / $\overline{Dp_8}$
-	m _t = Σm _i	ΣΔx _i =1	-	-	-	Δx _i / $\overline{Dp_i}$

Fonte: Jordan et al. (2016)

- Fração Mássica (Δxi): razão entre a “massa retida na peneira” e a “massa total da amostra”;
- Diâmetro médio ($\overline{D_{pi}}$): média aritmética da abertura da referida peneira e a imediatamente superior;
- Fração Peneirada (xi): fração de material que efetivamente “passou” pela referida peneira;
- Fração Retida (yi): fração de material que efetivamente ficou retida na referida peneira;
- Razão $\Delta xi/\overline{D_{pi}}$: razão entre a Fração Mássica e o Diâmetro Médio.

I.1.1 MÉTODO DE DETERMINAÇÃO PARA ENSAIO GRANULOMETRICO

As peneiras acoplam-se umas nas outras, formando uma coluna de peneiramento, empilhadas de menor para maior no sentido ascendente. Na base encaixa-se uma peneira “cega”, denominada “panela”, que recebe as partículas que atravessaram toda a coluna sem retenção nas peneiras. Pode ser utilizado agitação manual sem compressão por 10 minutos em cada ciclo. Para determinação da granulometria foram utilizadas peneiras padronizadas da série de Taylor *mesh* 3; 4; 8; 9; 12; 14; 16; e as partículas retidas e separadas de bagaço de cana-de-açúcar foram pesadas.

Também foram utilizadas peneiras da padronização na Série Tyler (Americana) sendo a mais comumente utilizada no Brasil, a qual encontram determinadas na **Tabela AI2**.

Tabela AI2 - Especificações de malhas de peneiras Tyler utilizadas

Mesh	Abertura livre (mm)			Diâmetro fio		Intervalo de diâmetro (Tyler)	Tamanho $\overline{D_i}$ Milímetros
	Polegadas	Mícrones	Milímetros	Polegadas	Milímetros		
3	0,2650	6730	6,30	0,070	1,78	3+4	5,53
4	0,1870	4760	4,76	0,065	1,65	-4+8	3,56
8	0,0929	2360	2,36	0,032	0,813	-8+9	2,18
9	0,0787	2000	2,00	0,033	0,838	+9+12	1,70
12	0,0511	1400	1,40	0,028	0,711	-12+14	1,29
14	0,0468	1190	1,19	0,025	0,635	-14+16	1,09
16	0,0393	1000	1,00	0,0235	0,596	-16+20	0,92
20	0,0334	850	0,85	0,0172	0,437	20	-

Fonte: Elaboração do próprio autor

I.1.2 APARELHAGEM

- a) Série de peneiras Taylor; no total de oito
- b) Balança com capacidade de 1kg sensível a 0,001 g;
- c) Balança com capacidade de 20kg sensível a 1g;
- d) Estufa elétrica capaz de manter a temperatura entre 105°C e 110°C;
- e) Pinça metálica para retirar objetos da estufa;
- f) Bandejas metálicas;
- g) Repartidor das amostras

I.1.3 CÁLCULO

A determinação da fração mássica retida segue o exemplo (peneira de 12 mesh) tem-se:

$$\text{Fração}_{+12} \% = \frac{M_{+12}}{M_{+12} + M_{1/4} + M_4 + M_8 + M_9 + M_{14} + M_{16} + M_{20}} \times 100$$

M_{12} : Massa das partículas retidas na peneira de 12 mesh, em g

$M_{1/4}$: Massa das partículas retidas na peneira de 1/4 mesh, em g

M_4 : Massa das partículas retidas na peneira de 4 mesh, em g

M_8 : Massa das partículas retidas na peneira de 8 mesh, em g

M_9 : Massa das partículas retidas na peneira de 9 mesh, em g

M_{14} : Massa das partículas retidas na peneira de 14 mesh, em g

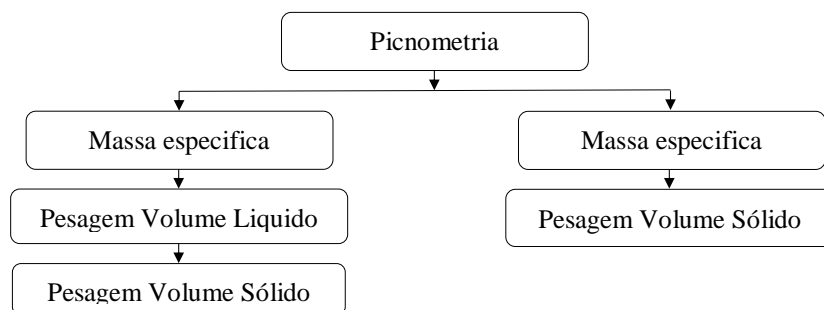
M_{16} : Massa das partículas retidas na peneira de 16 mesh, em g

M_{20} : Massa das partículas retidas na peneira de 20 mesh, em g

I.2 ENSAIO MASSA ESPECIFICA APARENTE E ADSOLUTA

O procedimento metodológico de determinação de massas específicas encontram-se indicadas na **Figura AI3**.

Figura AI3 - Procedimento metodológico para cálculo das massas específicas



Fonte: Elaboração do próprio autor

I.2.1 OBJETIVO

Determinar por médio da técnica de uso de picnômetro, as massas específicas aparente e absoluta pelo tamanho de partícula 1,4; 1,19; 1;0; 0,85mm

I.2.2 MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO

O picnômetro é um pequeno frasco de vidro onde o volume do fluido é invariável. Ele possui uma abertura e tampa. Neste experimento foi utilizado picnômetro para medir a massa específica aparente (relativa em relação à água) de um sólido.

I.2.3 APARELHAGEM

- a) Picnômetro de 100 ml
- b) Capsula de porcelana
- h) Balança com capacidade de 1kg sensível a 0,001 g
- c) Repartidor de amostras
- d) Becker

I.2.4 ENSAIO

I.2.4.1 Massa específica aparente

Procedimento:

- a) Pesar o picnômetro vazio;
- b) Completar o picnômetro com água deionizada até que a base do menisco coincida com a marca de referência. Utilizar conta gotas para maior precisão;
- c) Pesar o picnômetro com água deionizada;
- d) Colocar a amostra na capsula de porcelana pesar um gramo da mesma;
- e) Pesar o material sólido de biomassa;
- f) Anotar na folha de ensaio o número do picnômetro;
- g) Transferir a amostra para o picnômetro;
- h) Completar com água deionizada até atingir aproximadamente metade do volume do picnômetro; durante pelo menos quinze minutos agitar o picnômetro a intervalos regulares de tempo sem provocar turbulência no conteúdo;
- i) Completar o conteúdo do picnômetro com água deionizada até um centímetro abaixo da base do gargalo e aplicar novamente agitação;
- j) Completar o picnômetro com água deionizada até que a base do menisco coincida com a marca de referência. Utilizar um conta gotas para maior precisão;
- k) Deixar o picnômetro em repouso por 24 horas até que se equilibre a saída do ar; completar o picnômetro, utilizando um conta gotas, até que a base do menisco coincida com a marca de referência; enxugar a parte externa do picnômetro e parte interna do gargalo acima do

menisco; pesar o picnômetro com água e material sólido de biomassa (com precisão de 0,001) e anotar este valor na folha de ensaio como “peso do pic. + biomassa + água”;

- l) Calcule a massa de água deslocada;
- m) Calcule a massa específica da biomassa

I.2.4.2 Massa específica absoluta

Procedimento:

- a) Pesar o picnômetro vazio;
- b) Completar o picnômetro com biomassa até que a base do menisco coincida com a marca de referência;
- c) Pesar o picnômetro com o material sólido de biomassa (com precisão de 0,001) e anotar este valor na folha de ensaio como “peso do pic. + biomassa + água”;
- d) Calcule a massa específica da biomassa

I.2.5 CÁLCULO

Cálculo da massa específica do líquido de teste

$$D_l = \frac{m_{b+1} - m_b}{100}$$

Em que:

m_{b+1} → Peso do balão volumétrico + líquido de teste;

m_b → Peso do balão volumétrico vazio;

D_l → Densidade do líquido de teste, em g/cm³;

100 → Volume do picnômetro, em cm³.

Cálculo da massa específica aparente:

$$D_p = \frac{m_p}{25 - \frac{(m_{b+1+p} - m_b - m_p)}{D_l}}$$

Em que:

D_p → Massa específica aparente do propante, em g/cm³;

$m_p \rightarrow$ Massa do propante, em g;

$m_{b+l+p} \rightarrow$ Massa do balão mais o líquido de teste mais o propante, em g;

$m_b \rightarrow$ Massa do balão vazio, em g;

$D_1 \rightarrow$ Massa específica do líquido de teste, em g/cm³;

100 \rightarrow Volume do picnômetro, em cm³

Massa específica absoluta

$$\rho_{granel} = \frac{W_{bs} - W_b}{V_i}$$

Em que:

W_{bs} = Peso do recipiente cheio. [kg]

W_b = Peso do recipiente vazio. [kg]

V_i = Volume interno do recipiente. [m³]

ANEXO II

II.1 ENSAIO DA SÉRIE SÓLIDOS

El objetivo da presente metodologia é a quantificação por um procedimento analítico a determinação dos sólidos apresentados nas Figuras AII1 e AII2.

II.1.1 PROCEDIMENTO

A série de sólidos é determinada pelos pesos dos resíduos secos sob condições específicas. Para sólidos totais, uma amostra homogênea é evaporada em uma capsula previamente pesado e seca até peso constante a uma temperatura de 103 a 105°C. A amostra pode ser filtrada em filtro seco e pesado, com poro de diâmetro $\leq 1,2\mu\text{m}$ antes da evaporação.

Neste caso, o material retido no filtro é seco a 103 a 105 °C para determinar os sólidos em suspensão e dissolvidos, respectivamente. As amostras mencionadas podem ser depois calcinadas a 550 °C. resfriada e pesada para determinar os sólidos fixos, e por diferença, os sólidos voláteis.

II.1.2 COLETA E PRESERVAÇÃO DA AMOSTRA

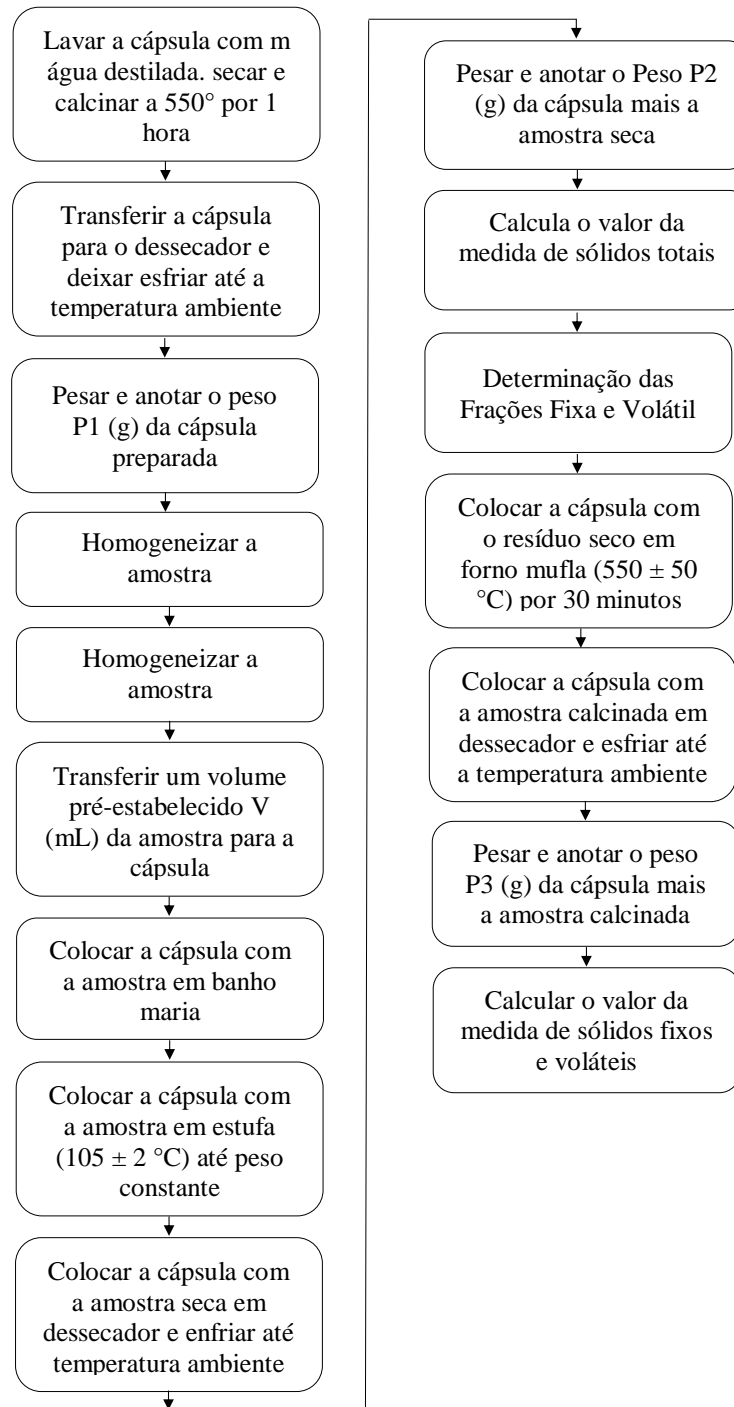
As a mostras são coletadas em frascos tipo plástico, após verificar que o material em suspensão não adere às paredes do frasco. As análises são realizadas, dentro de 24 horas. As amostras foram analisadas a temperatura ambiente.

II.1.3 APARELHAGEM

- a) Aparato de filtração a vácuo
- b) Balança analítica
- c) Banho-maria
- d) Capsulas de porcelana com capacidade de 100 mL
- e) Estufas de secagem, uma a 103-105°C e a outra a $180\pm 2^\circ\text{C}$
- f) Filtros de fibra de vidro, sem resina ligante e com poro $< 2\mu\text{m}$ (tipo Whatman 934AH, ou equivalente).
- g) Mufla a 550 °C
- h) Provetas de 100 MI
- i) Pipetas de 10 mL

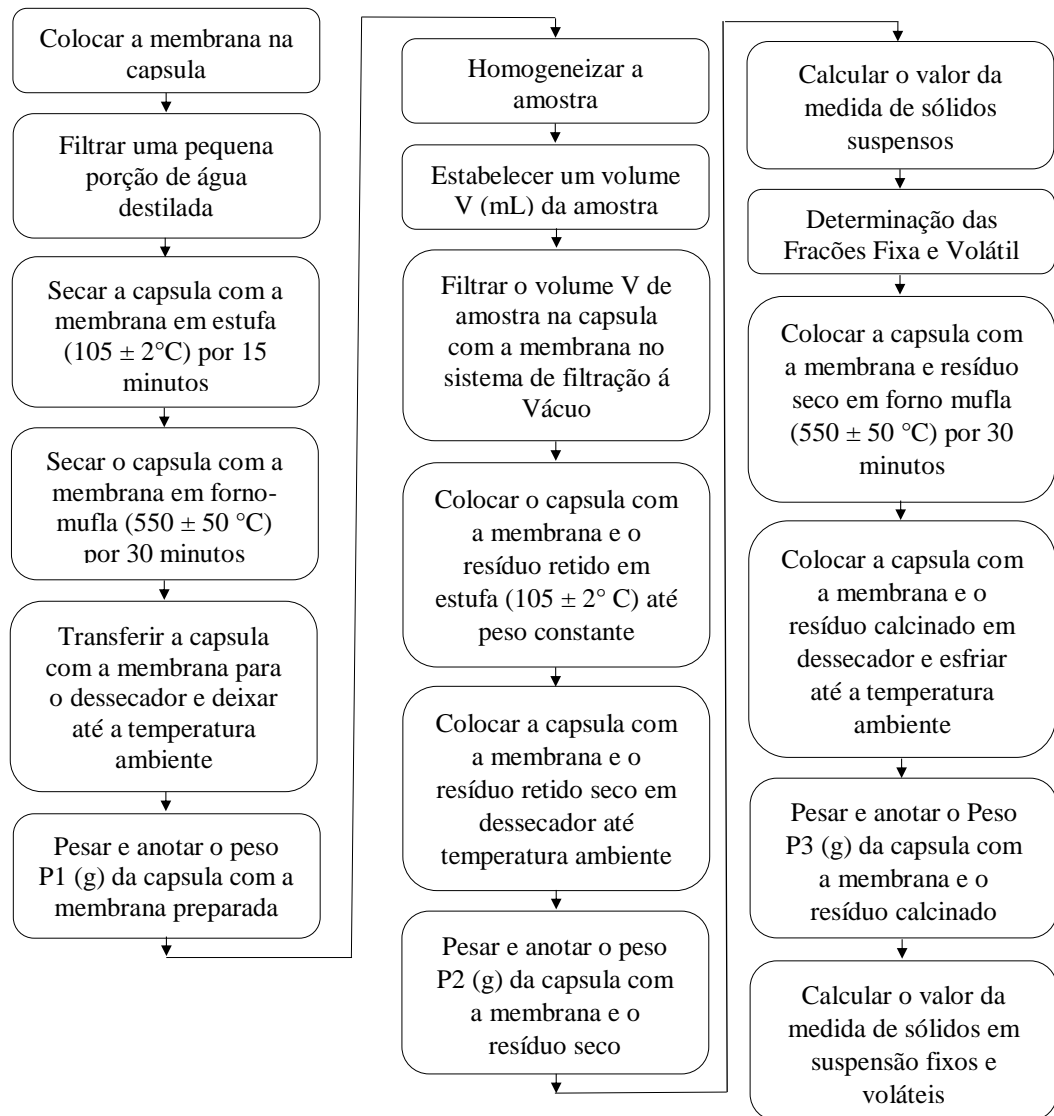
II.1.4 ENSAIO

Figura AIII - Procedimento metodológico de análises sólidos totais fixos e voláteis



Fonte: Sabesp. (1999)

Figura AII2 - Procedimento metodológico de análises sólidos suspensos totais fixos e voláteis



Fonte: Sabesp. (1999)

II.1.5 CÁLCULO

II.1.5.1 Sólidos totais

$$\text{mg/L} \dots \text{sólidos totais} = \frac{(A - B)}{\text{volume amostra, L}}$$

Em que: A = Peso seco do resíduo + capsula, mg
 B = Peso seco da capsula, mg

III.1.5.2 Sólidos em suspensão totais

$$\text{mg/L} \dots \text{sólidos em suspensão totais SST} = \frac{(C - D)}{\text{volume amostra, L}}$$

Em que:

C = Peso seco do resíduo, capsula e filtro, mg

D = Peso seco da capsula e filtro, mg

III.1.5.3 Sólidos fixos (SF) e voláteis (SV)

$$\text{mg/L} \dots \text{sólidos totais fixos (STF)} = \frac{(A - F)}{\text{volume amostra, L}}$$

Em que: A = Peso seco do resíduo, capsula antes de calcinação, mg

F = Peso seco do resíduo e capsula após a calcinação, mg

Por diferença, mg/L sólidos totais voláteis (STV) = ST – STF

$$\text{mg/L} \dots \text{sólidos em suspensão fixos (STF)} = \frac{(C - G)}{\text{volume amostra, L}}$$

Em que:

C = Peso seco do resíduo, capsula e filtro antes de calcinação, mg

G = Peso seco do resíduo e capsula e filtro após a calcinação, mg

Por diferença, mg/L sólidos em suspensão voláteis (SSV) = SST-SSF

II.2 ENSAIO DAS ÓLEOS E GRAXAS

El objetivo da presente metodologia é determinar a quantificação de óleos e graxas pelo método de extração Soxhlet (bloco digestor, condensador) por solvente n-Hexano.

II.2.1 COLETA E PRESERVAÇÃO DA AMOSTRA

A amostra foi coletada em um recipiente de polietileno com um volume de 1000ml. Para a preservação da amostra se usa ácido clorídrico concentrado até $\text{pH} < 2,0$. As análises foram feitas dentro das 24 horas seguintes.

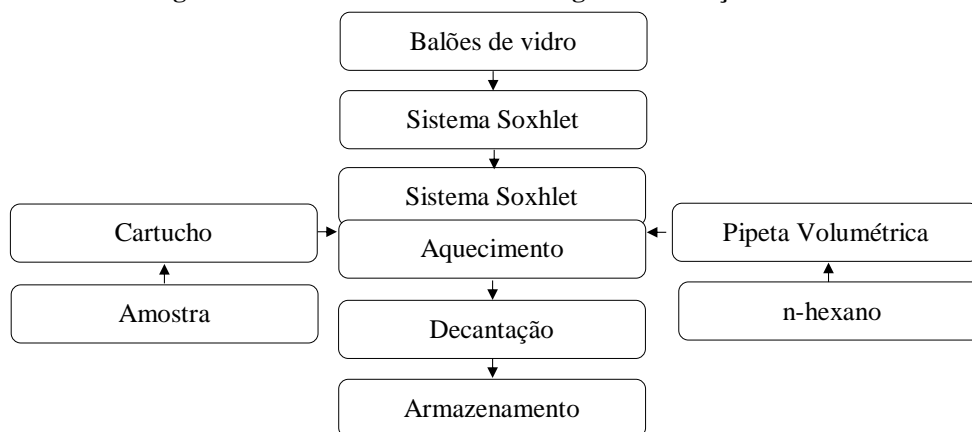
II.2.2 APARELHAGEM

- a) Erlenmeyer;
- b) Proveta graduada de 100 ml;
- c) Becker de 100 ml;
- d) Kitassato 500 mL;
- e) Bomba à vácuo;
- f) Funil de Buckner;
- g) Papel de filtro de 47 mm de diâmetro (tipo Whatman 40);
- h) Balança analítica;
- i) Estufa a 105°C ;
- j) Bloco digestor para determinação de óleos e graxas;
- k) Dessecador;
- l) Aquecedor (150°C);
- m) Capsula;
- n) Areia;
- o) Pinça metálica;
- p) Balão volumétrico de 1L;
- q) Cartucho de celulose;
- r) Becker de 100 mL;
- s) Becker para amostra;

II.2.3 REAGENTES

- a) Ácido clorídrico concentrado (usar 1mL do ácido para cada 80mL da amostra).
- b) n-Hexano.

II.2.4 ENSAIOS

Figura AII3- Procedimento metodológico de extração Soxhlet

Fonte: Elaboração do próprio autor

- a) Secar o balão do aparelho de Soxhlet em estufa à 105°C durante 30 minutos para secagem;
- b) Em seguida coloca-los no dessecador até atingir a temperatura ambiente;
- c) Pesar em balança analítica. (P₀);
- d) Preparação do filtro; cortar a folha de papel filtro em círculos de 47mm de diâmetro, para colocar o tecido de musseline e ajustar ao funil de Buckner. Umedece-lo com água destilada, usando uma pisseta;
- e) Conectar o funil de Buckner no Kitassato de 2L e este à linha de vácuo, usando o Kitassato de 500mL como sistema de segurança (intermediário);
- f) No sistema a vácuo montado, passar pelo funil de Buckner 100mL de suspensão auxiliar de filtração e em seguida lavar o filtro com 1L de água destilada. Aplicar o vácuo até esgotar a água pelo filtro;
- g) Colocar um volume de amostra representativa no Becker e acidificá-la na proporção 1mL/80mL, em seguida filtre a amostra aplicando o vácuo;
- h) Com a pinça enrolar o filtro + tecido e transferi-los para o cartucho de celulose. Limpar o Becker que continha a amostra acidificada e o funil, usando pedaços de papel de filtro umedecidos com solvente (n-hexano), tomando cuidado para remover todo o filme formado pelos óleos e graxas presentes, coletando todo o material sólido existente. Colocar todos os pedaços de papel no cartucho de celulose;
- i) Tampar o cartucho usando lã de vidro. e colocá-lo em um Becker de 100mL;
- j) Secar o conjunto a 105°C por 30 minutos (tempo recomendado para a análise);
- k) Encaixar o cartucho no circuito do bloco digestor;

- l) Ligar a água para alimentar os condensadores;
- m) Com uma proveta medir 120mL de n-hexano e colocar no copinho;
- n) Encaixar os copinhos no bloco digestor, fechando o sistema. O bloco digestor deverá ser programado para atingir a temperatura de 110°C;
- o) Deixar o cartucho imerso durante 4h (tempo recomendado para a análise) a temperatura de 110°C;
- p) Retirar os copinhos do circuito e leva-los para estufa à 105°C, por 30 minutos;
- q) Colocar os copinhos no dessecador até atingir a temperatura ambiente, pesá-los em balança analítica.

II.2.5 CÁLCULO

$$\text{mg de O \& G/L} = \frac{(A-B) \times 1.000}{V}$$

Em que:

A= peso do balão após a destilação da amostra, em gramas

B = peso do balão vazio, em gramas

V = volume da amostra, em litros

II.3 ENSAIO DA DEMANDA QUIMICA DE OXIGÊNIO - DQO

O método de digestão do dicromato, trata-se de uma reação de oxidação em meio fortemente ácido (ácido crômico e sulfúrico) e elevada temperatura na presença de um catalizador (o sulfato de prata). É usado o dicromato de potássio (cromo na forma de Cr^{6-}) devido a sua forte capacidade oxidante, facilidade de manipulação e aplicabilidade, além de ser um padrão primário.

A utilização de um catalizador, como o sulfato de prata, é necessária para tornar possível a oxidação de compostos alifáticos de cadeia reta.

Após a oxidação da matéria orgânica presente, a DQO é obtida diretamente (mg O_2/L) no espectrofotômetro DR 2000, através de uma curva padrão inserida no laboratório.

II.3.1 COLETA E PRESERVAÇÃO DA AMOSTRA

As amostras para esta análise devem estar bem homogêneas, principalmente aquelas que contenham muito sólidos sedimentáveis, como o caso dos esgotos, tornando necessário uma cuidadosa homogeneização antes de se tomar a alíquota adequada. Desta forma devem ser observados os seguintes itens:

- Tipo de frasco: polietileno;
- Volume necessário: 1000 ml;
- Preservação da amostra: adiciona-se ácido sulfúrico concentrado até $\text{pH} \leq 2$. e refrigeração à 4°C;
- Prazo de análise: 7 dias.

II.3.2 APARELHAGEM

- a) Espectrofotômetro DR2000 ou similar ($\lambda = 600\text{nm}$);
- b) Tubo tipo ensaio de vidro com tampa roscável
- c) Bloco digestor com capacidade de 150 °C
- d) Balões volumétricos
- e) Pipetas volumétricas
- f) Becker 100, 250 e 500mL
- g) Agitador magnético
- h) Espátulas

Tabela AIII - Concentração dos reagentes versus dimensões do tubo de digestão (DQO)

Tubo de digestão	Amostra (mL)	Solução de digestão (mL)	Reagente de ácido sulfúrico (mL)	Volume Total (mL)
16 x 100 mm	2,5	3,5	1,5	7,5
Ampola padrão de 10mL	2,5	3,5	1,5	7,5

II.3.3 REAGENTES

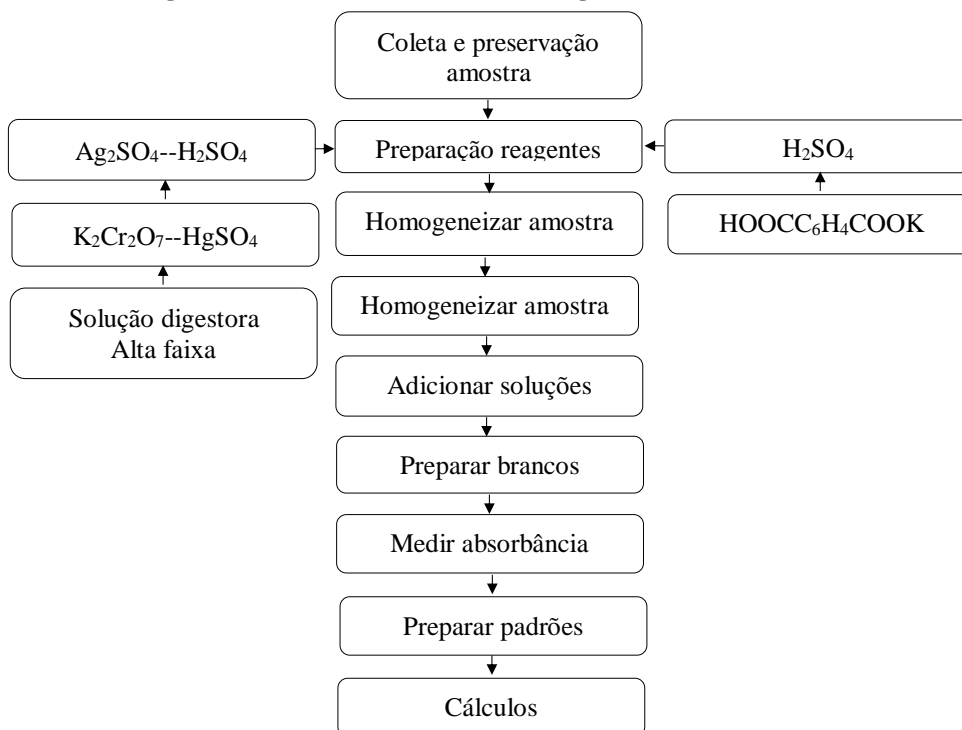
- a) Solução de digestão (Solução digestora de alta faixa): adicionar e dissolver em 500mL de água destilada 10,261g de dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ de grado primário padrão), previamente esquentado em estufa a 150°C por 2 horas. 167mL de ácido sulfúrico concentrado e 33,3g de H_2SO_4 . Dissolver e deixar esfriar e diluir com água destilada o volume em balão volumétrico de 1000 mL.
- b) Solução digestora de baixa faixa: preparar como no item a, porém usar só 1,022g de Dicromato de potássio.

- c) Ácido sulfúrico: adicionar sulfato de prata (Ag_2SO_4) cristal ou pó em ácido sulfúrico H_2SO_4 concentrado numa proporção de 5,5g de Ag_2SO_4 por kg de ácido sulfúrico concentrado. Deixar repousar de 1 a 2d para dissolver. Agitar.
- d) Solução Ftalato de hidrogênio de potássio padrão (KHP): $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$, amassar ligeiramente e secar a 110°C por 2h até um peso constante. Pesar 425mg e diluir em aproximadamente 500ml de água destilada e então completar o volume para 1000ml em balão volumétrico. O KHP tem uma DQO teórica de $500\mu\text{g O}_2\text{ml}^{-1}$. Relação teórica entre o biftalato de potássio e a DQO: 1mg de biftalato de potássio= 1,171mg O_2 .
- e) Ácido sulfúrico concentrado: Ácido sulfúrico 20%: dissolver 20mL de H_2SO_4 concentrado para cada 100mL de solução.

II.3.4 PROCEDIMENTOS COM AS AMOSTRAS

Segue o procedimento metodológico aplicado descrito na Figura AII.5.

Figura AII.5 - Procedimento metodológico de análise da DQO



Fonte: Elaboração do próprio autor

PROCEDIMENTO:

- a) Homogeneizar a amostra e com o auxílio de uma pipeta, transferir 2,5mL para o tubo de ensaio (resultado da análise depende de uma boa homogeneização).
 - b) Adicionar 1,5mL da solução digestora e cuidadosamente adicionar 3,5mL da solução de ácido sulfúrico/sulfato de prata.
 - c) Feche firmemente os tubos e inverta eles várias vezes até ter uma mistura homogênea. Deixar resfriar.
 - d) Preparar brancos (sem solução padrão), sem e com digestão. Esfriar as amostras lento para evitar a formação de precipitados.
 - e) Misturar o conteúdo da reação no tubo com a água condensada e a matéria insolúvel. Permitir que a matéria suspensa fique estabilizada e assegure a trajetória ótica seja clara.
 - f) Medir a absorvância de cada amostra branco e padrão no comprimento de onda respectivo (420nm – 600nm). A 600nm, use um branco não digerido como solução de referência. Analise um branco digerido para conferir os reagentes de análise e assim determinar o valor do branco de DQO, subtrair o valor do branco das amostras de DQO; alternadamente. Usar um branco digerido como a solução de referência uma vez se tem estabelecido o branco para a solução digestora de baixa DQO.
- a) Preparar no mínimo cinco padrões a partir da solução padrão de ftalato ácido de potássio para a faixa de DQO desejada, de acordo com a tabela a seguir. e trata-los da mesma forma que as amostras.

II.3.5 CÁLCULO

$$\text{DQO (mg O}_2\text{/L)} = \frac{\text{mg O}_2 \text{ Volume final} \times 1000}{\text{mL amostra}}$$

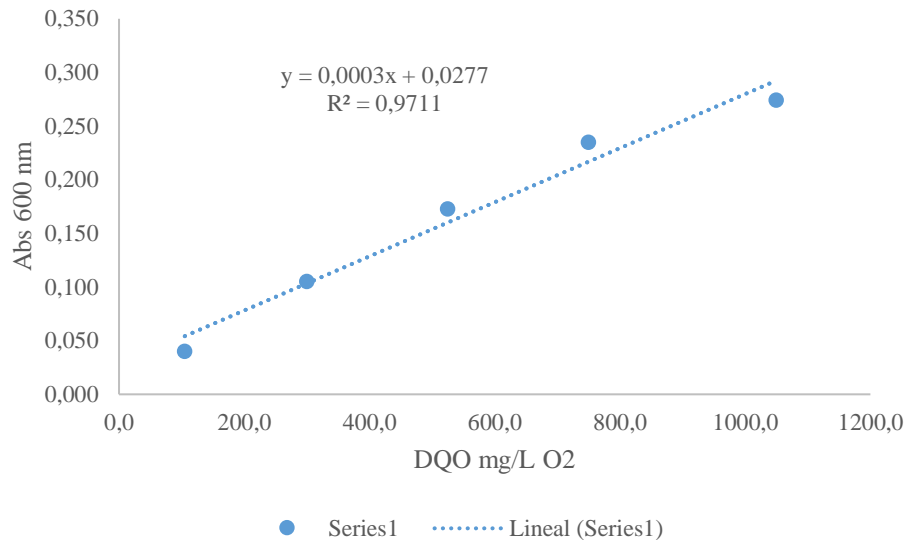
Tabela AII2 - Dados para obtenção da curva de calibração da DQO.

Concentração de DQO (mg O ₂ /L)	Volume da solução Padrão a completar para 100 (ml)	Absorvância nm
0,0 (Branco)	0,0	0,000
105	7,0	0,040
300	20	0,105
525	35	0,173
750	50	0,235
1050	70	0,274

Baseados na obtenção previa que se fizeram pela curva padrão especificado o analises os resultados da DQO das amostras calcularam-se pela aplicação da equação.

$$DQO = \frac{\text{Abs } 600 \text{ nm} - 0,0277}{0,0003}$$

Figura AII6 – Curva de calibração da DQO



II.4 pH

II.4.1 PRINCÍPIO MÉTODO (POTENCIOMETRIA)

O padrão absoluto para a determinação de pH é eletrodo de hidrogênio, mas o eletrodo de vidro é o mais comumente utilizado devido à maior facilidade de uso e manutenção. Existe também uma série de indicadores que foram calibrados contra o eletrodo de hidrogênio para determinar suas características de cor em diferentes níveis de pH, permitindo assim estimar o pH por colorimetria.

A força eletromotriz (efm) produzida entre o eletrodo de vidro e o eletrodo de referência (tipicamente o de calomelano) varia linearmente com o pH. A ampliação da diferença de potencial gerado entre os eletrodos é traduzida pela calibração direta do eletrodo de vidro com tampões-padrão. A escala operacional de pH é definida como:

$$pH_x = pH_B \pm \frac{F(E_x - E_x)}{2,303 RT}$$

Em que:

pH_x = Ph medido potenciométricamente

pH_B = Ph nominal do tampão-padrão

E_x = emf da amostra

E_s = emf do tampão-padrão

R = Constante do gás. 8.314 joules/mols. K F =

F = Faraday. 9,649 coulombs/mols

T = Temperatura absoluta. K

II.4.2 COLETA E PRESERVAÇÃO DA AMOSTRA

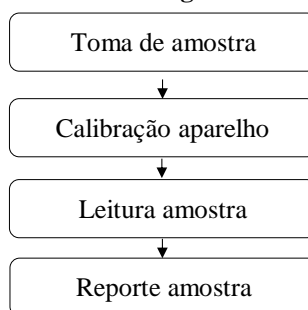
Deve-se coletar a amostra em frasco de vidro ou polietileno e analisa-la imediatamente.

II.4.3 MATERIAL

- a) Medidor de pH equipado com eletrodos de vidro e de referência;
- b) Piseta com água destilada;
- c) Papel absorvente;
- d) Béqueres de 100 mL
- e) Soluções de tampões-padrão (pH 4, 7 e 10)

II.4.4 METODOLOGIA

Figura AII7 - Procedimento metodológico em análises pH e Temperatura



Fonte: Elaboração do próprio autor

- a) Seguir o manual de instruções do medidor de pH e de armazenagem e preparo dos eletrodos.
- b) O medidor de pH é calibrado utilizando as soluções de tampões-padrão, na faixa de pH desejada. Geralmente existem dois controles: o do coeficiente linear e o do coeficiente

angular do medidor. O controle do coeficiente linear desloca a curva de resposta lateralmente para cruzar o ponto isopotencial (0mV), sem modificar a inclinação. e é ajustado com o tampão padrão pH 7. O controle do coeficiente angular gira a curva emf/pH ao redor do ponto isopotencial e é ajustado com tampão padrão ácido (ex. pH 4) ou alcalino (ex. pH 10). Após a calibração, o medidor indicará a mudança correta de mV por unidades de pH na temperatura do ensaio.

- c) Para calibrar o aparelho, enxaguar o eletrodo combinado com água destilada em excesso, secar com papel absorvente e imergi-los na solução tampão padrão pH 7. Deixar equilibrar e ajustar o controle do coeficiente linear. Remover o eletrodo, enxaguá-lo com água destilada em excesso, secar com papel absorvente e imergi-los na solução tampão pH 4 ou 10. Deixar equilibrar, e ajustar o controle do coeficiente angular. Repetir o ajuste de controles até que a leitura do aparelho acusa uma diferença menor que $\pm 0,1$ unidades de pH do valor da solução tampão.
 - a) Leitura da amostra: Imergir o eletrodo limpo e seco na amostra e deixar equilibrar por aproximadamente um minuto e depois ler o pH. Deve-se manter a amostra sob agitação suave para garantir sua homogeneidade.
 - b) Reportar o valor de pH até uma casa decimal (0,1 unidades).

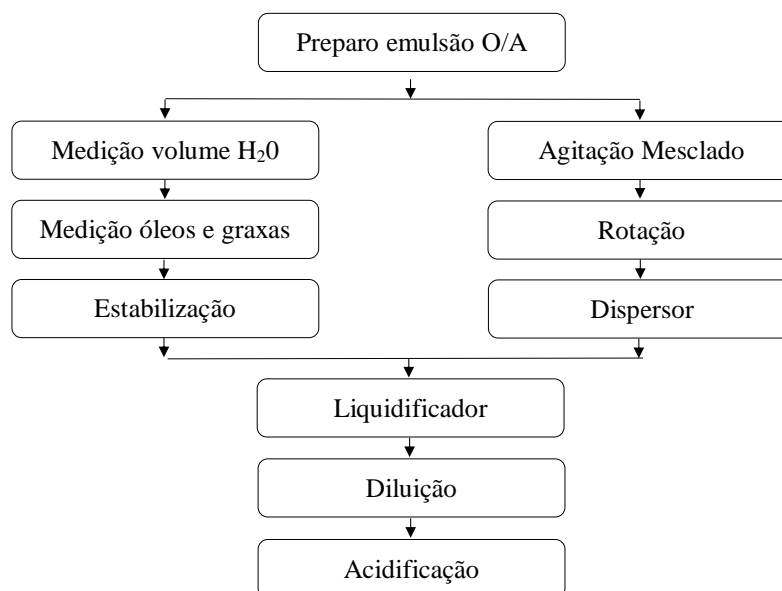
II.5 SOLUÇÃO SINTÉTICA OLEOSA

O experimento de bioadsorção foi realizado com as concentrações semelhantes às encontradas no efluente bruto de esgoto avaliado nas análises laboratoriais para sua caracterização. Os óleos e graxas usaram-se sim neguem tratamento prévio após de sua recollecção no fastfood.

O preparo da solução sintética oleosa foi feito em dispersão de água deionizada, com o conteúdo de contaminante orgânico (teórico) em condição inicial da concentração (C_0) 250mgL^{-1} a solução estoque se misturo em vidreira com ajuda do balão volumétrico (1000mL).

Segue o procedimento metodológico em a obtenção da solução sintética oleosa como o da Figura AII8.

Figura AII8 - Procedimento metodológico para preparo efluente sintético



Fonte: Elaboração do próprio autor

Para o cálculo da concentração utiliza-se a equação em porcentagem massa-volume.

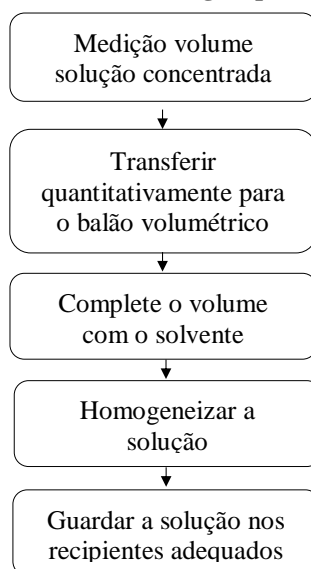
$$\% m/v = \left(\frac{g_{\text{solute}}}{mL_{\text{disl}}} \right) \cdot 100$$

Para cada litro de água deionizada, foram adicionados 0,227 ml do contaminante e adição de 12 gotículas do surfactante (detergente comum). Para acidificação das amostras foi adicionado solução de H₂SO₄ a 4,5 M, para obter pH próximo a 4,0.

As emulsões óleo/água de efluentes sintético foram geradas empregando-se um agitador magnético o Dispensor Nova Ética a uma rotação de 100rpm valor máximo alcançado em o dispensor por 5 minutos, e liquidificador Ultra a 3500rpm pôr 5 minutos respetivamente.

A partir desta solução, diluições foram realizadas a fim de se obter diferentes concentrações para efluente sintético. Utilizando-se 100mL da solução padrão e completando esses volumes em um balão de 250mL com água deionizada e ajustado o pH ácido com uma gotícula de solução H₂SO₄ a 4,5 M.

Segue o procedimento metodológico aplicado à obtenção das diluições partir da solução padrão ou estoque. Consolidado na Figura AII9.

Figura AII9- Procedimento metodológico para diluição de soluções

Fonte: Ebbing. (1998)

Para o cálculo da diluição para alíquotas de menor concentração é aplicada a equação abaixo (EBBING,1998).

$$C_i \cdot V_i = C_f \cdot V_f \quad (18)$$

Em que:

Solução Concentrada	Solução Diluída
Massa de soluto = m_s	Massa de soluto = m_s
Concentração inicial = C_i	Concentração final = C_f
Volume inicial = V_i	Volume final = V_f
$C_i = m_s / V_i$	$C_f = m_s / V_f$
$m_s = C_i \cdot V_i$	$m_s = C_f \cdot V_f$

Tabela AII3 - Preparação das diluições da solução padrão de óleos e graxas

Nº Frasco	Concentração Mg. L ⁻¹	Volumes mL		Mescla rpm	Tempo Minutos
		Diluição	Amostra		
1	250	1000	100	1600	10
2	125	250	100	1600	10
3	62,5	250	100	1600	10
4	31,2	250	100	1600	10
5	15,6	250	100	1600	10
6	7,8	250	100	1600	10

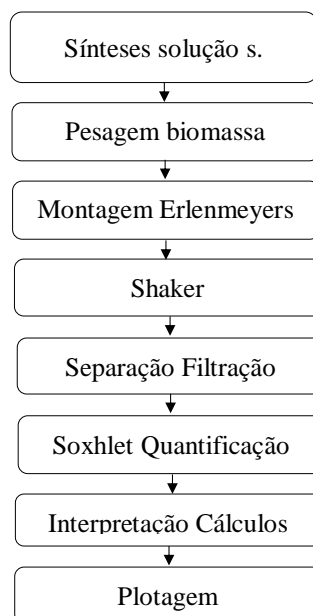
Fonte: Elaboração do próprio autor

ANEXO III

III.1 DETERMINAÇÃO DO EFEITO DOSAGEM

O procedimento metodológico empregado no ensaio se apresenta na Figura AIII1

Figura AIII1 - Procedimento metodológico para determinação do efeito dosagem



Fonte: Elaboração do próprio autor

A percentagem de remoção de óleos e graxas absorvido pelo bagaço (biomassa *Saccharum Officinarum*) foi calculada utilizando a equação

$$\% \text{ remoção} = \frac{(C_0 - C_e) * 100}{C_0}$$

Em que:

C_0 Concentração inicial de óleos e graxas (g. L^{-1});

C_e Concentração remanescente de óleos e graxas (g. L^{-1});

As quantidades adsorvidas (q_e , mg/g) foram calculadas pela equação

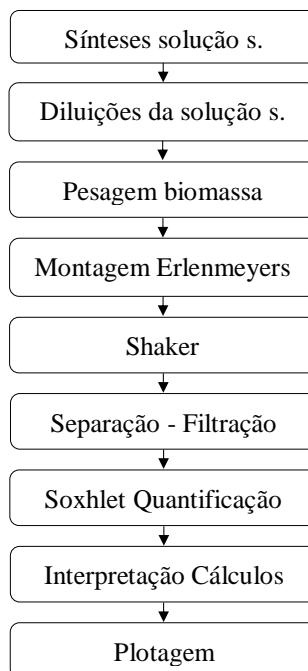
$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{w}$$

W Massa conhecida de bioadsorvente (g)

III.3.2 ENSAIO DE ADSORÇÃO EM BATELADA

Segue o procedimento metodológico para ensaio de adsorção em batelada na Figura AIII2

Figura AIII2 - Procedimento metodológico para ensaio de adsorção em batelada



Fonte: Elaboração do próprio autor

**Tabela AIII1 – Resultado método Soxhlet de óleos e graxas
Com influência do tamanho de bagaço de cana-de-açúcar
($C_0=250 \text{ mg. L}^{-1}$ pH~4. $T^\circ 25^\circ$. RPM 160. $T_c 14400$)**

Balão	Peso ₁ Tarã	Peso ₂ após Soxhlet	P ₃ massa Óleos e graxas
1	101,130	101,233	0,102
2	108,418	108,501	0,082
3	106,360	106,391	0,031
4	107,583	107,643	0,060

Fonte: Elaboração do próprio autor

**Tabela AIII2 – Resultado método Soxhlet
Efeito dosagem do bagaço de cana de açúcar
($C_0=250 \text{ mg. L}^{-1}$ pH~4. $T^\circ 25^\circ$. RPM 160. $T_c 14400$)**

Balão	Peso ₁ Tarã	Peso ₂ após Soxhlet	P ₃ massa Óleos e graxas
1	108,424	108,467	0,043
2	93,812	93,854	0,042
3	108,615	108,657	0,042
4	100,776	100,803	0,028
5	100,508	100,532	0,023
6	98,100	98,101	0,001
Branco	100,838	100,895	0,057

Fonte: Elaboração do próprio autor

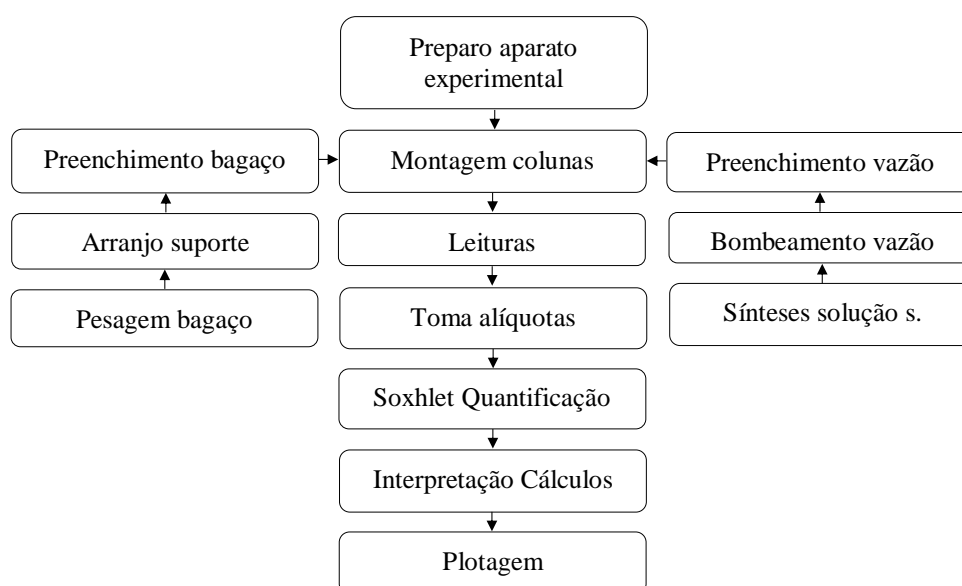
Tabela AIII3 – Resultado método Soxhlet em ensaio equilíbrio
Bagaço de cana de açúcar ($C_0=250 \text{ mg. L}^{-1}$ pH~4. $T^\circ 25^\circ$. RPM 160. $T_c 14400$)

Balão	Peso ₁ Tarã	Peso ₂ após Soxhlet	P ₃ massa Óleos e graxas
1	93,805	93,883	0,078
2	100,829	100,901	0,072
3	108,611	108,730	0,119
4	106,355	106,482	0,127
5	103,396	103,470	0,074
6	100,763	100,869	0,106
Branco	98,095	98,190	0,095

Fonte: Elaboração do próprio autor

III.3 ENSAIO DE ADSORÇÃO EM COLUNA DE LEITO FIXO

Figura AIII3 - Procedimento metodológico para ensaio adsorção em coluna de leito fixo



Fonte: Elaboração do próprio autor

Tabela AIII4 – Resultado método Soxhlet em ensaio de coluna 1
($C_0=250 \text{ mg. L}^{-1}$ pH~4. $T^\circ 25^\circ$. Vazão 4 ml.min^{-1})

Balão	Peso ₁ Tarã	Peso ₂ após Soxhlet	P ₃ massa Óleos e graxas
1	100,833	100,842	0,009
2	108,415	108,433	0,018
3	103,393	103,415	0,022
4	108,604	108,665	0,061
5	90,923	91,022	0,099
6	98,101	98,218	0,117
7	100,496	100,625	0,129
8	93,802	93,935	0,133
9	100,763	100,901	0,138
10	103,394	103,564	0,170
Branco	100,833	101,071	0,238

Fonte: Elaboração do próprio autor

Tabela AIII5 – Resultado método Soxhlet em ensaio de coluna 2
(C₀=250 mg. L⁻¹ pH~4. T° 25°. Vazão 4 ml.min⁻¹)

Balão	Peso ₁ Tarã	Peso ₂ após Soxhlet	P ₃ massa Óleos e graxas
1	101,134	101,136	0,002
2	98,100	98,105	0,005
3	90,921	90,927	0,006
4	103,394	103,402	0,007
5	100,763	100,776	0,014
6	108,422	108,438	0,016
Branco	100,7615	100,7795	0,018

Fonte: Elaboração do próprio autor

Tabela AIII6 – Resultado método Soxhlet em ensaio de coluna 3
(C₀=250 mg. L⁻¹ pH~4. T° 25°. Vazão 4 ml.min⁻¹)

Balão	Peso ₁ Tarã	Peso ₂ após Soxhlet	P ₃ massa Óleos e graxas
1	103,403	103,406	0,002
2	100,768	100,774	0,006
3	82,503	82,512	0,010
4	108,431	108,441	0,010
5	93,794	93,805	0,011
6	100,840	100,852	0,013
7	101,137	101,152	0,014
8	90,927	90,941	0,014
9	100,505	100,531	0,026
10	100,502	100,534	0,031
11	100,834	100,872	0,038
12	93,794	93,83	0,039
13	93,793	93,834	0,042
14	100,503	100,546	0,043
15	82,497	82,541	0,044
16	100,501	100,6255	0,124
17	82,397	82,522	0,125
Branco	98,1025	98,144	0,0415

Fonte: Elaboração do próprio autor