



INSTITUTO FEDERAL DO TOCANTINS
CAMPUS PALMAS
CURSO DE BACHARELADO EM ENGENHARIA CIVIL

GABRIEL SAGAI SILVA

**ADSORÇÃO DE CORANTE QUÍMICO EM CARVÃO ATIVADO: UM
ESTUDO ESTATÍSTICO**

**Palmas - TO
2023**

GABRIEL SAGAI SILVA

**ADSORÇÃO DE CORANTE QUÍMICO EM CARVÃO ATIVADO: UM
ESTUDO ESTATÍSTICO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Coordenação do Curso de Bacharelado em
Engenharia Civil foi avaliada para a obtenção
do título de Bacharel em Engenharia Civil.

Orientador: Dr. Marcelo Mendes Pedroza

**Palmas/TO
2023**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Bibliotecas do Instituto Federal do Tocantins

S586a Silva, Gabriel Sagais
ADSORÇÃO DE CORANTE QUÍMICO EM CARVÃO ATIVADO:
UM ESTUDO ESTATÍSTICO / Gabriel Sagais Silva. – Palmas, TO, 2023.
51 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Civil) –
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Tocantins, Campus
Palmas, Palmas, TO, 2023.

Orientador: Dr. Marcelo Mendes Pedroza

1. Adsorção. 2. Carvão ativado. 3. Metodologia de superfície de resposta.
I. Pedroza, Marcelo Mendes. II. Título.

CDD 624

A reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio, deste documento é autorizada para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Elaborado pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica do IFTO com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

GABRIEL SAGAI SILVA

**ADSORÇÃO DE CORANTE QUÍMICO EM CARVÃO ATIVADO: UM
ESTUDO ESTATÍSTICO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Coordenação do Curso de Bacharelado em
Engenharia Civil foi avaliada para a obtenção
do título de Bacharel em Engenharia Civil.

Orientador: Dr. Marcelo Mendes Pedroza

Aprovado em: 08/12/2023

BANCA AVALIADORA



Prof. Dr. Marcelo Mendes Pedroza

IFTO – *Campus Palmas*



Eng. Me. Ranyere do Nascimento Lôbo



Profa. Dra. Elaine da Cunha Silva Paz

IFTO – *Campus Palmas*

RESUMO

A presença de corantes químicos em efluentes é uma problemática impulsionada pelo uso desses produtos nos mais diversos processos industriais. Essa contaminação pode acarretar em danos ambientais extensos e à saúde humana direta e indiretamente – seja pela degradação do aspecto fotossintético dos corpos hídricos ou pelo consumo dessa água. Ademais, assegurar a pureza da água usada em processos produtivos é essencial para que haja a assertividade na qualidade do produto final. Um dos principais meios de eliminar essa presença de corantes é a adsorção desses compostos por carvão ativado. Visto a importância econômica e ambiental de lidar com essa contaminação, é de extremo benefício social que sejam realizadas pesquisas e estudos relativos à adsorção como método de tratamento de efluentes contaminados por corantes químicos com carvão ativado. Dessa forma foi feito um estudo estatístico sobre a adsorção do azul de metileno diluído em água por carvão ativado que possui como material precursor a casca e a coroa de abacaxi, usando como principais meios de análise planejamentos experimentais multifatoriais – Plackett-Burman para buscar as variáveis mais influentes nos resultados da adsorção e delineamento de faces centradas para otimização dessas variáveis com a geração de superfícies de resposta para tal fim, ambas tendo como ponto de análise principal ensaios de adsorção e variáveis resposta absorvância, eficiência de adsorção (em %) e razão de adsorção. Primeiramente foi realizada a caracterização do carvão ativado, determinando as seguintes propriedades: teor de umidade, 14,21%; teor de material volátil, 24,23%; teor de cinzas, 6,64%; teor de carbono, 57,93%. Os resultados obtidos com o planejamento experimental Plackett-Burman apontaram que as variáveis mais influentes no processo de adsorção, dentre as seis analisadas, foram concentração do corante em mg/L e a massa de carvão em gramas. Os resultados obtidos no planejamento experimental delineamento de faces centradas, analisando as duas variáveis independentes elencadas anteriormente, apontaram o comportamento da adsorção em relação à variação dos valores da massa de carvão e concentração de corante dentro dos intervalos estipulados, de forma que para maximizar a absorvância deve-se aumentar ambas variáveis independentes, onde seu valor máximo chegou ao valor de 0,11; a razão de adsorção é mais favorecida pela minimização da massa de carvão e aumento da concentração de corante, onde seu valor máximo chegou a 5,99.

Palavras-chave: Adsorção. Carvão ativado. Superfície de resposta. Otimização.

ABSTRACT

The presence of chemical dyes in effluents is a problem driven by the use of these products in various industrial processes. This contamination can lead to extensive environmental damage and direct or indirect risks to human health—whether through the degradation of the photosynthetic aspect of water bodies or by the consumption of this water. Furthermore, ensuring the purity of water used in production processes is essential for the accuracy of the final product quality. One of the main methods to eliminate the presence of dyes is the adsorption of these compounds by activated carbon. Given the economic and environmental importance of dealing with this contamination, it is of utmost social benefit to conduct research and studies related to adsorption as a method of treating effluents contaminated with chemical dyes using activated carbon. In this context, a statistical study was conducted on the adsorption of methylene blue diluted in water by activated carbon derived from pineapple peel and crown at a ratio of volume/volume. The study employed multifactorial experimental designs, specifically the Plackett-Burman design to identify the most influential variables in adsorption results and a central composite design for the optimization of these variables with the generation of response surfaces. Both designs focused on adsorption assays, with absorbance, adsorption efficiency (in %), and adsorption ratio as the main response variables. Firstly, the activated carbon was characterized, determining the following properties: moisture content, 14.21%; volatile matter content, 24.23%; ash content, 6.64%; carbon content, 57.93%. Results obtained from the Plackett-Burman experimental design indicated that the most influential variables in the adsorption process, among the six analyzed, were dye concentration in mg/L and the mass of carbon in grams. The results obtained from the central composite experimental design, considering the two independent variables mentioned earlier, revealed the adsorption behavior concerning the variation of carbon mass and dye concentration within the stipulated intervals. To maximize absorbance, both independent variables should be increased, reaching a maximum value of 0.11. The adsorption ratio is more favored by minimizing carbon mass and increasing dye concentration, reaching a maximum value of 5.99.

Key-words: Adsorption. Activated carbon. Response surface. Optimization.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Representação de adsorção.	4
Figura 2 - Porosidade do carvão ativado após ativação.	5
Figura 3 - Fórmula Estrutural do Azul de Metileno.	6
Figura 4 - Esquema explicativo de sistemas, fatores e respostas	7
Figura 5 - Possibilidades de conduzir experimentos para 3 variáveis estudadas.	8
Figura 6 - Fluxograma de Metodologia.	10
Figura 7 - Balança de precisão e dessecadora.	11
Figura 8 - Forno Mufla usado na determinação de teor de umidade.	12
Figura 9 - Forno Mufla usado na determinação de teor de umidade (imagem 2).	12
Figura 10 - Forno Mufla, recolhimento de cadinhos.	13
Figura 11 Forno Mufla usado na determinação dos teores de cinzas e material volátil.	14
Figura 12 - Shaker de Agitação Orbital.	15
Figura 13 - Preparação para ensaios de adsorção	16
Figura 14 - Espectrofotômetro de Duplo Feixe.	16
Figura 15 - Fatores e Respostas da Adsorção PB.	17
Figura 16 - Fatores e Respostas da Adsorção DFC	20
Figura 17 - Curva de calibração do espectrofotômetro.	23
Figura 18 - Gráfico de Pareto para a absorbância (planejamento experimental PB).	24
Figura 19 - Gráfico de Pareto para eficiência de remoção (planejamento experimental PB). .	25
Figura 20 - Gráfico de Pareto para razão de adsorção (planejamento experimental PB).	26
Figura 21 - Gráfico de Pareto para absorbância (planejamento experimental DFC).	29
Figura 22 - Gráfico de predição e resultado experimental para absorbância (planejamento experimental DFC).	30
Figura 23 - Superfície de resposta do resultado de absorbância em relação à massa de carvão e concentração de corante.	31
Figura 24 – Superfície de resposta do resultado de absorbância em relação à massa de carvão e concentração de corante, segunda imagem.	31
Figura 25 - Gráfico de Pareto para razão de adsorção (planejamento experimental DFC).	32
Figura 26 - Gráfico de predição e resultado experimental para razão de adsorção (planejamento experimental DFC).	33
Figura 27 - Superfície de resposta do resultado de razão de adsorção em relação à massa de carvão e concentração de corante.	34
Figura 28 - Superfície de resposta do resultado de razão de adsorção em relação à massa de carvão e concentração de corante, segunda imagem.	35

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Número de ensaios das matrizes de PB adequadas em função do número de fatores.	9
Tabela 2 - Variáveis dependentes e seus pontos centrais (PB).....	18
Tabela 3 - Variáveis resposta (PB).....	18
Tabela 4 - Combinações de variáveis independentes (PB).....	19
Tabela 5 - Variáveis independentes e valores (DFC).....	20
Tabela 6 - Variáveis resultado (DFC).....	21
Tabela 7 - Combinações de valores das variáveis independentes (DFC).....	21
Tabela 8 - Resultados dos teores da caracterização do carvão ativado (parte 1).....	22
Tabela 9 - Resultados dos teores da caracterização do carvão ativado (parte 2).....	22
Tabela 10 - Resultados das combinações de variáveis independentes (PB).....	23
Tabela 11 - Coeficientes de regressão para absorvância do teste de azul de metileno PB.....	24
Tabela 12 - Coeficientes de regressão para eficiência de adsorção do teste de azul de metileno PB.	26
Tabela 13 - Coeficientes de regressão para a razão de adsorção do teste de azul de metileno PB.	27
Tabela 14 - Resultados das combinações de variáveis independentes (DFC).....	28
Tabela 15 - Coeficientes de regressão para a absorvância do teste de azul de metileno DFC.	28
Tabela 16 - ANOVA referente à Absorvância (DFC).....	29
Tabela 17 - Coeficientes de regressão para a razão de adsorção do teste de azul de metileno DFC.	32
Tabela 18 - ANOVA referente à razão de adsorção (DFC).	33

LISTA DE SIGLAS

DFC – Delineamento de faces centradas

ISO – International Organization for Standardization

NBR – Norma Brasileira

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

LISTA DE SÍMBOLOS

Anova – Análise de variância

g – Gramas

L – Litros

mg – Miligramas

min - Minutos

mL – Mililitro

N – Número de ensaios

°C – Graus Celsius

pH – Potencial hidrogênico

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 JUSTIFICATIVA.....	2
2 OBJETIVOS.....	2
2.1 OBJETIVO GERAL	2
2.1.1 <i>Objetivos Específicos.....</i>	<i>2</i>
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	3
3.1 ADSORÇÃO	3
3.2 CARVÃO ATIVADO.....	4
3.3 AZUL DE METILENO	5
3.4 PLANEJAMENTOS EXPERIMENTAIS MULTIFATORIAIS	6
3.4.1 <i>Planejamento Experimental Multifatorial Plackett-Burman (PB).....</i>	<i>7</i>
3.4.2 <i>Planejamento Experimental Multifatorial Delineamento de Faces Centradas (DFC)</i>	<i>9</i>
4 MATERIAIS E MÉTODOS	9
4.1 AMOSTRA DE CARVÃO ATIVADO	10
4.1.1 <i>Teor de Umidade</i>	<i>10</i>
4.1.2 <i>Teor de Cinzas.....</i>	<i>13</i>
4.1.3 <i>Teor de Material Volátil.....</i>	<i>14</i>
4.1.4 <i>Teor de Carbono Fixo</i>	<i>15</i>
4.2 TESTE DE ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO.....	15
4.2.1 <i>Adsorção - Planejamento Experimental Plackett-Burman.....</i>	<i>17</i>
4.2.2 <i>Adsorção – Planejamento Experimental Delineamento de Faces Centradas (DFC).....</i>	<i>19</i>
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	21
5.1 CARACTERIZAÇÃO DO CARVÃO ATIVADO.....	21
5.2 TESTE DE ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PLACKETT-BURMAN.....	22
5.3 TESTE DE ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO – PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DELINEAMENTO DE FACES CENTRADAS.....	27
6 CONCLUSÃO	35
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	37

1 INTRODUÇÃO

O cenário industrial, principalmente têxtil, se vale do uso de diversas substâncias para seu funcionamento e produções, dentre elas tem-se os corantes químicos que podem contaminar efluentes e modificar sua coloração – reduzindo a qualidade da água através da diminuição da penetração da luz nos corpos hídricos e consequente desregulação do aspecto fotossintético dos organismos presentes na água (BRANDT, 2021). Além disso, vários setores industriais dependem da pureza da água que é utilizada em seus processos produtivos para assegurar a qualidade do produto final (MARIA, 2022). Dessa forma, a pureza da água em relação à corantes presentes nela é importante tanto ecologicamente quanto economicamente.

A adsorção está entre os métodos mais economicamente viáveis usados na remoção de corantes presentes em efluentes, atrelado a isso diversos trabalhos e pesquisas têm estudado a eficiência de carvão ativado como adsorvente nesse processo. Isso se deve em parte à eficiência do carvão ativado em adsorver substâncias em meio aquoso, além disso a variedade de materiais precursores que podem ser usados na produção de carvão ativado abre possibilidades imensamente benéficas sob a ótica da reciclagem de resíduos – tais como grama, borra de café, podas de árvores, entre outros materiais (ALAM, 2022).

Dentre os corantes utilizados nos processos industriais tem-se o azul de metileno que possui a fórmula química $C_{16}H_{18}ClN_3S_3H_2O$ e é descrito como um corante catiônico solúvel em água (SILVA e SANTOS, 2021). De acordo com Ferreira e Melo (2023) por conta da sua estrutura molecular aromática complexa, corantes possuem resistência à biodegradação. Além disso o azul de metileno é altamente significativo na análise geral dos corantes por possuir moléculas com alta similaridade com os demais corantes, podendo ser vista como uma substância modelo a ser analisada e tornando esse composto um objeto de estudo vantajoso no âmbito do tratamento de efluentes.

Consoante a isso, o estudo das variáveis que influenciam no processo de adsorção por carvão ativado é benéfico para melhoramento e entendimento desse método de tratamento de efluentes e consequente impulsionamento da preservação ecológica e aprimoramento do controle de qualidade em diversos setores industriais.

Este trabalho tem como objetivo empregar a metodologia de superfície de resposta em processo de adsorção de corante químico em carvão ativado derivado de casca e coroa (na proporção volume/volume) de abacaxi.

1.1 Justificativa

O aumento das atividades industriais atrelado ao crescimento populacional e outros fatores contribuem para a poluição hídrica e instigam a preocupação cada vez mais necessária com a preservação ecológica. Dentre os poluentes emitidos por indústrias, a indústria têxtil se destaca como um dos principais poluidores por despejo de efluentes contaminados com corantes químicos em corpos hídricos. Essas substâncias podem causar danos à saúde se ingeridos, além de prejudicarem a dinâmica fotossintética da água por mudarem a coloração e dificultarem a penetração de luz na água. Por conta da composição molecular desses compostos, a sua biodegradação é grandemente dificultada (SILVA, 2012).

A adsorção é o tratamento de efluentes que mais se destaca na remoção de coloração, óleos e poluentes inorgânicos. Para realização desse processo o carvão ativo é extremamente compatível por suas características físicas e químicas – tais como sua elevada área superficial. O aprimoramento dessa tecnologia traz consigo benefícios para o meio ambiente e a sociedade no geral (VALCARTENGHI e RIBEIRO, 2013).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Utilizar o carvão ativado obtido durante a degradação térmica da casca e coroa de abacaxi na proporção volume/volume em processo de adsorção do corante químico empregando a metodologia de superfície de resposta.

2.1.1 Objetivos Específicos

Caracterizar o carvão ativado empregado nessa pesquisa;

Determinar a eficiência de remoção do corante durante os testes de adsorção;

Identificar os fatores mais influentes no processo de adsorção de azul de metileno pelo carvão ativado empregado.

Apresentar um modelo estatístico de superfície de resposta e a otimização das variáveis resposta associadas à adsorção em função dos fatores analisados.

3 REVISÃO DA LITERATURA

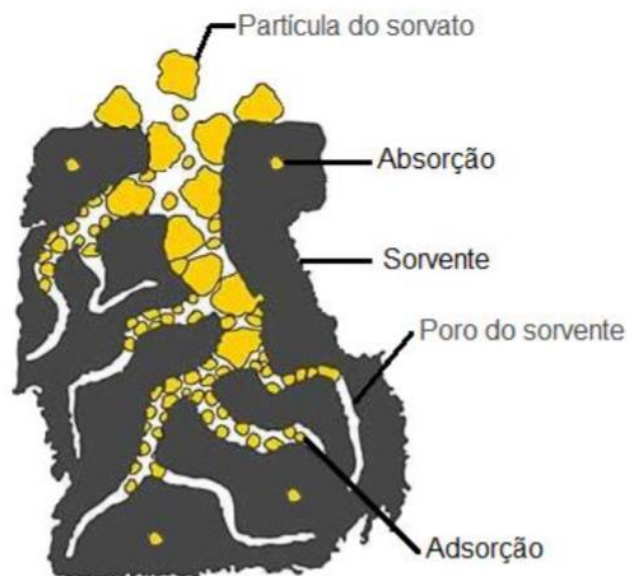
3.1 Adsorção

A adsorção é um fenômeno físico e químico onde uma substância (adsorvato) é atraída e agregada superfície de outra (adsorvente), no caso do carvão ativado essa agregação se dá principalmente em seus poros. A adsorção de uma substância de uma fase líquida (agregado ao efluente) para uma sólida (agregado ao adsorvente) depende de dois fatores principais – o grau de hidrofobia do adsorvato e a atração elétrica do adsorvato com o adsorvente. (ÇEÇEN e AKTAS, 2012). (FERNANDES, 2005).

No tratamento de água e efluentes, o uso do carvão ativado é considerado o método mais utilizado (ÇEÇEN e AKTAS, 2012). Pode remover substâncias causadoras de gosto, cheiro – sejam elas componentes orgânicos e inorgânicos. Como a adsorção é considerada um fenômeno com muitos aspectos a serem considerados, se faz necessário o estudo de quais parâmetros são mais impactantes no processo e como otimizá-los (GOMES, 2014).

A área superficial específica do adsorvente tem grande correlação com a adsorção, de forma que quanto maior a área de contato disponível para que haja contato com o adsorvente, maior será a adsorção – incluindo regiões internas de poros (ÇEÇEN e AKTAS, 2012), o fenômeno pode ser visualizado na Figura 1.

Figura 1 - Representação de adsorção.



Fonte: RIBAS, 2016.

As características físicas e químicas do adsorvato – no geral a facilidade de adsorção de um composto cresce conforme seu peso e também número de grupos funcionais. Além disso, a atração do adsorvente com o adsorvato precisa de sobressair em relação à atração entre as moléculas adsorvato e solvente, dessa forma quaisquer mudanças que aumentem a solubilidade podem diminuir a adsorção (ÇEÇEN e AKTAS, 2012).

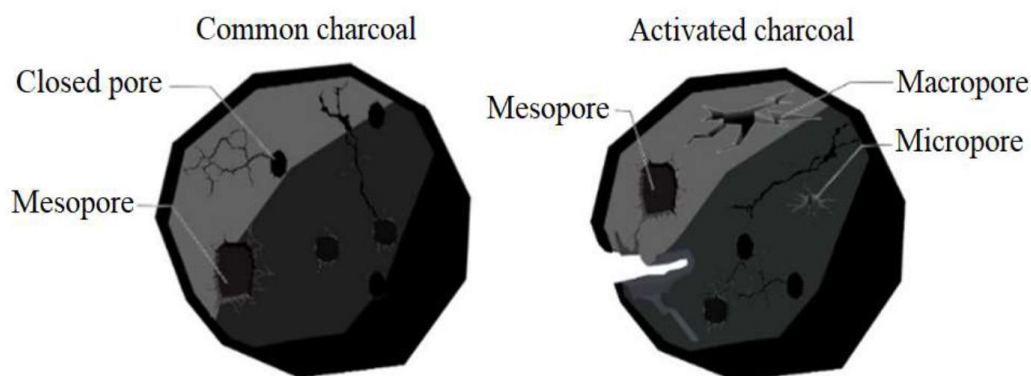
Relativo à porosidade do adsorvente – o mais benéfico para a adsorção é que haja uma maior quantidade de meso e macroporos, uma vez que eles fazem uma ponte para que o adsorvato entre nos microporos que por sua vez são considerados os maiores componentes da área superficial do carvão ativado (ÇEÇEN e AKTAS, 2012).

3.2 Carvão Ativado

O uso de carvão ativado em produções industriais data desde 1794 na Inglaterra, como agente descolorante em indústrias açucareiras. Também usadas em 1872 como componentes de filtros de máscaras de gás – já voltado para o meio de filtro de gases. Pode-se concluir que se trata de um recurso bem consolidado em processos de tratamento de fluidos (FERREIRA e MELO, 2023).

Conforme Nunes (2009), o carvão ativado pode ser descrito como um material carbonáceo com grande quantidade de poros microcristalinos, essa porosidade é efeito do seu processo de ativação que gera uma alta área superficial – característica que o contribui bastante na sua eficácia como adsorvente, esse aspecto pode ser visto na Figura 2.

Figura 2 - Porosidade do carvão ativado após ativação.



Fonte: Ferreira et al, 2021.

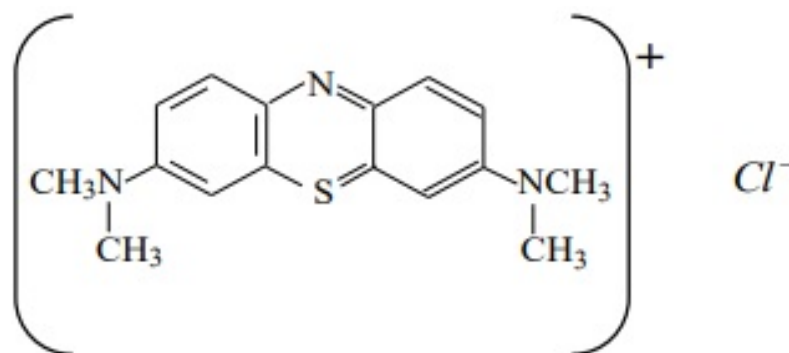
Referente à produção de carvão ativado é necessário que haja um material precursor como obra prima – em teoria todo composto carbonáceo pode ser usado. Entretanto é benéfico que o material possua baixo conteúdo mineral por necessitar de menor processamento e purificação antes da ativação. Diversos resíduos de agricultura são bons materiais precursores de carvão ativado como madeira, cascas de coco, sementes de frutas, entre outros (BOUCHELTA et al., 2008).

Além da seleção do material precursor, são necessários também escolher o método de ativação e de tratamento térmico.

3.3 Azul de Metileno

O azul de metileno é um corante é um corante catiônico solúvel em água e possui a fórmula química $C_{16}H_{18}ClN_3S_3H_2O$, significando que quando em solução aquosa se dissocia em ânions cloreto e cátions (VALE, 2020). Sua estrutura química pode ser visualizada na Figura 3.

Figura 3 - Fórmula Estrutural do Azul de Metileno.



Fonte: SILVA, 2005.

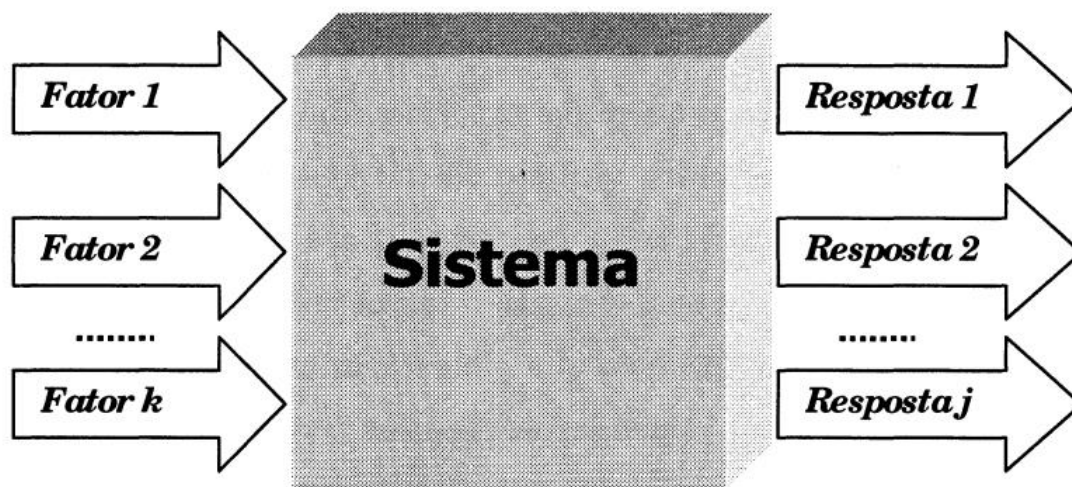
Por conta de sua estrutura molecular aromática complexa, a dissociação de corantes como o azul de metileno da água é dificultada, bem como sua biodegradação. Além disso é um composto comumente usado para determinação de mesoporosidade de carvão ativado (FERREIRA e MELO, 2023). Sua natureza é bastante similar aos demais corantes presentes em processos industriais, o que o torna um excelente composto para referenciar o comportamento de corantes no geral quando se trata do fenômeno de adsorção (SILVA e SANTOS, 2021).

3.4 Planejamentos Experimentais Multifatoriais

O aprimoramento de processos e sistemas, também inclusos ensaios e experimentos científicos, é essencial para análises de produtividade e predição de efeitos. Nesse contexto, a estatística é uma ferramenta primordial. Os planejamentos experimentais visam estabelecer correlações entre variáveis independentes e variáveis dependentes (ou variáveis resposta) em busca de explicar fenômenos, propriedades e outros aspectos de maneira logisticamente viável, uma vez que visa diminuir o número de ensaios (COSTA, 2016).

Sem o uso desses planejamentos seriam necessárias diversas repetições de um determinado ensaio, variando os valores das variáveis independentes uma por vez e, portanto, inviabilizando um estudo. Além disso, não seria possível a detecção de interações entre os valores das próprias variáveis independentes e seu efeito nas respostas do experimento (BARROS, 2010). A Figura 4 é um esquema explicativo a respeito do sistema ou produto que é buscado através dos planejamentos experimentais.

Figura 4 - Esquema explicativo de sistemas, fatores e respostas



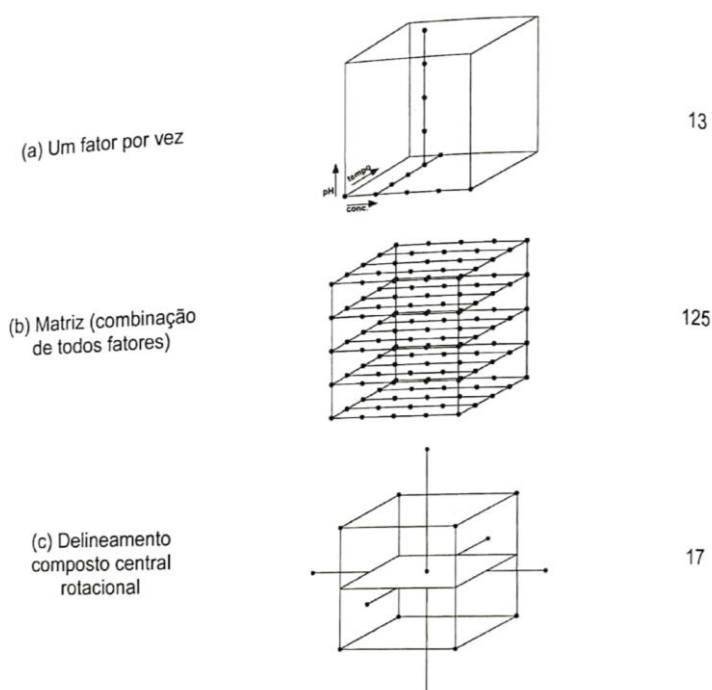
Fonte: NETO et. al., 2001.

3.4.1 Planejamento Experimental Multifatorial Plackett-Burman (PB)

O planejamento experimental PB é baseado na interpretação do método desenvolvido por Plackett e Burman (1946) para construção das matrizes de Hadamard. É usado como uma ferramenta triagem de fatores na maioria dos casos, para que sejam encontrados os elementos mais influentes sobre a variável resposta. Através dele é obtido um modelo de regressão para cada variável resposta, contendo aspectos como gráfico de Pareto que classifica as variáveis independentes da mais influente para a menos, explicando satisfatoriamente o quanto são afetadas as variáveis respostas pelos parâmetros analisados (RODRIGUES e LEMMA, 2014).

Conforme exemplo mostrado por Rodrigues e Lemma (2014), um estudo que busca analisar 3 variáveis independentes é muito melhor explorado sendo feito com o uso de um planejamento experimental fatorial (delineamento composto central rotacional neste caso). Isso se dá em razão da possibilidade desse planejamento fornecer uma superfície de resposta que pode ser usada para otimização do processo e também pela grande diminuição da quantidade de ensaios necessários quando comparado ao método tradicional (um fator por vez) e ao método de matriz com combinação de todos os fatores. A Figura 5 demonstra as possibilidades discutidas e a quantidade de ensaios necessários em cada método.

Figura 5 - Possibilidades de conduzir experimentos para 3 variáveis estudadas.



Fonte: RODRIGUES e LEMMA (2014).

Esse método possui um número mínimo de ensaios a serem realizados a fim de que os resultados sejam suficientemente confiáveis. O número de ensaios (N) necessários é sempre múltiplo de 4, obedecendo à relação $N = 4t$, onde t é um número inteiro de variáveis independentes analisadas, como pode ser visto na Tabela 1. Também deve-se mencionar que a boa prática compele o pesquisador à repetição de no mínimo 3 repetições na condição de ponto central para estimação de erro puro (RODRIGUES e LEMMA, 2014).

Tabela 1 - Número de ensaios das matrizes de PB adequadas em função do número de fatores.

Fatores	Número de ensaios da matriz PB
4	8
	12
	≥ 16
5	12
	16
	≥ 20
6	12
	16
	≥ 20
7	12
	16
	≥ 20
8	12
	16
	≥ 20
9	12
	16
	≥ 24
10	12
	16
	≥ 24

Fonte: adaptado de RODRIGUES e LEMMA, 2014.

3.4.2 Planejamento Experimental Multifatorial Delineamento de Faces Centradas (DFC)

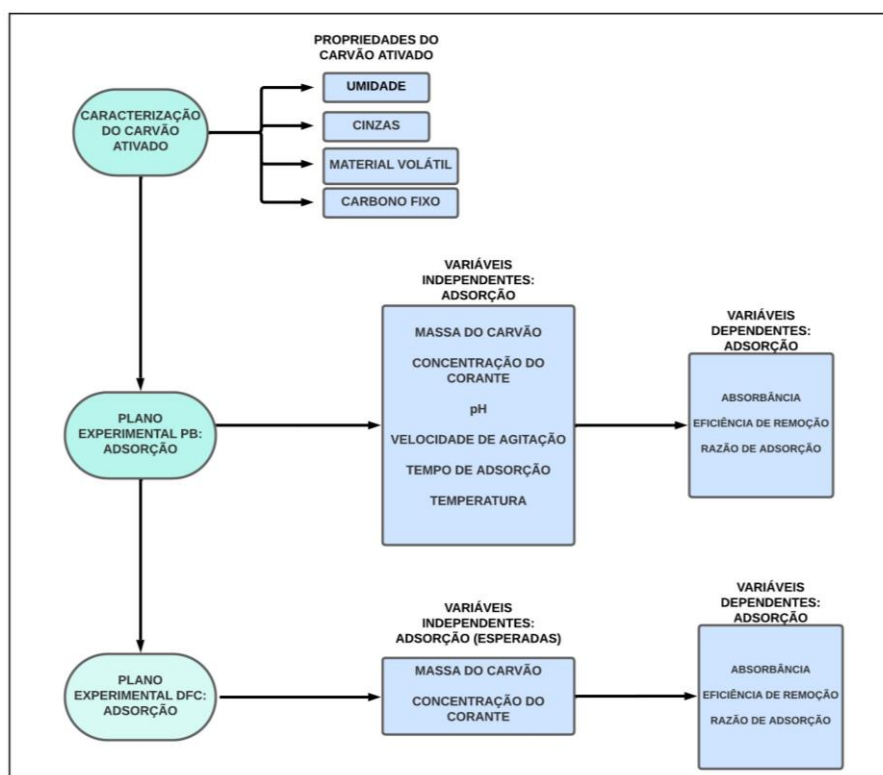
O planejamento experimental DFC possui como principal objetivo a identificação da influência dos fatores e suas interações sobre a variável resposta a fim de obter-se uma superfície de resposta que torna possível a predição dos resultados conforme intervalo de valores das variáveis independentes – tornando evidente como manipulá-las em prol da otimização do processo (COSTA, 2016). É importante ressaltar que as variáveis independentes influenciam umas às outras e que o resultado dessa influência é levado em consideração na análise estatística do planejamento experimental em questão.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

No intuito de estudar a fundo a adsorção por carvão ativado no presente trabalho serão descritas a seguir e também podem ser visualizadas na Figura 6. Todos os ensaios e

caracterizações foram realizados nos laboratórios do Instituto Federal do Tocantins – Campus Palmas.

Figura 6 - Fluxograma de Metodologia.



Fonte: Autor, 2023.

4.1 Amostra de Carvão Ativado

O carvão ativado utilizado no presente trabalho foi cedido pela pesquisadora SANTOS (2022). O material possui como precursor resíduos do abacaxi – casca e coroa, sendo feito a partir de processos de produção de briquetes, tratado termicamente com pirólise lenta e ativado por ativação física usando vapor de água à 700 °C. Foi realizada a caracterização desse carvão ativado em quatro critérios: umidade, teor de cinzas, teor de material volátil e massa de carbono fixo.

4.1.1 Teor de Umidade

A determinação da umidade da amostra de carvão ativado foi realizada em concordância com a ABNT NBR 11834/1991 – que normatiza a obtenção dessa propriedade para carvão ativado pulverizado. O procedimento realizado é descrito a seguir.

Foi feito primeiramente a preparação da amostra de 1g de carvão ativado e colocação da mesma em cadinho de porcelana pesando-o em balança de precisão e tomando nota do peso em gramas. Após a pesagem ocorreu a secagem inicial em estufa pré-aquecida a 105 °C (variação de +/- 2 °C) pelo período de uma hora. Em seguida a amostra foi resfriada em recipiente hermético e pesada novamente, sendo o resultado da pesagem anotado em gramas. O teor de umidade foi determinado utilizando a Equação 1.

$$\text{Teor de Umidade (\%)} = \frac{(M1-M2)}{M} * 100 \quad (\text{Equação 1})$$

M1: peso da amostra inicialmente somado ao peso do cadinho vazio, em gramas;

M2: peso da amostra pós-aquecimento somado ao peso do cadinho vazio, em gramas;

M: peso da amostra inicialmente.

Os equipamentos usados nessa etapa podem ser visualizados nas Figuras 7, 8 e 9. A dessecadora e a balança científica usadas em todas as determinações foram as mesmas.

Figura 7 - Balança de precisão e dessecadora.



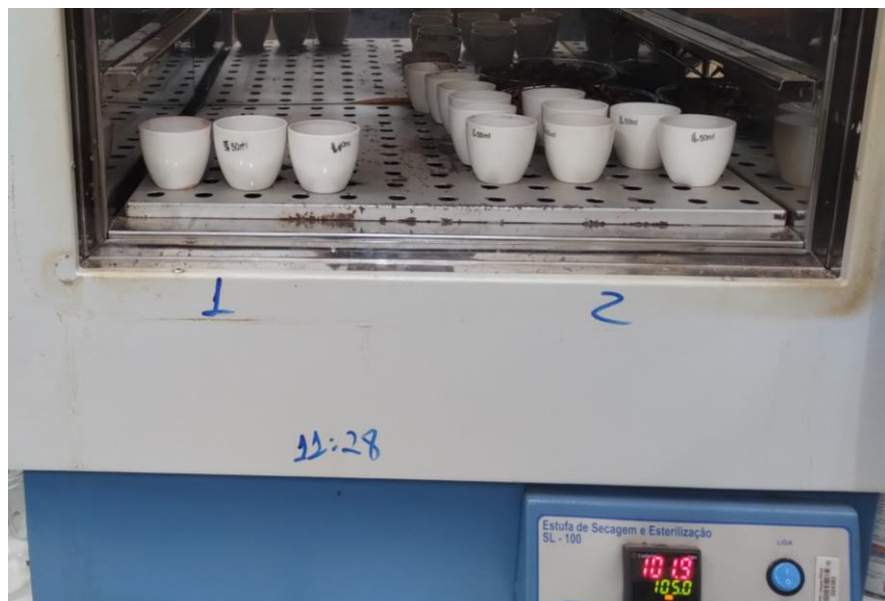
Fonte: Autor, 2023.

Figura 8 - Forno Mufla usado na determinação de teor de umidade.



Fonte: Autor, 2023.

Figura 9 - Forno Mufla usado na determinação de teor de umidade (imagem 2).



Fonte: Autor, 2023.

4.1.2 Teor de Cinzas

A determinação do teor de cinzas da amostra foi realizada consoante aos padrões prescritos pela ISO 1171:2010. O procedimento é descrito a seguir.

Foi colocada uma amostra de 1 grama do carvão ativado em cadinho de porcelana com massa constante e anotada. Após isso a amostra contida no cadinho foi aquecida à 710 °C em equipamento mufla por um período de 1 hora. Em seguida o cadinho foi colocado em dessecador por 1 hora, em seguida pesando o mesmo. Então foi usada então a Equação 2 a seguir para determinar o teor de cinzas (em %).

$$\text{Teor de Cinzas (\%)} = \frac{(Ma - Mb)}{Mc} * 100 \quad (\text{Equação 2})$$

Ma: peso do cadinho somado ao peso da amostra de carvão ativado, em gramas;

Mb: peso do cadinho somado ao peso da amostra de carvão ativado depois do aquecimento em mufla, em gramas;

Mc: peso da amostra de carvão ativado, em gramas.

O forno Mufla usado nessa etapa pode ser visualizado na Figura 10.

Figura 10 - Forno Mufla, recolhimento de cadinhos.



Fonte: Autor, 2023.

4.1.3 Teor de Material Volátil

O Procedimento de obtenção do teor de material volátil do carvão ativado foi realizado através do procedimento descrito a seguir, tendo como base o procedimento realizado por Lôbo (2021).

Separação de 1g do carvão ativado (P_0) e colocação em cadinho de porcelana (peso constante e anotado - P). Em seguida o aquecimento do cadinho com carvão em equipamento mufla à 850 °C – por um período de 7 min. Após o aquecimento o cadinho foi pesado novamente (P_f). A Equação 3 foi usada para a determinação final.

$$\text{Teor de Mat. Volátil (\%)} = \frac{[(P+P_0)-P_f]}{P_0} * 100 \quad (\text{Equação 3})$$

P : peso do cadinho vazio, em gramas;

P_0 : Peso da amostra inicial, em gramas;

P_f : peso do cadinho somado ao peso da amostra final (após aquecimento), em gramas.

O Forno Mufla usado nessa etapa pode ser visualizado na Figura 11.

Figura 11 Forno Mufla usado na determinação dos teores de cinzas e material volátil.



Fonte: Autor, 2023.

4.1.4 Teor de Carbono Fixo

Conforme a determinação feita por Lôbo (2021), o teor de carbono fixo do carvão ativado analisado foi determinado utilizando os valores obtidos para os teores de cinzas, material volátil e umidade, conforme demonstrado na Equação 4.

$$\text{Massa de Carbono Fixo (\%)} = 100 - (\%Umidade + \%Cinzas + \% \text{Mat. Volátil})$$

(Equação 4)

4.2 Teste de Adsorção de Azul de Metileno

Essa etapa descreve uma metodologia de ensaio que se repetiu nos planejamentos experimentais PB e DFC descritos a seguir, modificando as variáveis independentes e seus valores. Os procedimentos de análise, as variáveis independentes analisadas e seus valores foram embasados em alguns estudos que tiveram como foco a adsorção do azul de metileno por carvão ativado (LÔBO, 2021) (VALCARTENGHI e RIBEIRO, 2013) (NUNES, 2009).

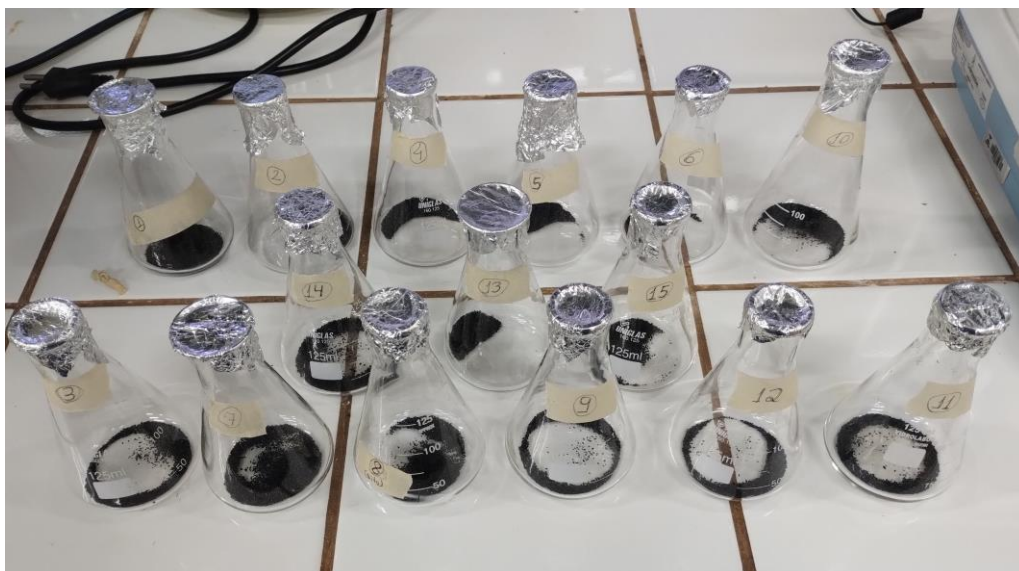
O teste foi realizado por meio de um agitador orbital Shaker, que conduziu a agitação da solução aquosa contendo azul de metileno e o carvão ativado. A quantidade de solução aquosa com azul de metileno usada foi constante em todos os ensaios, fixada em 30 mL. O Shaker pode ser visualizado na Figura 12 e os frascos Erlenmeyer posicionados no equipamento podem ser visualizados da Figura 13.

Figura 12 - Shaker de Agitação Orbital.



Fonte: Autor, 2023.

Figura 13 - Preparação para ensaios de adsorção



Fonte: Autor, 2023.

Após a agitação no Shaker com tempos variados de acordo com os parâmetros estabelecidos para cada ensaio, as amostras foram filtradas em papel analítico e a absorbância resultante analisada através de espectrofotômetro de duplo feixe calibrado em 650 nm, sendo este equipamento calibrado com água destilada também. Para determinação da concentração de azul de metileno e capacidade de adsorção do azul de metileno foi necessária a realização de uma curva de calibração a partir de padrões variados. O espectrofotômetro pode ser visto na Figura 14.

Figura 14 - Espectrofotômetro de Duplo Feixe.



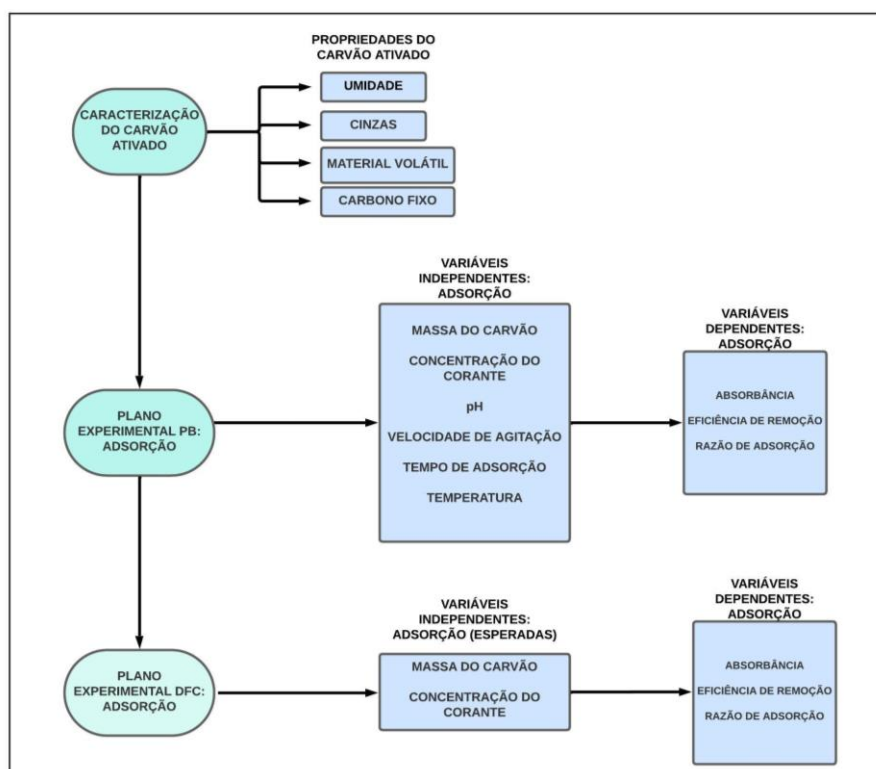
Fonte: Autor, 2023.

4.2.1 Adsorção - Planejamento Experimental Plackett-Burman

Foi utilizado um planejamento multifatorial Plackett-Burman para analisar a influência de propriedades chave do carvão ativado quanto à sua adsorção e determinar estatisticamente quais foram as mais importantes, ou seja, as que mais influenciam na adsorção. A análise estatística foi feita através do software Protimiza.

Conforme exposto, o ponto central de estudo do presente projeto é a adsorção do corante artificial azul de metileno (adsorvato) pelo carvão ativado estudado (adsorvente). Dessa forma foram definidas como variáveis resultado: absorbância, eficiência de remoção em % e razão de adsorção em mg/g. As propriedades do carvão analisadas nessa etapa em termos de influência nas variáveis resultado foram: massa do carvão em gramas, concentração do corante azul de metileno em mg/L, pH do carvão, velocidade de agitação em rpm, tempo de adsorção em minutos e temperatura em °C. A Figura 15 demonstra esquematicamente os fatores levados em conta para o estudo das variáveis resposta no planejamento experimental Plackett-Burman realizado.

Figura 15 - Fatores e Respostas da Adsorção PB.



Fonte: Autor, 2023.

Foram realizados 12 ensaios para compor a amostra analisada, usando 3 pontos centrais e 1 repetição genuína (com o propósito de determinar o erro padrão dos ensaios). As definições explicadas para o planejamento experimental PB podem ser visualizadas nas Tabelas 2 e 3. As combinações de variáveis independentes adotadas em cada ensaio podem ser visualizadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Variáveis dependentes e seus pontos centrais (PB).

Variável Independente	Unidade	Pontos Centrais		
		-1	0	+1
Massa de carvão (X ₁)	g	0,5	0,75	1
Concentração do corante (X ₂)	mg/L	20	60	100
pH (X ₃)	(-)	6,5	7,5	8,5
Velocidade de agitação (X ₄)	rpm	71	119	167
Tempo de adsorção (X ₅)	min	10	20	30
Temperatura (X ₆)	°C	20	25	30

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 3 - Variáveis resposta (PB).

Nome da resposta	Unidade	Mínimo	Máximo
Absorbância (Y ₁)	(-)	-	-
Eficiência de remoção (Y ₂)	%	-	-
Razão de adsorção (Y ₃)	mg/L	-	-

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 4 - Combinações de variáveis independentes (PB).

Ensaio	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	Y ₁	Y ₂	Y ₃
1	1 (+1)	20 (-1)	8,5 (+1)	71 (-1)	10 (-1)	20 (-1)	-	-	-
2	1 (+1)	100 (+1)	6,5 (-1)	167 (+1)	10 (-1)	20 (-1)	-	-	-
3	0,5 (-1)	100 (+1)	8,5 (+1)	71 (-1)	30 (+1)	20 (-1)	-	-	-
4	1 (+1)	20 (-1)	8,5 (+1)	167 (+1)	10 (-1)	30 (+1)	-	-	-
5	1 (+1)	100 (+1)	6,5 (-1)	167 (+1)	30 (+1)	20 (-1)	-	-	-
6	1 (+1)	100 (+1)	8,5 (+1)	71 (-1)	30 (+1)	30 (+1)	-	-	-
7	0,5 (-1)	100 (+1)	8,5 (+1)	167 (+1)	10 (-1)	30 (+1)	-	-	-
8	0,5 (-1)	20 (-1)	8,5 (+1)	167 (+1)	30 (+1)	20 (-1)	-	-	-
9	0,5 (-1)	20 (-1)	6,5 (-1)	167 (+1)	30 (+1)	30 (+1)	-	-	-
10	1 (+1)	20 (-1)	6,5 (-1)	71 (-1)	30 (+1)	30 (+1)	-	-	-
11	0,5 (-1)	100 (+1)	6,5 (-1)	71 (-1)	10 (-1)	30 (+1)	-	-	-
12	0,5 (-1)	20 (-1)	6,5 (-1)	71 (-1)	10 (-1)	20 (-1)	-	-	-
13	0,75 (0)	60 (0)	7,5 (0)	119 (0)	20 (0)	25 (0)	-	-	-
14	0,75 (0)	60 (0)	7,5 (0)	119 (0)	20 (0)	25 (0)	-	-	-
15	0,75 (0)	60 (0)	7,5 (0)	119 (0)	20 (0)	25 (0)	-	-	-

Fonte: Autor, 2023.

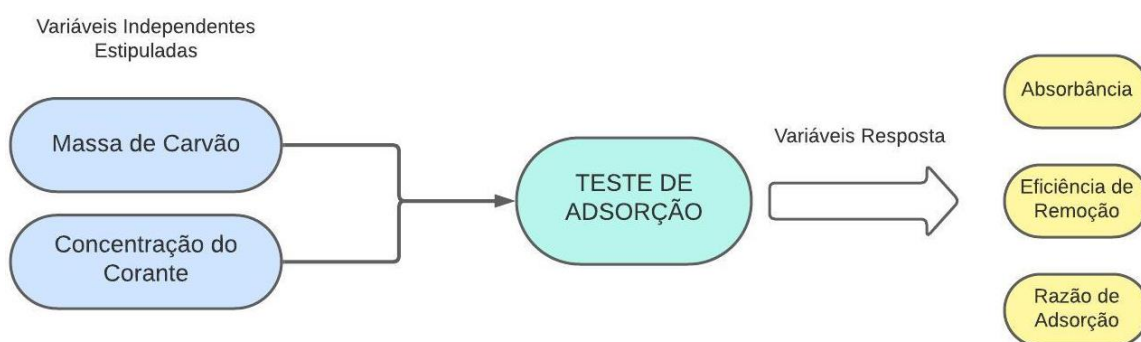
Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L); X₃, pH; X₄, velocidade de agitação (rpm); X₅, tempo de adsorção (minuto); X₆, temperatura (°C); Y₁, absorvância; Y₂, eficiência de remoção (%); Y₃, razão de adsorção.

4.2.2 Adsorção – Planejamento Experimental Delineamento de Faces Centradas (DFC)

Com o intuito de estudar mais a fundo os efeitos das variáveis independentes que se mostraram mais importantes no planejamento PB realizado em relação às variáveis resposta buscadas, foi feito um planejamento experimental multifatorial de delineamento de faces centradas (DFC). A análise estatística sendo feita através do software Protimiza e utilizou codificação com três pontos centrais (0, +1 e -1) para as combinações das variáveis independentes.

A escolha das variáveis independentes analisadas dependeu do resultado anterior do planejamento experimental PB, sendo elas as variáveis massa de carvão (em gramas) e concentração de corante em mg/L. Dessa forma, o DFC foi composto por 2 variáveis independentes. A Figura 16 demonstra esquematicamente os fatores levados em conta para o estudo das variáveis reposta no planejamento experimental DFC realizado. A Tabela 5 exibe essas variáveis e os valores dos pontos centrais.

Figura 16 - Fatores e Respostas da Adsorção DFC



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 5 - Variáveis independentes e valores (DFC).

Nome da Variável	Unidades	Pontos Centrais		
		-1	0	1
Massa de carvão (X_1)	g	0,1	0,3	0,5
Concentração do corante (X_2)	mg/L	20	60	100

Fonte: Autor, 2023.

No referente às variáveis resultado, foram as mesmas estabelecidas no planejamento PB - absorbância, eficiência de remoção (em %) e razão de adsorção (em mg/g) como pode ser observado na Tabela 6. Além disso, foram definidos 3 pontos centrais de codificação (+1, -1 e 0) e 1 repetição genuína – compondo 11 experimentos, as combinações para os valores das variáveis independentes podem ser visualizadas na Tabela 7.

Tabela 6 - Variáveis resultado (DFC).

Nome da resposta	Unidade	Mínimo	Máximo
Absorbância (Y ₁)	(-)	-	-
Eficiência de remoção (Y ₂)	%	-	-
Razão de adsorção (Y ₃)	(-)	-	-

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 7 - Combinações de valores das variáveis independentes (DFC).

	X ₁	X ₂	Y ₁	Y ₂	Y ₃
1	0,50 (-1)	20 (-1)	-	-	-
2	0,80 (+1)	20 (-1)	-	-	-
3	0,50 (-1)	100 (+1)	-	-	-
4	0,80 (+1)	100 (+1)	-	-	-
5	0,50 (-1)	60 (0)	-	-	-
6	0,80 (+1)	60 (0)	-	-	-
7	0,65 (0)	20 (-1)	-	-	-
8	0,65 (0)	100 (+1)	-	-	-
9	0,65 (0)	60 (0)	-	-	-
10	0,65 (0)	60 (0)	-	-	-
11	0,65 (0)	60 (0)	-	-	-

Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L); Y₁, absorbância; Y₂, eficiência de remoção (%); Y₃, razão de adsorção.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização do carvão ativado

A caracterização do carvão ativado foi realizada conforme a metodologia apresentada anteriormente. Primeiramente foi realizado o procedimento para determinação do teor de umidade.

Os resultados podem ser verificados nas Tabelas 8 e 9, bem como uma comparação dos valores encontrados em outros estudos que tem como objetivo de análise a caracterização do carvão ativado feito com resíduos do abacaxi como no presente trabalho.

Tabela 8 - Resultados dos teores da caracterização do carvão ativado (parte 1).

Amostra	P ₀	Amostra	P ₁ (105)	P ₂ (850)	P ₃ (710)
1	33,49	1,08	34,41	34,19	33,56
2	43,26	1,01	44,12	43,90	43,32
3	33,95	1,00	34,81	34,60	34,01

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 9 - Resultados dos teores da caracterização do carvão ativado (parte 2).

Amostra	Autoria	Umidade (%)	Material Volátil (%)	Cinzas (%)	Carbono fixo (%)
1		14,28	21,10	6,33	58,30
2		14,08	21,59	6,82	57,50
3		14,26	20,99	6,77	57,98
MÉDIA	Autor	14,21	21,23	6,64	57,93
500°C	ASHTAPUTREY (2016)	18,32	38,23	31,17	16,87
AC4	MONTENEGRO et. al (2021)	16,81	-	21,71	-
-	SANTOS (2022)	3%	18%	4%	75%

Fonte: Autor, 2023.

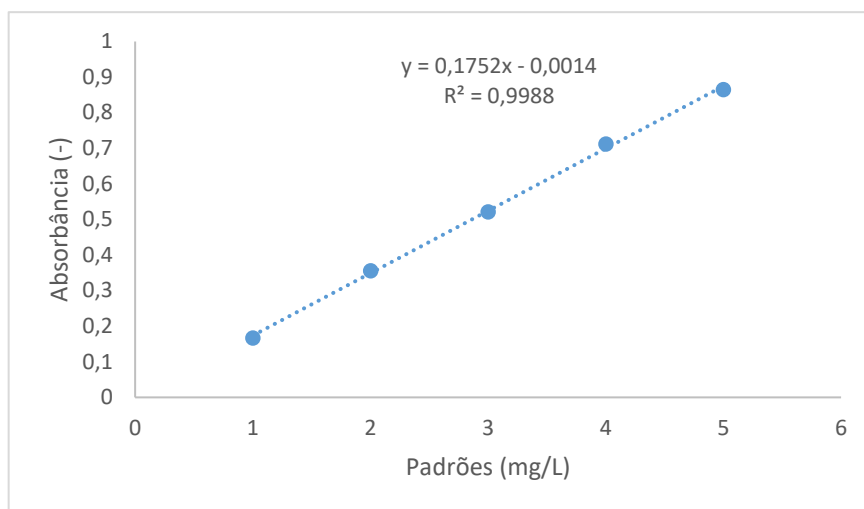
A caracterização do carvão apontou proximidade com a maioria dos resultados de SANTOS (2022), com todos os teores, exceto teor de umidade. Em comparação com os teores de MONTENEGRO et. al. (2021) e ASHTAPUTREY (2016), os teores de cinzas e umidade foram significativamente similares.

5.2 Teste de Adsorção de Azul de Metileno – Planejamento Experimental Plackett-Burman

Esse tópico é centrado na análise e descrição dos resultados obtidos no teste de adsorção realizado conforme proposto na metodologia apresentada do planejamento experimental Plackett-Burman. Os parâmetros e resultados estatísticos podem ser verificados na Tabela 10. A amplitude dos resultados para a absorvância foi de 0,03 a 0,98, para a eficiência de remoção foi de 99,01% a 99,96% e para a razão de adsorção de 0,6 a 5,99 mg/L.

A curva de calibração a partir de padrões variados que pode ser visualizada na Figura 17.

Figura 17 - Curva de calibração do espectrofotômetro.



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 10 - Resultados das combinações de variáveis independentes (PB).

Ensaio	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	Y ₁	Y ₂	Y ₃
1	1 (+1)	20 (-1)	8,5 (+1)	71 (-1)	10 (-1)	20 (-1)	0,15	99,22	0,60
2	1 (+1)	100 (+1)	6,5 (-1)	167 (+1)	10 (-1)	20 (-1)	0,13	99,87	3
3	0,5 (-1)	100 (+1)	8,5 (+1)	71 (-1)	30 (+1)	20 (-1)	0,08	99,91	5,99
4	1 (+1)	20 (-1)	8,5 (+1)	167 (+1)	10 (-1)	30 (+1)	0,12	99,37	0,60
5	1 (+1)	100 (+1)	6,5 (-1)	167 (+1)	30 (+1)	20 (-1)	0,03	99,96	3
6	1 (+1)	100 (+1)	8,5 (+1)	71 (-1)	30 (+1)	30 (+1)	0,13	99,86	3
7	0,5 (-1)	100 (+1)	8,5 (+1)	167 (+1)	10 (-1)	30 (+1)	0,60	99,39	5,96
8	0,5 (-1)	20 (-1)	8,5 (+1)	167 (+1)	30 (+1)	20 (-1)	0,08	99,54	1,19
9	0,5 (-1)	20 (-1)	6,5 (-1)	167 (+1)	30 (+1)	30 (+1)	0,03	99,83	1,20
10	1 (+1)	20 (-1)	6,5 (-1)	71 (-1)	30 (+1)	30 (+1)	0,07	99,61	0,60
11	0,5 (-1)	100 (+1)	6,5 (-1)	71 (-1)	10 (-1)	30 (+1)	0,98	99,01	5,94
12	0,5 (-1)	20 (-1)	6,5 (-1)	71 (-1)	10 (-1)	20 (-1)	0,04	99,78	1,20
13	0,75 (0)	60 (0)	7,5 (0)	119 (0)	20 (0)	25 (0)	0,06	99,88	2,40
14	0,75 (0)	60 (0)	7,5 (0)	119 (0)	20 (0)	25 (0)	0,08	99,85	2,40
15	0,75 (0)	60 (0)	7,5 (0)	119 (0)	20 (0)	25 (0)	0,09	99,84	2,40

Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L); X₃, pH; X₄, velocidade de agitação (rpm); X₅, tempo de adsorção (minuto); X₆, temperatura (°C); Y₁, absorbância; Y₂, eficiência de remoção (%); Y₃, razão de adsorção.

As variáveis independentes mais influentes no valor da absorvância foram tempo de adsorção e concentração de corante. Através da análise do valor e sinal do efeito, conclui-se que a concentração de corante (efeito de +0,24) tem um efeito de aumento no valor da absorvância, enquanto o tempo de adsorção (efeito de -0,27) diminui esse valor.

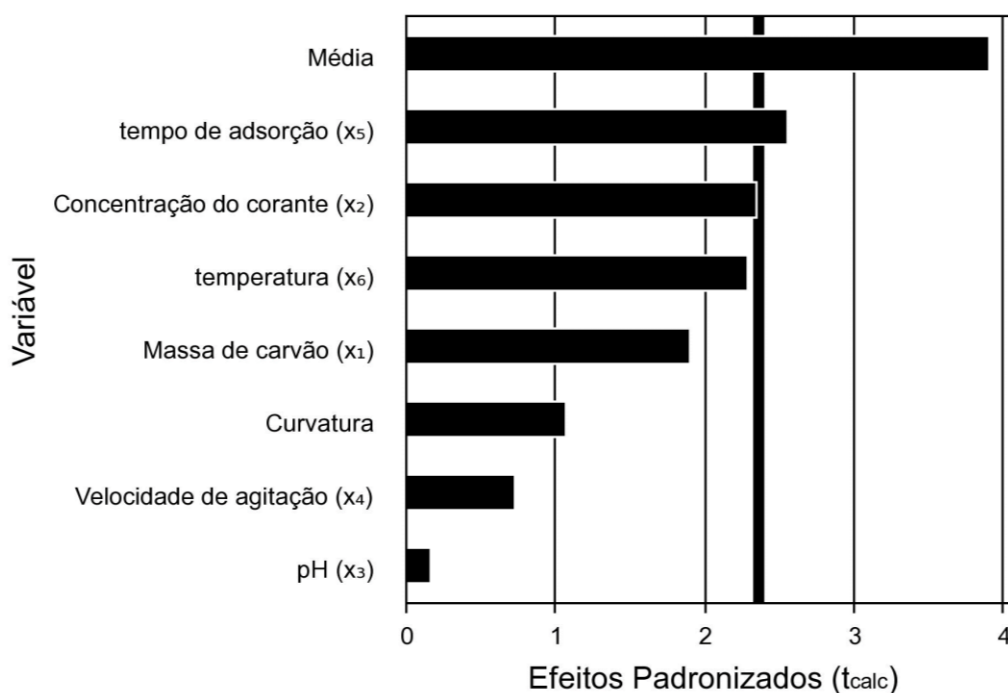
As variáveis temperatura, massa de carvão, velocidade de agitação e pH foram determinadas como estatisticamente irrelevantes para o valor da absorvância por conta do seu p-valor estar acima de 0,05, conforme pode-se deduzir pela Tabela 11 e Figura 18.

Tabela 11 - Coeficientes de regressão para absorvância do teste de azul de metileno PB.

Nome	Efeito	Erro Padrão	t calculado	p-valor
Média	0,2	0,05	3,9	0,0059
Curvatura	-0,25	0,23	-1,07	0,3203
Massa de carvão (X ₁)	-0,2	0,1	-1,9	0,0988
Concentração do corante (X ₂)	0,24	0,1	2,35	0,0511
pH (X ₃)	-0,02	0,1	-0,17	0,8707
Velocidade de agitação (X ₄)	-0,08	0,1	-0,73	0,4881
Tempo de adsorção (X ₅)	-0,27	0,1	-2,56	0,0376
Temperatura (X ₆)	0,24	0,1	2,29	0,0557

Fonte: Autor, 2023.

Figura 18 - Gráfico de Pareto para a absorvância (planejamento experimental PB).

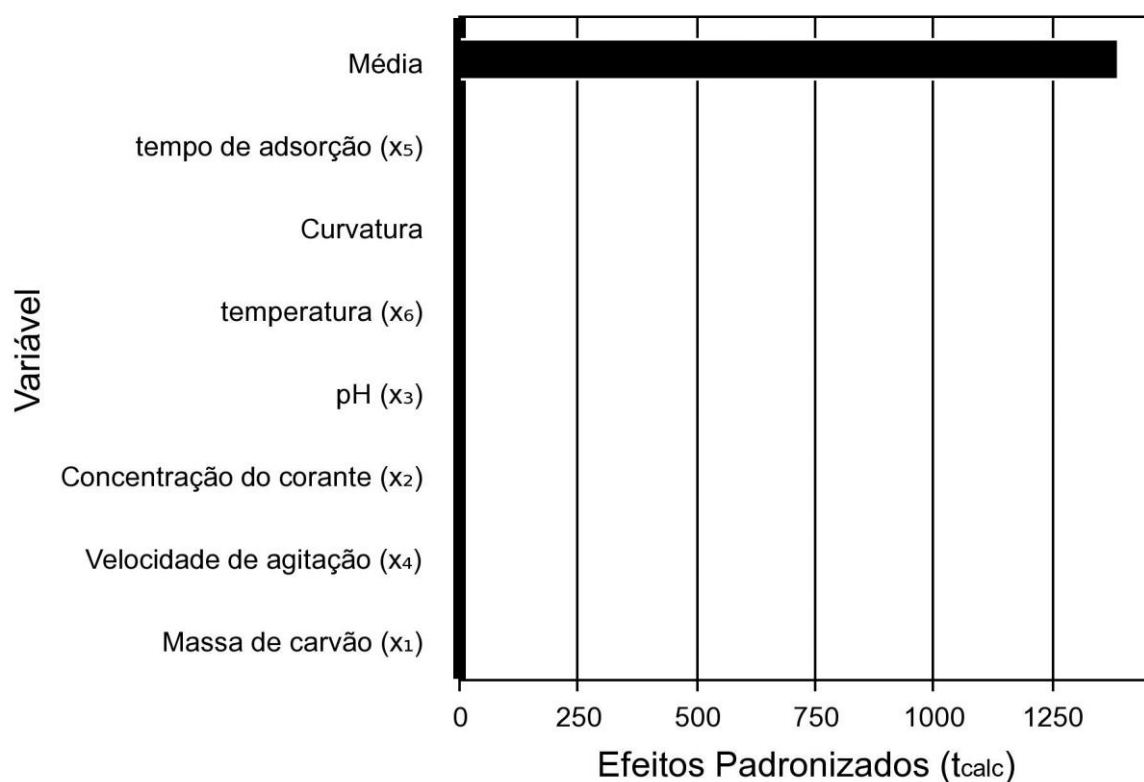


Fonte: Autor, 2023.

A variável independente mais influente no valor da eficiência de remoção foi tempo de adsorção. Através da análise do valor e sinal do efeito, conclui-se que o tempo de adsorção (efeito de +0,35) tem um efeito de aumento no valor da eficiência de remoção.

As demais variáveis temperatura, pH, concentração do corante, velocidade de agitação e massa de carvão foram determinadas como estatisticamente irrelevantes por conta do seu p-valor estar acima de 0,05, conforme pode-se deduzir analisando a Tabela 12 e Figura 19.

Figura 19 - Gráfico de Pareto para eficiência de remoção (planejamento experimental PB).



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 12 - Coeficientes de regressão para eficiência de adsorção do teste de azul de metileno PB.

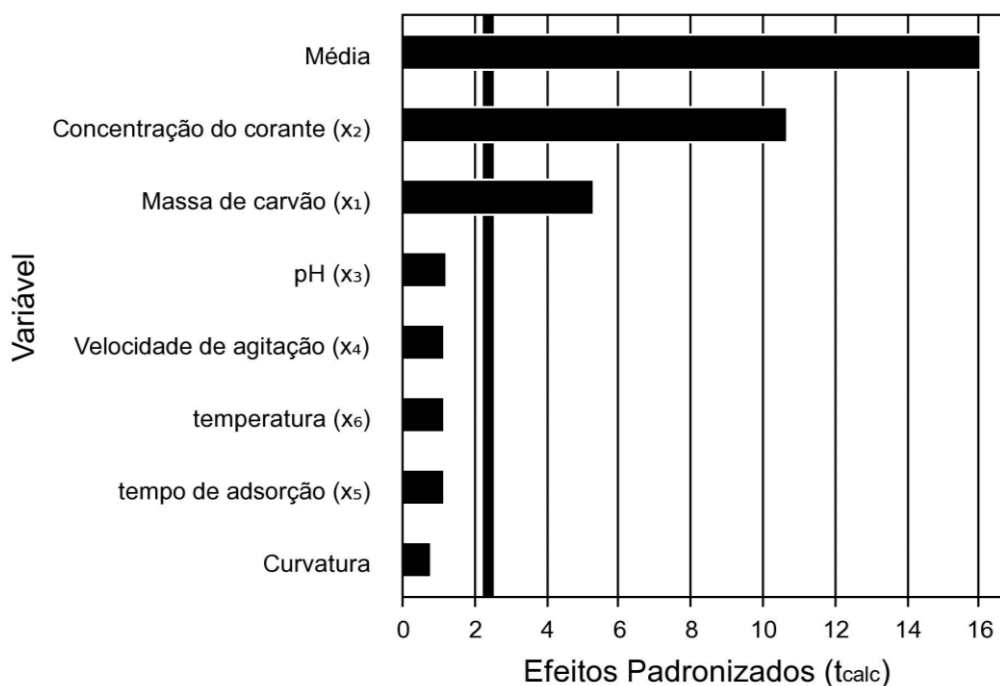
Nome	Efeito	Erro Padrão	t calculado	p-valor
Média	99,61	0,07	1388,05	0,0000
Curvatura	0,49	0,32	1,52	0,1732
Massa de carvão (X ₁)	0,07	0,14	0,5	0,6352
Concentração do corante (X ₂)	0,11	0,14	0,77	0,4667
pH (X ₃)	-0,13	0,14	-0,89	0,4050
Velocidade de agitação (X ₄)	0,09	0,14	0,64	0,5398
Tempo de adsorção (X ₅)	0,35	0,14	2,41	0,0468
Temperatura (X ₆)	-0,2	0,14	-1,41	0,2018

Fonte: Autor, 2023.

As variáveis independentes mais influentes no valor da razão de adsorção foram concentração do corante e massa de carvão. Através da análise do valor e sinal do efeito, conclui-se que a concentração de corante (efeito de +2,59) tem um efeito de aumento no valor da eficiência de remoção, enquanto a massa de carvão (efeito de -1,78) diminui esse valor.

O restante das variáveis - pH, velocidade de agitação, temperatura e tempo de adsorção que foram determinadas como estatisticamente irrelevantes por conta do seu p-valor estar acima de 0,05, conforme pode-se deduzir analisando a Tabela 13 e Figura 20.

Figura 20 - Gráfico de Pareto para razão de adsorção (planejamento experimental PB).



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 13 - Coeficientes de regressão para a razão de adsorção do teste de azul de metileno PB.

Nome	Efeito	Erro Padrão	t calculado	p-valor
Média	2,69	0,17	16,02	0,0000
Curvatura	-0,59	0,75	-0,78	0,4612
Massa de carvão (X ₁)	-1,78	0,34	-5,32	0,0011
Concentração do corante (X ₂)	3,59	0,34	10,68	0,0000
pH (X ₃)	0,4	0,34	1,2	0,2701
Velocidade de agitação (X ₄)	-0,4	0,34	-1,18	0,2768
Tempo de adsorção (X ₅)	-0,38	0,34	-1,15	0,2892
Temperatura (X ₆)	0,39	0,34	1,15	0,2881

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a análise dos gráficos de Pareto e tabelas de coeficientes regressão para as variáveis resposta, foi possível destacar três variáveis suficientemente influentes: tempo de adsorção, massa de carvão e concentração do corante. Para realização da etapa planejamento experimental de delineamento de faces centradas, foram escolhidas para análise as variáveis massa de carvão e concentração de corante em razão de estarem ambas destacadas com um p-valor mínimo, referente aos resultados de razão de adsorção.

5.3 Teste de Adsorção de Azul de Metileno – Planejamento Experimental Delineamento de Faces Centradas

O presente tópico busca descrever e analisar os resultados obtidos da execução do planejamento experimental DFC conforme descrito anteriormente, esses dados podem ser visualizados na Tabela 14. A amplitude dos valores das variáveis resposta foi de 0,01 a 0,11 para a absorbância, 99,87% a 99,93% para a eficiência de remoção e de 0,75 a 5,99 para razão de adsorção.

Tabela 14 - Resultados das combinações de variáveis independentes (DFC).

Ensaio	X ₁	X ₂	Y ₁	Y ₂	Y ₃
1	0,50 (-1)	20 (-1)	0,01	99,93	1,20
2	0,80 (+1)	20 (-1)	0,02	99,87	0,75
3	0,50 (-1)	100 (+1)	0,08	99,91	5,99
4	0,80 (+1)	100 (+1)	0,11	99,88	3,75
5	0,50 (-1)	60 (0)	0,05	99,91	3,60
6	0,80 (+1)	60 (0)	0,05	99,91	2,23
7	0,65 (0)	20 (-1)	0,01	99,92	0,92
8	0,65 (0)	100 (+1)	0,07	99,93	4,61
9	0,65 (0)	60 (0)	0,05	99,90	2,77
10	0,65 (0)	60 (0)	0,04	99,93	2,77
11	0,65 (0)	60 (0)	0,05	99,90	2,77

Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L); Y₁, absorbância; Y₂, eficiência de remoção (%); Y₃, razão de adsorção.

A Tabela 15 demonstra os coeficientes de regressão para a absorbância, acusando que a única variável independente estatisticamente relevante foi a concentração de corante ao analisarmos o p-valor, conforme pode-se verificar também pela Figura 21, que representa o gráfico de Pareto para a absorbância. A Equação 5 é resultado do modelo de regressão para a absorbância.

$$Y_1 = 0,04 + 0,01 * X_1 + 0,01 * X_1^2 + 0,04 * X_2 + 0 * X_2^2 + 0 * X_1 * X_2$$

(Equação 5)

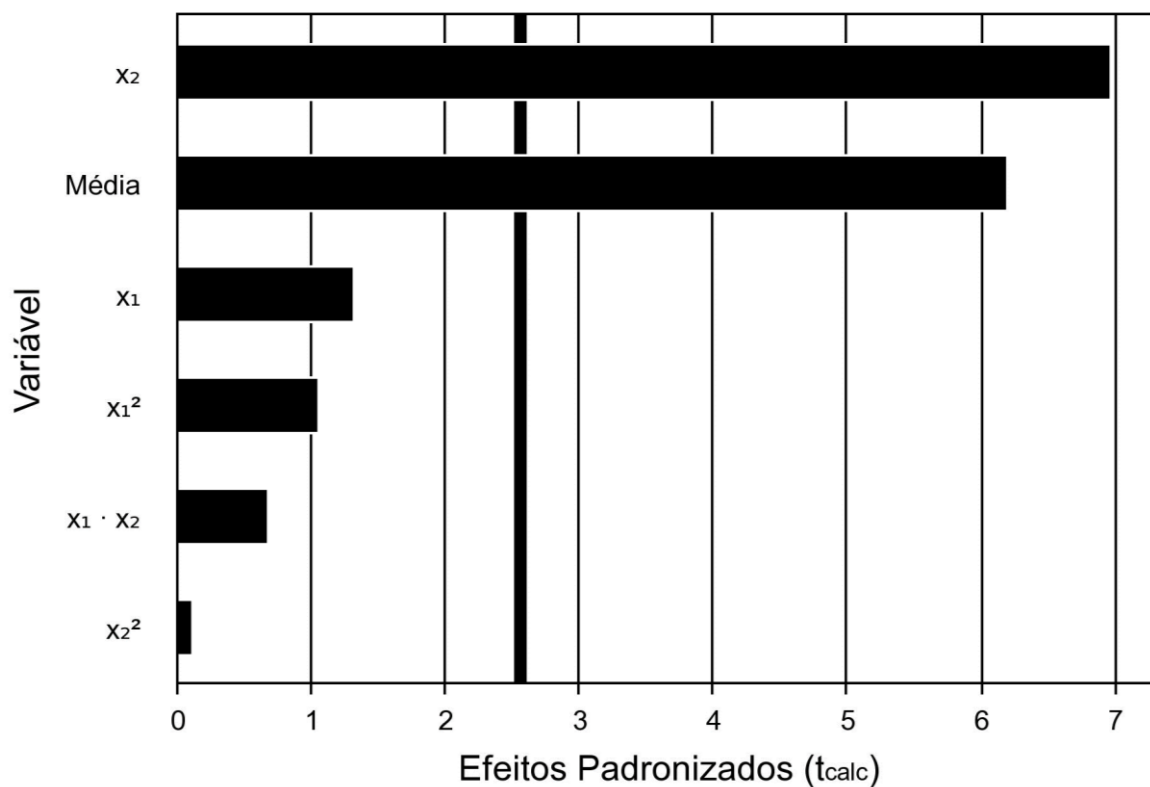
Tabela 15 - Coeficientes de regressão para a absorbância do teste de azul de metileno DFC.

Nome	Coeficiente	Erro Padrão	t calculado	p-valor
Média	0,04	0,01	6,20	0,0016
X ₁	0,01	0,01	1,31	0,2470
X ₁ ²	0,01	0,01	1,06	0,3377
X ₂	0,04	0,01	6,98	0,0009
X ₂ ²	0,00	0,01	0,11	0,9171
X ₁ * X ₂	0,00	0,01	0,67	0,5315

Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L).

Figura 21 - Gráfico de Pareto para absorbância (planejamento experimental DFC).



Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X1, massa de carvão em (g); X2, concentração de corante (mg/L).

A Tabela 16 apresenta os resultados da análise de variância (ANOVA) para a variável resposta absorbância. Com o $R^2 = 91,25\%$, constata-se que o modelo explica a variabilidade da absorbância de maneira satisfatória, como pode-se observar também na Figura 22 que demonstra os valores obtidos em experimentos e os valores obtidos pela Equação 5.

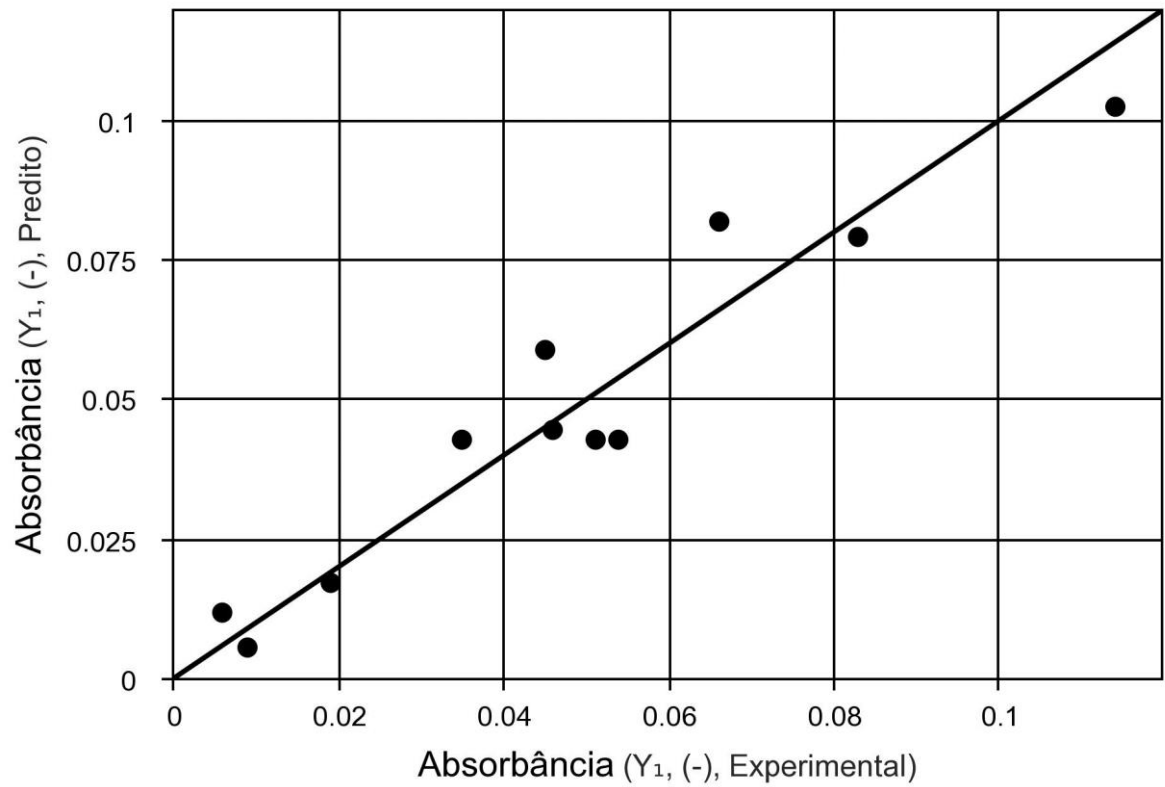
Tabela 16 - ANOVA referente à Absorbância (DFC).

Fonte de Variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F calculado	p-valor
Regressão		5		10,40	0,01116
Resíduos		5			
Falta de Ajuste		3		2,20	0,32766
Erro Puro		2			
Total		10			

 $R^2 = 91,25\%$

Fonte: Autor, 2023.

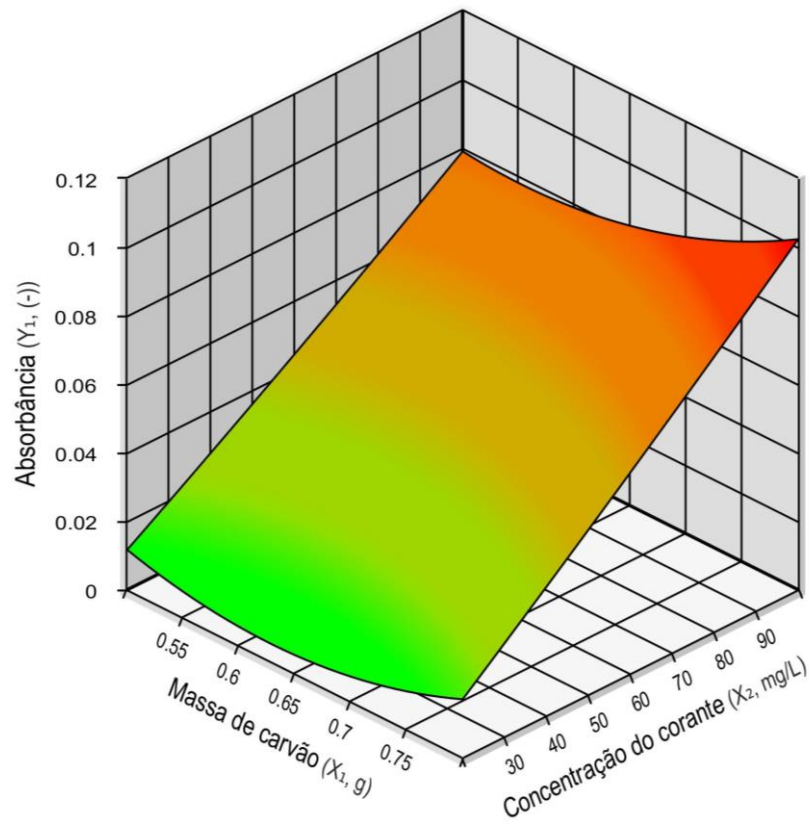
Figura 22 - Gráfico de predição e resultado experimental para absorvância (planejamento experimental DFC).



Fonte: Autor, 2023.

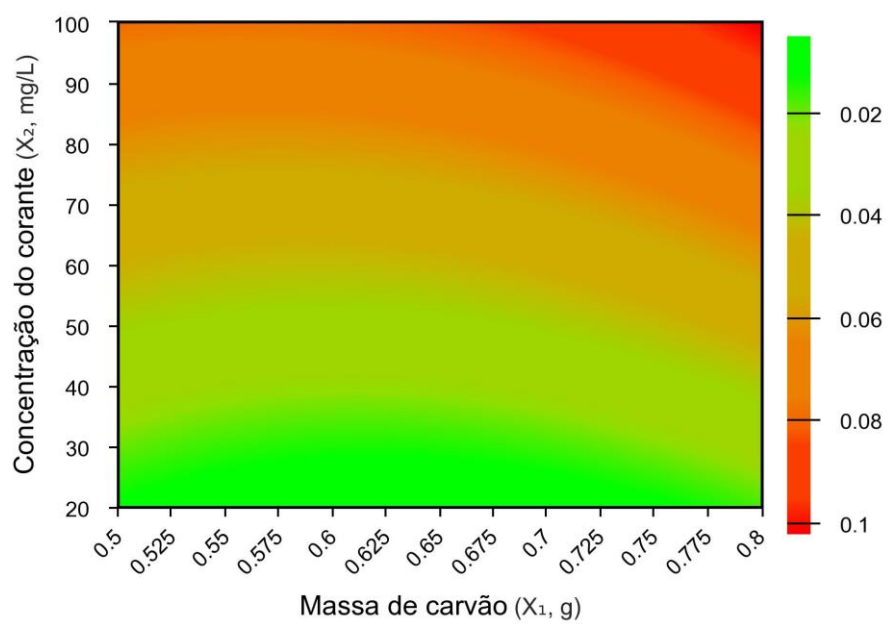
A superfície de resposta resultante do delineamento de faces centradas para a variável resposta absorvância pode ser visualizada nas Figuras 23 e 24.

Figura 23 - Superfície de resposta do resultado de absorvância em relação à massa de carvão e concentração de corante.



Fonte: Autor, 2023.

Figura 24 – Superfície de resposta do resultado de absorvância em relação à massa de carvão e concentração de corante, segunda imagem.



Fonte: Autor, 2023.

A Tabela 17 demonstra os coeficientes de regressão para a razão de adsorção, acusando a concentração de corante e a massa de carvão como variáveis independentes estatisticamente relevantes ao analisarmos o p-valor, conforme pode-se verificar também pela Figura 25 que representa o gráfico de Pareto para a razão de adsorção. A Equação 6 é resultado do modelo de regressão para a absorbância.

$$Y3 = 2,77 - 0,67 * X1 + 0,16 * X1^2 + 1,91 * X2 + 0 * X2^2 - 0,45 * X1 * X2$$

(Equação 6)

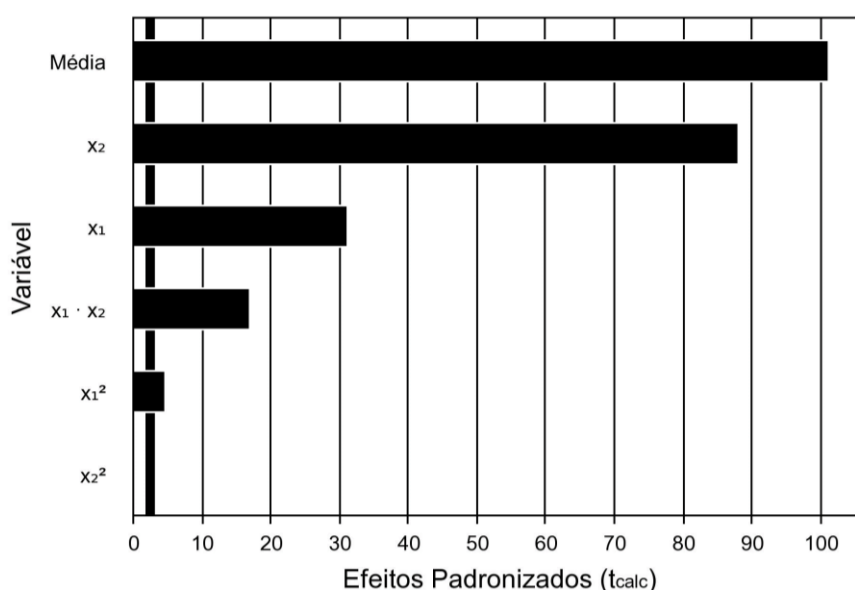
Tabela 17 - Coeficientes de regressão para a razão de adsorção do teste de azul de metileno DFC.

Nome	Coeficiente	Erro Padrão	t calculado	p-valor
Média	2,77	0,03	101,29	0,0000
X ₁	-0,67	0,02	-31,03	0,0000
X ₁ ²	0,16	0,03	4,64	0,0056
X ₂	1,91	0,02	88,02	0,0000
X ₂ ²	0,00	0,03	0,00	0,9997
X ₁ * X ₂	-0,45	0,03	-16,89	0,0000

Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L).

Figura 25 - Gráfico de Pareto para razão de adsorção (planejamento experimental DFC).



Fonte: Autor, 2023.

Legenda: X₁, massa de carvão em (g); X₂, concentração de corante (mg/L).

A Tabela 18 apresenta os resultados da análise de variância (ANOVA) para a variável resposta absorvância. Com o $R^2 = 99,94\%$, constata-se que o modelo explica a variabilidade da razão de adsorção de maneira satisfatória, como pode-se observar também na Figura 26 que demonstra os valores obtidos em experimentos e os valores obtidos pela Equação 6.

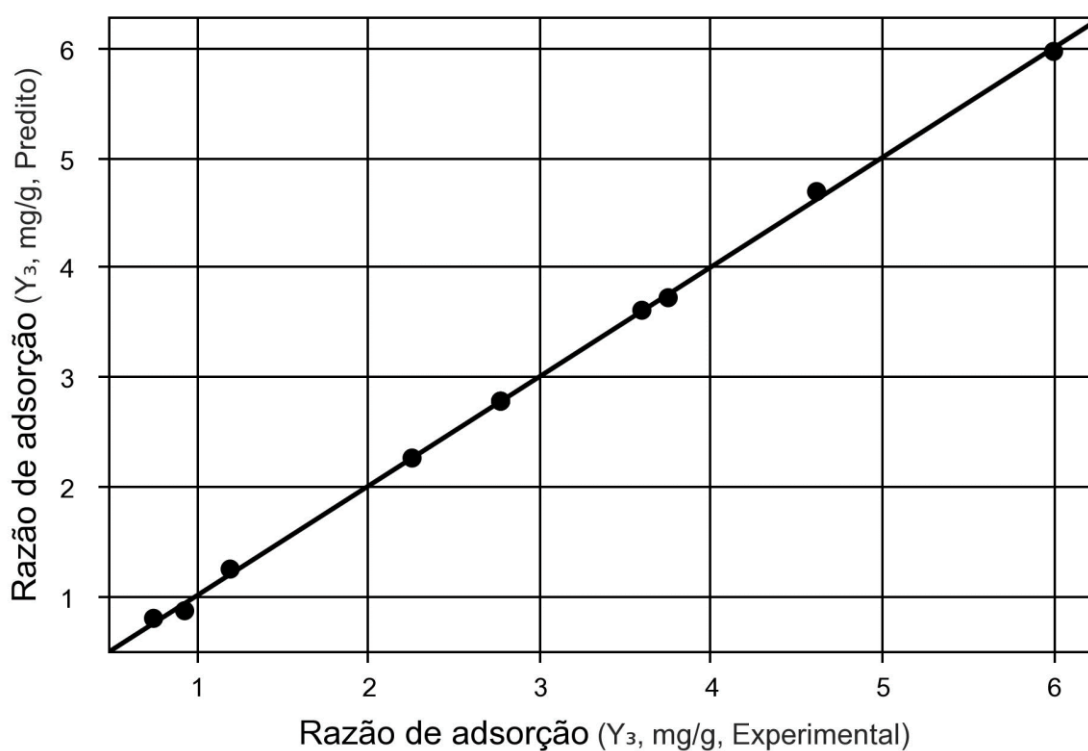
Tabela 18 - ANOVA referente à razão de adsorção (DFC).

Fonte de Variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F calculado	p-valor
Regressão	25,60	5	5,10	1803,90	0,00000
Resíduos		5			
Falta de Ajuste		3		21264,30	0,00005
Erro Puro		2			
Total	25,60	10			

$R^2 = 99,94\%$

Fonte: Autor, 2023.

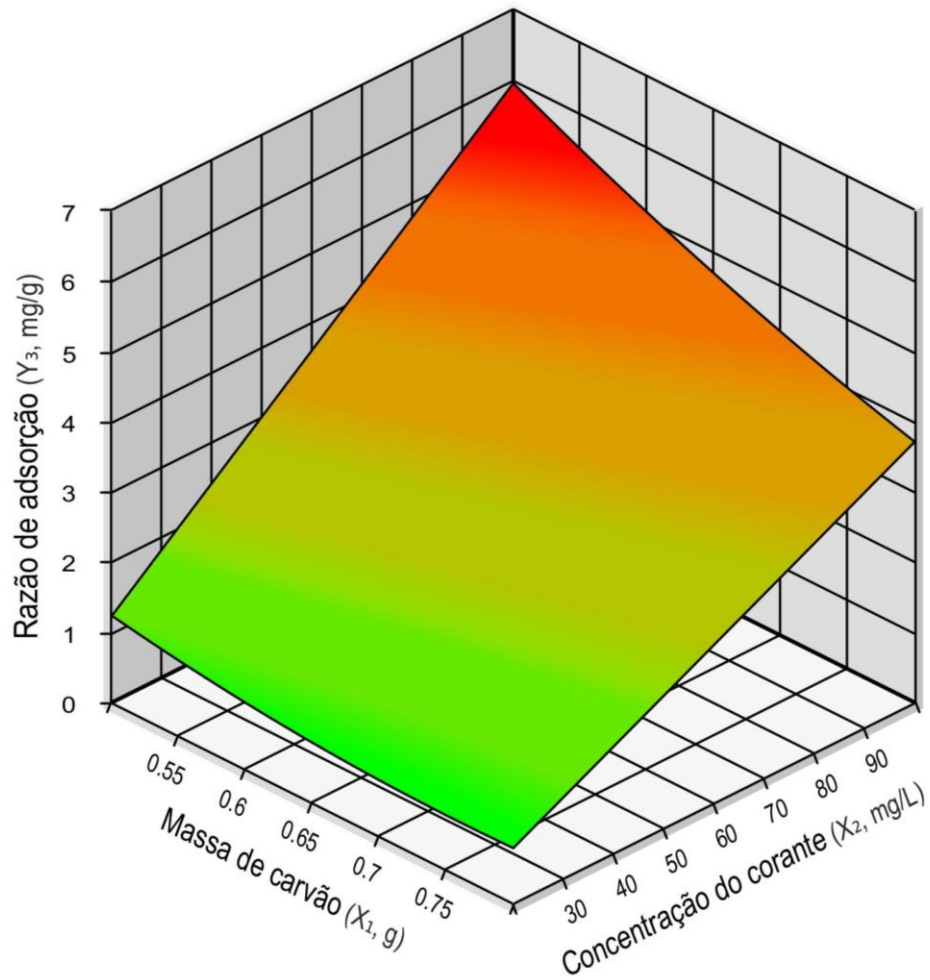
Figura 26 - Gráfico de predição e resultado experimental para razão de adsorção (planejamento experimental DFC).



Fonte: Autor, 2023.

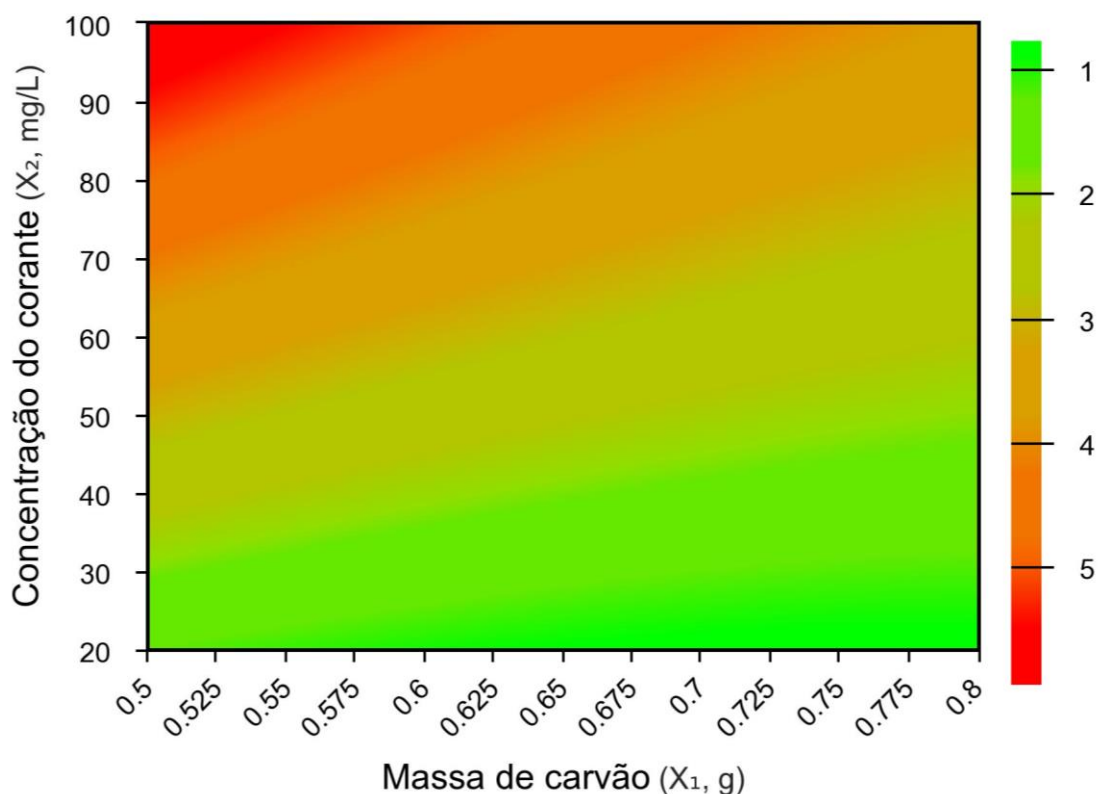
A superfície de resposta resultante do delineamento de faces centradas para a variável resposta absorvância pode ser visualizada nas Figuras 27 e 28.

Figura 27 - Superfície de resposta do resultado de razão de adsorção em relação à massa de carvão e concentração de corante.



Fonte: Autor, 2023.

Figura 28 - Superfície de resposta do resultado de razão de adsorção em relação à massa de carvão e concentração de corante, segunda imagem.



Fonte: Autor, 2023.

Os resultados do planejamento experimental DFC para a variável resposta eficiência de remoção foram desconsiderados por não terem sido destacadas nenhuma variável estatisticamente relevante, ou seja, suficientemente influenciadoras na Eficiência de remoção.

6 CONCLUSÃO

Os teores referentes à caracterização do carvão ativado apresentaram similaridades com a maioria dos resultados dos estudos referenciados. Ademais pode ser destacada a proximidade com a maioria dos resultados de SANTOS (2022), com todos os teores, exceto teor de umidade, já em comparação com os teores de MONTENEGRO et. al. (2021) e ASHTAPUTREY (2016), os teores de cinzas e umidade foram significativamente similares.

Relativo ao planejamento experimental Plackett-Burman, onde foram elencadas as variáveis independentes mais influentes no processo de adsorção do corante químico azul de metileno, as duas a serem destacadas são a massa de carvão em gramas e concentração do corante em mg/L por conta de seus p-valores referentes às variáveis resposta razão de adsorção e absorbância. Quanto à variável resposta eficiência de remoção, somente o tempo de adsorção obteve relevância estatística em termos de influência.

O estudo estatístico referente ao planejamento experimental de delineamento de faces centradas obteve como resultados principais os valores otimizadores do processo de adsorção do azul de metileno pelo carvão ativado estudado, tomando como base de variáveis independentes os resultados do planejamento experimental PB. Apesar da variável resposta eficiência de remoção não ter sido explicada de modo relevante pelas variáveis independentes massa de carvão e concentração de corante, a razão de adsorção e absorbância foram.

Analisando as superfícies de resposta geradas e levando em conta o intervalo estudado de 0,5 à 0,8 gramas de massa de carvão ativado e 20 a 100 mg/L de concentração de corante, conclui-se que: para maximizar a absorbância deve-se aumentar ambas variáveis independentes, onde seu valor máximo chegou ao valor de 0,11; já a razão de adsorção é mais favorecida pela minimização da massa de carvão e aumento da concentração de corante, onde seu valor máximo chegou a 5,99.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT; - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11834 Carvão ativado pulverizado Rio de Janeiro: ABNT, 1991b.

ALAM, Zahanggir; BARI, Niamul; KAWSARI, Sayera. **Statistical optimization of Methylene Blue dye removal from a synthetic textile wastewater using indigenous adsorbents**, Environmental and Sustainability Indicators, Volume 14, 2022.

ASHTAPUTREY, S. D.; ASHTAPUTREY, P. D. Preparation, characterization and application of pineapple peel activated carbon as an adsorbent for water hardness removal. **Journal of Chemical and Pharmaceutical Research**, 2016.

BARROS, B. N.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 4. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2010.

BOUCHELTA, C.; MEDJRAM, M. S.; BERTRAND, O.; BELLAT, J. P. Preparation and characterization of active carbon from date stones by physical activation with steam. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, Amsterdam, v. 82, n. 1, p. 70-77, 2008.

BRANDT, Karen. **Ecotoxicidade Aquática De Efluentes Industriais Têxteis que Utilizam Corantes em Seus Processos**. UNICAMP, São Paulo, 2021.

ÇEÇEN, F.; AKTAS, O. **Activated Carbon for Water and Wastewater Treatment**. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA, 2012.

COSTA, K. O. **Otimização Das Condições De Cultivo Do Fungo Endofítico *Phomopsis Sp.* Extraído Da *Bauhinia Variegata* Para Produção De Metabólitos Secundários Com Atividade Antioxidante**. Brasília, Distrito Federal: Universidade de Brasília, 2016.

FERNANDES, A. N. et al. Remoção do Azul de Metileno de Soluções Aquosas Utilizando Turfa como Adsorvente. **Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa**. Natal, Rio Grande do Norte 2005.

FERREIRA, L. M.; MELO, R. R. Use of activated charcoal as bio-adsorbent for treatment of residual waters: a review. **Nativa**, [S. l.], v. 9, n. 2, p. 215–221, 2021. DOI: 10.31413/nativa.v9i2.11387. Disponível em:

<https://periodicoscientificos.ufmt.br/ojs/index.php/nativa/article/view/11387>. Acesso em: 15 set. 2023.

FONSECA, A. C. C. **Produção de Carvão Ativado Utilizando como Precursor Borra de Café e sua Aplicação na Adsorção de Fenol**. Curitiba, Paraná: Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2013.

GOMES, C. S. **Otimização da operação de adsorção no tratamento de efluentes de tingimento de couro**. Porto Alegre, Rio Grande do Sul: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL, 2014.

ISO; - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. A ISO 1171:2010, Solid Mineral Fuels. 2010.

LÔBO, R. N. **Degradação Térmica de Podas de Árvores (Syzygium Cumini) Visando a Produção de Carvão Ativado para Uso Industrial**. Palmas, Tocantins: Universidade Federal do Tocantins, 2021.

MARIA, Karoline Planski; SANTOS, Danieli Alves dos; SILVA, Yara Prock; SANTOS, Gustavo Henrique Fidelis. **Avaliação de Modelos Cinéticos da Adsorção do Corante Azul de Metileno pelo Adsorvente Zeína**. UNICAMP, v. 1, ed. 12, 25 set. 2022.

MENÉNDEZ, J.A.; ARENILLAS, A.; FIDALGO, B.; FERNÁNDEZ, Y.; ZUBIZARRETA, L. CALVO, E. G.; BERMÚDEZ, J. M. **Microwave heating processes involving carbon materials. Fuel Processing Technology**, v. 91, p. 1-8, 2010.

MONTENEGRO, D.; MONTERO, N.; HERNÁNDEZ, R. A.; MÉNDEZ, J. Production and Characterization of Activated Carbon from pineapple stubble for removal of methylene blue and surfactants. **Journal of Applied Research and Technology**, 2021.

NETO, A. F. R.; MOREIRA, R. F.; GUARDA, E. A.; SILVA, G. G.; QUEIROZ, S. C. B. O uso da adsorção em carvão ativado pulverizado na remoção de matéria orgânica natural em eta de ciclo completo. **Revista de Engenharia e Tecnologia**, V. 12, N 4, dezembro, 2020. Disponível em: <https://revistas.uepg.br/index.php/ret/article/view/16685/209209213900>.

NETO, B. B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Campinas, SP: Editora Unicamp, 2001.

NUNES, D. L. **Preparação de Carvão Ativado a Partir de TORTA Prensada de Raphanus sativus L. E Utilização para Clarificação de Soluções**. Belo Horizonte, Minas Gerais: Universidade Federal de Minas Gerais, 2009.

RIBAS, Marielen Cozer. **A remoção de corantes têxteis pelo processo de adsorção utilizando carvão ativado produzido a partir de subprodutos agroindustriais -estudos em batelada e coluna de leito fixo**, 2016. Disponível em: < <https://docplayer.com.br/59417933-Universidade-federal-do-rio-grande-do-sul-escola-de-engenharia-programa-de-pos-graduacao-em-engenharia-quimica.html>>. Acessado em 26 de out. de 2023.

RODRIGUES, M. I.; LEMMA, A. F. **Planejamento de Experimentos & Otimização de Processos**. 3 Ed. Campinas, SP: Casa do Espírito Amigo Fraternidade Fé e Amor, 2014.

SANTOS, M. L. G. DOS. **Parâmetros que influenciam a produção de carvão ativado da biomassa residual do abacaxi (ANANAS COSMOSUS) para remoção de corante industrial**. Riberião Preto, UNAERP, 2022.

SANTOS, M. L. G.; PAZ, E. C. S.; SILVA, E. M.; PEDROZA, M. M. **Adsorption of Congo red textile dye on pineapple activated charcoal**. Palmas, Tocantins: Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Tocantins, 2023.

SILVA, A. T. **Influência da temperatura na adsorção do corante azul de metileno utilizando serragem de Pinus elliottii como um adsorvente alternativo: um modelo para o tratamento de efluentes têxteis**. Florianópolis, Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina, 2005.

SILVA, M. B.; SANTOS, J. H. P. DOS. **Adsorção do Azul de Metileno Utilizando Casca de Arroz**. [s.l.] Editora Científica Digital, 2021. p 40-59.

SILVA, R. P. **Tratamento de Corantes Reativos em Solução Aquosa Utilizando Lodo de Esgoto Sanitário como Biossorvente em Reatores Contínuos**. João Pessoa, Paraíba: Universidade Federal da Paraíba, 2012.

VALCARENGHI, G.; RIBEIRO, L. F. P. **Adsorção de Azul de Metileno de Solução Aquosa com Utilização de Pó de Serragem de md f e Madeirite e Carvão Ativado Granular**. Curitiba, Paraná: Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2013.

VALE, J. L. R. Aplicação Do Ensaio de Azul de Metileno Como Ferramenta Complementar de Seleção de Solos Tropicais para Produção de Adobe. Belo Horizonte, Minas Gerais: Universidade Federal de Minas Gerais, 2020.