



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS – UFPEL  
INSTITUTO DE FÍSICA E MATEMÁTICA – IFM  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA – PPGFIS  
FÍSICA DA MATÉRIA CONDENSADA

JAILSON DOS SANTOS SILVA

**PREPARAÇÃO DE CARVÃO ATIVADO USANDO CASCA DE ARROZ EM UM  
FORNO MICRO-ONDAS MODIFICADO**

Pelotas-RS  
2022



JAILSON DOS SANTOS SILVA

## **PREPARAÇÃO DE CARVÃO ATIVADO USANDO CASCA DE ARROZ EM UM FORNO MICRO-ONDAS MODIFICADO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Instituto de Física e Matemática da Universidade Federal de Pelotas – UFPEL, como requisito parcial à obtenção do título mestre em Física da Matéria Condensada.

Orientador: Prof.<sup>o</sup> Dr.<sup>o</sup> Mário Lúcio Moreira

Coorientador: Prof.<sup>o</sup> Dr.<sup>o</sup> Ediomar Costa Serra

Pelotas-RS  
2022

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas  
Catalogação na Publicação

S586p Silva, Jailson dos Santos

Preparação de carvão ativado usando casca de arroz em um forno micro-ondas modificado / Jailson dos SantosSilva ; Mário Lúcio Moreira, orientador ; Ediomar Costa Serra, coorientador. — Pelotas, 2022.

140 f. : il.

Dissertação (Mestrado) — Programa de Pós-Graduação em Física, Instituto de Física e Matemática, UniversidadeFederal de Pelotas, 2022.

1. Casca de arroz. 2. Carvão ativado. 3. Forno micro-ondas. 4. Carvão vegetal. I. Moreira, Mário Lúcio, orient. II. Serra, Ediomar Costa, coorient. III. Título.

JAILSON DOS SANTOS SILVA

**PREPARAÇÃO DE CARVÃO ATIVADO USANDO CASCA DE ARROZ EM UM  
FORNO MICRO-ONDAS MODIFICADO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Instituto de Física e Matemática da Universidade Federal de Pelotas – UFPel, como requisito parcial à obtenção do título mestre em Física da Matéria Condensada.

Aprovada em: **09 / 08 / 2022**

**BANCA EXAMINADORA**



---

Prof.º Dr.º Mário Lúcio Moreira  
(Orientador – UFPel)



---

Prof.º Dr.º Ediomar Costa Serra  
(Coorientador – UEMA Campus Caxias)



---

Prof.º. Drº. Sergio Da Silva Cava  
(Avaliador – UFPel)



---

Prof.º. Drº. Everton Granemann Souza  
(Avaliador – UCPel)

De que serve ao homem conquistar o mundo inteiro se perder a alma?

## AGRADECIMENTOS

Gratidão imensurável ao ser que me fortaleceu em sabedoria e em inteligência para a construção desta Dissertação de Mestrado, aos amados Deus e filho Jesus Cristo.

Aos meus pais, Maria Raimunda dos Santos Silva e João Ferreira da Silva, sempre estiveram ao meu lado em todos os momentos, me ensinando a buscar o essencial: a fé e a educação. E aos familiares em geral que me ajudaram nessa fase da minha vida.

A minha namorada, Josélia Borges Medeiros por me apoiar nas escolhas, enfrentamentos dos desafios e por todo amor.

Ao Laboratório de Materiais e Divulgação Científica – LABMAT por colaborar no desenvolvimento da pesquisa de produção do carvão ativado.

Ao meu orientador, Prof.<sup>o</sup> Dr.<sup>o</sup> Mário Lúcio Moreira e coorientador Prof.<sup>o</sup> Dr.<sup>o</sup> Ediomar Costa Serra por terem proporcionado os recursos necessários dessa pesquisa e orientações, contribuições e palavras de estímulo.

A todos os professores que fazem parte do corpo docente da UFPel e em especial ao Instituto de Física do Programa de Pós-Graduação em Física.

Gostaria de agradecer aos professores: Me. Olívia de Araújo Aragão Diniz, Me. João Alberto Santos Porto e Dr.<sup>o</sup> Maria de Fátima Salgado por me direcionar nas escolhas certas.

Aos meus amigos da graduação e do mestrado que ajudaram a conseguir essa conquista.

A Universidade Federal do Rio Grande – FURG pela realização das análises de área superficial BET e Langmuir, MEV e EDS.

A Instituto Federal do Piauí – IFPI do Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Materiais – PGEM pela realização das análises TGA, DSC, UV-Vis e DRX.

A Pró Reitoria de Assuntos Estudantis – PRAE/UFPel pela ajuda de moradia, alimentação e transporte até o Campus Capão do Leão.

Ao Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pelo apoio financeiro.

## RESUMO

O carvão ativado é uma forma altamente porosa de carbono puro que pode adsorver moléculas ou íons de meios fluidos. O carvão ativado pode ser utilizado como filtragem de água, remoção de contaminantes, adsorção de gases, medicamento de tratamento, atualmente foi desenvolvido supercapacitor biorrenovável e outras aplicações. Esse estudo tem a proposta de carbonização da casca de arroz, com objetivo de preparar de forma detalhada o carvão ativado com ativação física e química via processamento de radiações micro-ondas, comparando os resultados obtidos com os advindos da literatura, adotando uma sequência de procedimentos: modificação do forno micro-ondas, instalação do sistema de gases, preparo dos carvões com rampa de aquecimento e aquisição de itens. No preparo dos carvões, primeiramente feito o vegetal (atmosfera de  $N_2$ ), o ativado na ativação física (atmosfera de  $CO_2$ ) e ativado na ativação química com agente ativante NaOH, todos com temperaturas entre  $500^\circ C$  a  $600^\circ C$  em 60 min. Foram feitas as seguintes análises: Termogravimetria (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplado com Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), Difração de Raios-X (DRX). Espectrofotometria UV-Vis foi utilizado a solução de azul de metileno e área de adsorção por método BET e Langmuir. O carvão vegetal obteve rendimento de quase 40%, ativado na ativação física mais de 50% e ativado na ativação química, perto de 35%. Nas medidas TGA, da casca de arroz apresentou estágios de perda de massa das substâncias existentes sendo 90% com temperatura superior a  $520^\circ C$ ; o DSC observou-se eventos térmicos de natureza tanto endotérmica (pico de  $120^\circ C$ ) e exotérmica (pico de  $340^\circ C$ ); nos ensaios de DRX foi identificado vários picos de Óxido de Silício, Sacarose, Calcita e compostos orgânicos (celulose). O carvão vegetal, analisado no MEV apontou um material quebradiço e baixa porosidade; no EDS foram encontrados Carbono, Oxigênio, Silício e Potássio; o DRX mostrou a presença dos mesmos além do Óxido de ferro e outros óxidos; uma absorbância do corante foi observada nas medidas de UV-Vis apresentou uma absorbância do corante na solução no tempo de 55 min de 0,41 (remoção de 59%); o BET e no Langmuir obteve-se uma área superficial de  $55,8990 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $85,0025 \text{ m}^2/\text{g}$ , respectivamente. O carvão ativado na ativação física o MEV é possível observar uma estrutura heterogênea e porosa; o EDS aponta os picos de Carbono, Oxigênio, Silício e Magnésio; o DRX exibiu os mesmos óxidos do carvão vegetal; UV-Vis constou no tempo de 55 min uma absorbância mais de 0,32 (remoção de corante 68%); BET e Langmuir teve área de superfície quase de  $127 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $192 \text{ m}^2/\text{g}$ . O carvão ativado na ativação química o MEV foi avistado bastante fragmentado em diversos pontos e porosidade aparentemente ainda maior; o EDS apresentou Carbono, Oxigênio, Sódio, Magnésio, Silício e Potássio; o DRX constou Óxido de Silício, Calcita, Cloreto de Sódio; UV-Vis mostrou absorbância da solução em 0,045 (remoção de 95,5% do azul de metileno) em 55 min; o BET perto de  $190 \text{ m}^2/\text{g}$  e Langmuir próximo de  $288 \text{ m}^2/\text{g}$ . Os carvões produzidos usando o precursor foram obtidos com sucesso e com qualidade.

**Palavras-chave:** Casca de arroz. forno micro-ondas. carvão vegetal. carvão ativado.

## ABSTRACT

Activated carbon is a highly porous form of pure carbon that can adsorb molecules or ions from fluid media. Activated carbon can be used as water filtration, contaminant removal, gas adsorption, treatment drug, currently biorenewable supercapacitor has been developed and other applications. This study proposes the carbonization of rice husk, with the objective of preparing in detail the activated carbon with physical and chemical activation via microwave radiation processing, comparing the results obtained with those from the literature, adopting a sequence of procedures : modification of the microwave oven, installation of the gas system, preparation of coals with heating ramp and purchase of items. In the preparation of the coals, first the vegetable (N<sub>2</sub> atmosphere), the activated in the physical activation (CO<sub>2</sub> atmosphere) and activated in the chemical activation with NaOH activating agent, all with temperatures between 500°C to 600°C in 60 min. The following analyzes were performed: Thermogravimetry (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Scanning Electron Microscopy (SEM) coupled with Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), X-Ray Diffraction (XRD). UV-Vis spectrophotometry was used in methylene blue solution and adsorption area by BET and Langmuir method. Charcoal obtained a yield of almost 40%, activated by physical activation more than 50% and activated by chemical activation, close to 35%. In the TGA measurements, the rice husk showed stages of loss of mass of the existing substances, being 90% with temperature above 520°C; the DSC thermal events were both endothermic (peak of 120°C) and exothermic (peak of 340°C); in the XRD assays, several peaks of Silicon Oxide, Sucrose, Calcite and organic compounds (cellulose) were identified. The charcoal, analyzed in the SEM, showed a brittle material and low porosity; in EDS carbon, oxygen, silicon and potassium were found; XRD showed their presence in addition to iron oxide and other oxides; a dye absorbance was observed in the UV-Vis measurements showed a dye absorbance in the solution in the time of 55 min of 0.41 (59% removal); the BET and Langmuir obtained a surface area of 55.8990 m<sup>2</sup>/g and 85.0025 m<sup>2</sup>/g, respectively. Activated carbon in the physical activation SEM it is possible to observe a heterogeneous and porous structure; the EDS points out the peaks of Carbon, Oxygen, Silicon and Magnesium; XRD exhibited the same oxides as charcoal; UV-Vis showed an absorbance of more than 0.32 in a time of 55 min (dye removal 68%); BET and Langmuir had surface areas of almost 127 m<sup>2</sup>/g and 192 m<sup>2</sup>/g. The activated carbon in the chemical activation SEM was seen quite fragmented in several points and apparently even greater porosity; the EDS presented Carbon, Oxygen, Sodium, Magnesium, Silicon and Potassium; XRD consisted of Silicon Oxide, Calcite, Sodium Chloride; UV-Vis showed absorbance of the solution at 0.045 (95.5% removal of methylene blue) in 55 min; BET close to 190 m<sup>2</sup>/g and Langmuir close to 288 m<sup>2</sup>/g. Coals produced using the precursor were successfully obtained with quality.

**Key-words:** Rice husk. microwave. charcoal. activated charcoal.



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	14
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	16
2.1	Objetivo Geral.....	16
2.2	Objetivos Específicos .....	16
<b>3</b>	<b>REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	17
3.1	Casca de arroz .....	17
3.1.1	Aplicações da casca de arroz.....	20
3.1.2	Aplicações da cinza da casca de arroz.....	21
3.2	Carvão vegetal .....	22
3.3	Carvão ativado .....	24
3.3.1	Ativação física .....	25
3.3.1	Ativação química .....	27
3.3.3	Ativação físico-química.....	28
3.3.4	Produção de carvão ativado via micro-ondas.....	29
3.3.5	Aplicações do carvão ativado .....	30
3.4	Funcionamento do forno micro-ondas .....	33
3.5	Adsorção .....	36
3.5.1	Teoria de Langmuir.....	37
3.5.2	Teoria BET .....	38
3.6	Análise Termogravimétrico – TGA.....	41
3.7	Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC.....	42
3.8	Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV acoplado com EDS .....	42
3.9	Difração de Raios-X – DRX .....	43
3.10	Espectrofotometria UV-Vis .....	44
<b>4</b>	<b>METODOLOGIA</b> .....	46
4.1	Biomassa casca de arroz .....	46
4.2	Produção de carvão vegetal .....	47
4.3	Produção de carvão ativado na ativação física .....	49
4.4	Produção de carvão ativado na ativação química .....	49
4.5	Caracterização do carvão vegetal e ativado.....	51
4.5.1	Análise Termogravimétrica – TGA.....	51
4.5.2	Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC.....	52

4.5.3	Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV acoplado à espectroscopia de energia dispersiva – EDS .....	52
4.5.4	Difratogramas de Raios-X – DRX.....	53
4.5.5	Isotermas de absorção .....	54
4.5.6	Análise de superfície específica BET e Langmuir .....	56
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>57</b>
5.1	Carvão vegetal a partir da casca de arroz.....	57
5.2	Carvão ativado na ativação física.....	61
5.3	Carvão ativado na ativação química.....	64
5.4	TGA da casca de arroz.....	66
5.5	DSC da casca de arroz.....	67
5.6	MEV e EDS do carvão vegetal .....	68
5.7	MEV e EDS do carvão ativado na ativação física.....	70
5.8	MEV e EDS do carvão ativado na ativação química .....	73
5.9	DRX da casca de arroz.....	74
5.10	DRX do carvão vegetal.....	75
5.11	DRX do carvão ativado na ativação física .....	76
5.12	DRX do carvão ativado na ativação química .....	77
5.13	UV-Vis do carvão vegetal .....	77
5.14	UV-Vis do carvão ativado na ativação física.....	78
5.15	UV-Vis do carvão ativado na ativação química .....	79
5.16	BET e Langmuir do carvão vegetal.....	81
5.17	BET e Langmuir do carvão ativado na ativação física.....	83
5.18	BET e Langmuir do carvão ativado na ativação química.....	85
<b>6</b>	<b>CONSIDERAÇÕES PARCIAIS</b> .....	<b>88</b>
<b>7</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>90</b>
<b>8</b>	<b>TRABALHOS TÉCNICOS-CIENTÍFICOS PRODUZIDOS</b> .....	<b>91</b>
8.1	Trabalhos apresentados em eventos.....	91
8.2	Premiações de Menções Honrosa.....	91
	REFERÊNCIAS .....	93
	APÊNDICE .....	

## LISTA DE FIGURAS

Figura 01. Estrutura do grão de arroz .....	18
Figura 02. Procedimento para produção de carvão ativado .....	25
Figura 03. Etapas do procedimento da ativação física do precursor .....	26
Figura 04. Etapas envolvidas no processo de ativação química do precursor .....	27
Figura 05. Elementos básicos do forno micro-ondas doméstico .....	33
Figura 06. Espectro eletromagnético.....	34
Figura 07. A interação de micro-ondas com diferentes tipos de materiais .....	35
Figura 08. Superfície sólida (adsorvente) na presença de um gás (adsorbato) .....	37
Figura 09. Classificação das isotermas de acordo com a IUPAC .....	39
Figura 10. Histerese com isotermas de adsorção tipo IV e V .....	40
Figura 11. Diagrama dos itens de funcionamento do TGA.....	41
Figura 12. DSC, onde (1) e (2) cadinho com amostra e referência, (3) forno, (4) aquecimento, (5) sensor e curva típica .....	42
Figura 13. Ilustração esquemático da coluna do MEV .....	43
Figura 14. Difratorômetro com geometria para foga Bragg-Brentano e componentes .	44
Figura 15. Representação do funcionamento do espectrômetro.....	45
Figura 16. Coleta da casca de arroz na usina .....	46
Figura 17. Peneiração da casca de arroz.....	47
Figura 18. Balança de precisão de marca Shimadzu, usada nesta pesquisa .....	47
Figura 19. Todos os equipamentos funcionando para produção dos carvões .....	48
Figura 20. Preparo do carvão ativado na ativação química .....	49
Figura 21. Secagem do carvão para proceguir na produção de carvão ativado .....	50
Figura 22. Lavagem do carvão após a pirólise impregnado com a solução ativante	50
Figura 23. TGA – Termobalança Shimadzu TGA 51 .....	51
Figura 24. Equipamento Differential Scanning Calorimeter – DSC-60 Plus .....	52
Figura 25. Microscópio Eletrônica de Varredura com microsonda de EDS .....	53
Figura 26. Difratorômetro Empyrean da PANalytical do IFPI .....	54
Figura 27. Equipamento de Esctrofotometria UV-Vis usado na pesquisa .....	54
Figura 28. Em A solução de azul de metileno concentrado e em B a mesma solução em menor concentração.....	55
Figura 29. Equipamento de análise por adsorção de Nitrogênio.....	56
Figura 30. Perfil de temperatura durante produção de carvão vegetal Nº 5.....	58

Figura 31. Carvão vegetal produzido no perfil desejado .....	58
Figura 32. Perfil de temperatura durante produção de carvão vegetal Nº 6 .....	59
Figura 33. Carvão vegetal produzido de número 6 encontrada na tabela .....	59
Figura 34. Perfil de temperatura durante produção de carvão vegetal Nº 6 .....	60
Figura 35. Carvão vegetal produzido de número 9 encontrada na tabela 06 .....	60
Figura 36. Bio-óleo gerado durante a processo de produção de carvão vegetal .....	61
Figura 37. Variação de temperatura em função do tempo número 1 – Física .....	62
Figura 38. (A) e (B) carvão ativado na ativação física de número 1 .....	62
Figura 39. Variação de temperatura em função do tempo número 2 – Física .....	63
Figura 40. Produção de carvão ativado na ativação física de número 2 .....	63
Figura 41. Variação de temperatura em função do tempo número 1– Química .....	64
Figura 42. Produção de carvão ativado na ativação química de número 1 .....	65
Figura 43. Variação de temperatura em função do tempo número 2 – Química .....	65
Figura 44. Produção de carvão ativado na ativação química de número 2 .....	66
Figura 45. Curvas do TGA da amostra da casca de arroz em atmosfera de N <sub>2</sub> .....	67
Figura 46. Análise calorimétrica – DSC da casca de arroz .....	68
Figura 47. Em A ampliação de 50x, B de 200x e C de 2000x do carvão vegetal .....	69
Figura 48. MEV acoplado com EDS do carvão vegetal de 2000x .....	69
Figura 49. Distribuição dos elementos na superfície do carvão vegetal .....	70
Figura 50. (A) ampliação de 50x, (B) de 200x e (C) de 2000x do carvão ativado-fisicamente .....	71
Figura 51. MEV acoplado com EDS do carvão ativado-fisicamente de 2000x .....	71
Figura 52. Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-fisicamente .....	72
Figura 53. (A) ampliação de 50x, (B) de 200x e (C) de 2000x do carvão ativado-quimicamente .....	73
Figura 54. MEV acoplado com EDS do carvão ativado-quimicamente de 2000x .....	73
Figura 55. Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-quimicamente .....	74
Figura 56. Difrátograma da casca de arroz natural .....	75
Figura 57. Difrátograma do carvão vegetal a partir da casca de arroz .....	76
Figura 58. Difrátograma do carvão ativado na ativação física .....	76
Figura 59. Difrátograma do carvão ativado na ativação química .....	77
Figura 60. Absorbância versos comprimento de onda do carvão vegetal .....	78

Figura 61. Absorbância versus comprimento de onda do carvão ativado-fisicamente .....	79
Figura 62. Absorbância versus comprimento de onda do carvão ativado-quimicamente .....	80
Figura 63. Soluções após o 55 min, em A carvão ativado-físico e B ativado-químico .....	80
Figura 64. Área superficial BET parâmetro linear do carvão vegetal .....	81
Figura 65. Isotermas de adsorção-dessorção de N <sub>2</sub> do carvão vegetal .....	82
Figura 66. Área de superfície de Langmuir do carvão vegetal .....	83
Figura 67. Área superficial BET parâmetro linear do carvão ativado na ativação-fisicamente .....	84
Figura 68. Isotermas de adsorção-dessorção de N <sub>2</sub> do carvão ativado-fisicamente.	84
Figura 69. Área de superfície de Langmuir do carvão ativado-fisicamente.....	85
Figura 70. Área superficial BET parâmetro linear do carvão ativado na ativação-quimicamente .....	86
Figura 71. Isotermas de adsorção-dessorção de N <sub>2</sub> do carvão ativado-fisicamente.	87
Figura 72. Área de superfície de Langmuir do carvão ativado-quimicamente.....	87

## LISTA DE TABELAS

Tabela 01. Composição da casca de arroz .....	17
Tabela 02. Composição elementar da casca de arroz .....	18
Tabela 03. Composição química da casca de arroz.....	19
Tabela 04. Comparação entre os processos de ativação física e química.....	28
Tabela 05. Especificação de cada poro ser diâmetro.....	41
Tabela 06. Resultados das produções de carvão vegetal padronizado .....	57
Tabela 07. Resultados das produções de carvão ativado na ativação física padronizado.....	61
Tabela 08. Resultados das produções de carvão ativado na ativação química padronizado.....	64
Tabela 09. EDS da região 1 de estudos do carvão vegeta .....	70
Tabela 10. EDS da região 3 de estudos do carvão ativado-fisicamente .....	72
Tabela 11. EDS da região 2 de estudos do carvão ativado-quimicamente .....	74

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente, os diversos problemas e impactos ambientais são consequências do uso inadequado dos recursos naturais. Enquanto a população cresce demasiadamente e o consumo aumenta gradativamente, as pessoas se preocupam menos com o planeta e com o descarte adequado dos resíduos. Instabilidades no mercado de energia e na indústria petroquímica têm sido observadas ao longo dos últimos anos em relação a possíveis mudanças no custo do petróleo. Sabendo que essa instabilidade pode persistir no futuro e potencialmente desestabilizar a atividade econômica, política e social, cresce o interesse em substituir os combustíveis não renováveis à base de petróleo por produtos e materiais derivados de recursos renováveis (KAMBLE *et al.*, 2019).

Neste contexto, a biomassa representa um recurso renovável abundante e neutro em carbono, cada vez mais importante para o desenvolvimento de sociedades industriais sustentáveis, é um fator de gestão eficaz das emissões de gases com efeito de estufa. Portanto, produzir energia e obter outros produtos a partir da biomassa é uma opção atraente, pois a fonte é renovável, o dióxido de carbono pode ser reciclado e o ar da atmosfera é mantido em níveis aceitáveis e saudáveis (VAHDATI-KHAJEH *et al.*, 2019).

O carvão ativado é um excelente adsorvente principalmente devido à sua alta área superficial, distribuição do tamanho dos poros e grupos funcionais presentes na superfície (HAN *et al.*, 2020). O carvão ativado pode ser preparado fisicamente tratando termicamente a carbonização da matéria-prima e, em seguida, ativando o material carbonáceo resultante na presença de reagentes como  $\text{CO}_2$  e vapor. Esses carvões ainda são preparados quimicamente pela impregnação da matéria-prima com ativadores como  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{KOH}$  e  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , seguido de tratamento térmico em atmosfera inerte (SANTOS *et al.*, 2020). As propriedades físicas e químicas dependem do método de ativação e da natureza do precursor. Esses carvões são comumente usados como adsorventes, catalisadores, aplicações de suporte de catalisador nas indústrias de supercapacitor e farmacêutica (NARVEKAR *et al.*, 2021).

Na atualidade, o tratamento térmico em fornos tubulares é o processo convencional mais utilizado e aplicado na produção de carvão ativado, no entanto, este processo é caracterizado por altos custos devido ao longo tempo de processo e

consumo de energia envolvido. Nesse contexto, a pirólise por micro-ondas vem mostrando-se uma tecnologia de processamento promissora para a conversão de biomassa em carvão ativado, com as vantagens de consumir menos energia, tempo e produzir a mesma qualidade de carvão ativado obtida pela pirólise convencional (CANALES-FLORES; PRIETO-GARCÍA, 2020).

O arroz é a terceira maior safra de cereais do mundo, depois do milho e do trigo, e é de grande importância porque é o alimento básico de mais da metade da população mundial. No Brasil, seus hábitos alimentares são reconhecidos pelo consumo diário, principalmente pela classe socioeconômica menos popular. Daí a ação governamental inserida no programa social para garantir sua participação na alimentação diária da população (WANDER *et al.*, 2019).

No país, o arroz é cultivado por meio de dois sistemas de produção: irrigação por inundação, agricultura tradicional e várzea controlada e terras altas. O arroz irrigado concentra-se nos estados do Rio Grande do Sul, Santa Catarina, Maranhão, Tocantins e Mato Grosso Sul, que juntos respondem por cerca de 85% da produção de arroz do país. Rio Grande do Sul corresponde por 66% da produção de arroz (IBGE, 2019).

O arroz consiste em casca, pele, germe e endosperma. Membrana pertence a um grupo de camadas de células localizadas entre a casca e o endosperma. No processo de beneficiamento do arroz, os grãos são polidos para remover filmes e bactérias para formar o farelo. As vitaminas e os minerais estão concentrados na membrana e no germe, portanto, também estão concentrados no farelo de arroz. O endosperma, também considerado o órgão armazenador de nutrientes das sementes, contém basicamente amido e é o produto final para consumo humano (SOUSA, 2019).

O objetivo principal é a produção de carvão ativado de alta qualidade da biomassa da casca de arroz usando forno micro-ondas doméstico modificado. As caracterizações da biomassa e dos carvões foram realizadas com as seguintes técnicas: Termogravimetria (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) acoplado com Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), Difração de Raios-X (DRX), a capacidade de adsorção foi avaliada por Espectrofotometria UV-Vis e área de adsorção do método BET e Langmuir. O diferencial da pesquisa, além de um preparo diferente da indústria de carvões e reutilizando o resíduo descartado de forma incorreta.



## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Fabricar de forma sistemática carvão ativado com ativação física e química pelo uso de um forno micro-ondas doméstico modificado preparados a partir da casca de arroz.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- Desenvolver um perfil de queima dos carvões usando um forno de micro-ondas;
- Comparar os carvões produzidos com a literatura quanto sua qualidade;
- Conseguir material carbonáceo a ser utilizado como matéria-prima;
- Produzir carvão vegetal para ativação física e química;
- Obter solução para ativação com Hidróxido de sódio;
- Caracterizar o precursor e os carvões quanto seus aspectos físicos e químicos.
- Avaliar a capacidade de adsorção dos carvões em uma solução de azul de metileno.

### 3 REVISÃO DE LITERATURA

#### 3.1 Casca de arroz

O arroz é um dos principais alimentos consumidos no Brasil, servindo de base para a dieta da maioria da população. Seu consumo é em média 31kg por ano para cada habitante, tornando a cadeia produtiva do arroz de extrema importância para a economia nacional, especialmente para o Rio Grande do Sul e Santa Catarina, estados com mais de 350 engenhos de beneficiamento de arroz (Reis, Silva e Neves 2015).

A densidade da casca de arroz é baixa e o transporte torna-se problemático, ela é modificada em "briquetes", que são amontoados de cascas, reduzida no seu volume. Durante o processo de combustão, a casca produz muita cinza, mas sua fumaça é pouco poluente, pois não possui enxofre (NITZKE; BIEDRZYCKI, 2018). A casca de arroz, normalmente, tem a seguinte composição, como mostrado na Tabela 01.

**Tabela 01:** Composição da casca de arroz.

Proteína (%)	Gordura (%)	Fibras (%)	Cinzas (%)	Carboidratos (%)
2,0 - 2,8	0,3 - 0,8	34,5 - 45,9	13,2 - 21,0	22,0 - 34,0

FONTE: NITZKE; BIEDRZYCKI, 2018.

Sendo a casca de arroz um subproduto mais expressivo durante o processamento do arroz, correspondendo por cerca de 20% a 23% da massa do grão, e quando queimada completamente produz cinza equivalente a 4% da massa do grão. Sendo uma matéria-prima barata, difícil de reutilizar, tem propriedades nutricionais relativamente baixas, sendo produzida em grandes quantidades. É formada por uma camada de madeira dura composta por celulose, lignina e materiais inorgânicos. A lignina é composta por polímeros formados principalmente por compostos aromáticos ricos em compostos de carbono, responsáveis por cerca de 30% de todo o carbono na natureza, e tem potencial para ser usada para diferentes fins, como na produção de fibra de carbono (FERREIRA *et al.*, 2020).

A composição química média da casca, em base anidra, é de 50% de celulose, 30% de lignina e 20% de sílica (SiO<sub>2</sub>), sendo que a lignina e a celulose podem ser removidas através da combustão da casca, pois ela é um material de

lenta decomposição na natureza. Quando depositada de forma inadequada, devido ao seu acúmulo constante, pode ocorrer uma decomposição anaeróbica que produz gases poluentes (metano e óxido nitroso, que são danosos à camada de ozônio) (RODRIGUES, 2019). Na Tabela 02, encontram-se os principais constituintes elementares da casca de arroz de acordo com Schneider (2017).

**Tabela 02:** Composição elementar da casca de arroz.

C (%)	H (%)	O (%)	N (%)	Si (%)
37,05	8,80	35,03	11,06	9,01

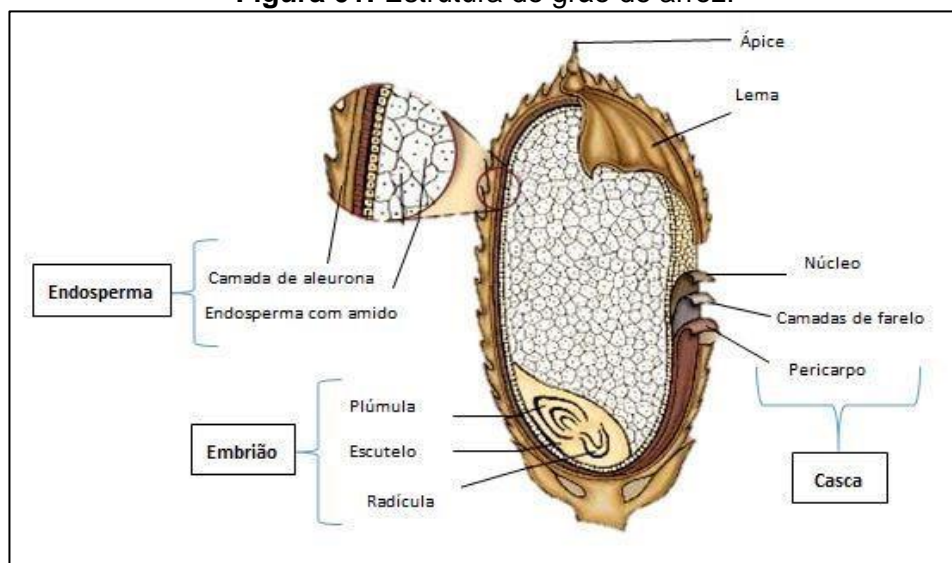
FONTE: SCHNEIDER, 2017.

A queima da casca de arroz reduz agressão ambiental deste resíduo, uma vez que descartadas in natura no ambiente são lentamente decompostas, produzindo gás metano (CH<sub>4</sub>). Durante o processo de combustão, são produzidos monóxido de carbono (CO) e dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), que contribuem menos para o efeito estufa do que o gás metano (LUCHT, 2019).

O grão de arroz é um fruto conhecido como cariopse que dispõe quatro camadas principais: casca, película, endosperma e embrião. A camada de aleurona (película ou farelo) é responsável por 5 a 8% da massa do arroz integral.

O embrião ou gérmen adere à face ventral do grão e é rico em proteínas e lipídios, o que equivale 2 a 3% do grão inteiro. O endosperma constitui a maior parte do grão (89 a 94% do arroz integral), composto por células ricas em amido com alguns corpos proteicos (GARCIA, 2017). Na Figura 01 é mostrado a estrutura da casca de arroz.

**Figura 01:** Estrutura do grão de arroz.



FONTE: GARCIA, 2017.

A casca de arroz é um produto de origem vegetal, sendo a maior parte combinada por celulose e hemicelulose, que representam a 50% do peso seco da casca. A lignina também está presente, sendo equivalente a 26% da massa seca; óleo, proteína, etc. equivalem a 4%. Os 20% restantes correspondem a compostos inorgânicos, dos quais 94% são compostos por sílica, enquanto os 6% restantes são compostos por  $K_2O$ ,  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $Al_2O_3$ ,  $P_2O_5$  em concentrações decrescentes (DUARTE, 2019). Na Tabela 03, a composição química segundo Schneider (2017).

**Tabela 03:** Composição química da casca de arroz.

<b>Oxidos</b>	<b>Massa (%)</b>
$SiO_2$	13,55
$Al_2O_3$	0,04
$Fe_2O_3$	0,01
$CaO$	0,10
$MgO$	0,05
$K_2O$	0,03
$Na_2O$	0,02
$MnO$	0,02
$TiO_2$	0,01
$P_2O_5$	0,05

FONTE: SCHNEIDER, 2017.

A composição da casca de arroz orgânica e inorgânica depende de muitos fatores, como variedade, tipo de solo, condições climáticas e fertilização. A sílica amorfa e a sílica branca podem ser extraídas dos caules das cascas de arroz, resultando em um material com grande área superficial.

Possui as características de baixa densidade e peso específico, alto teor de silício, biodegradação lenta, não é fácil de ser decomposto por bactérias, alta dureza e grau de fibra, resultando em boa resistência ao desgaste e baixo valor nutricional do produto, o que não indica sua aplicação na alimentação animal. Portanto, parte é reaproveitada como biomassa na própria indústria de processo para gerar calor por meio da combustão direta (SCHNEIDER, 2017).

Com a publicação da Lei 12.305/2010, que institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos – PNRS (BRASIL, 2010) e da publicação da Diretriz Técnica Nº 002/2011, pela Fundação Estadual de Proteção Ambiental Henrique Luiz Roessler – FEPAM, do Rio Grande do Sul, é especializado no tratamento de cascas de arroz e resíduos de cinzas gerados durante a queima da casca de arroz, a destinação final ambientalmente correta dos resíduos é fundamental. De acordo com a DIRTEC nº 002/2011, cabe as unidades geradoras de casca ou queimada, através de projeto

para determinar os procedimentos de destinação a serem utilizados. Um dos procedimentos permitidos é a incorporação em solo agrícola que, pela referida DIRTEC, deve seguir técnicas agronômicas, considerando o volume de resíduos a ser aplicado e as características da área onde será feita a aplicação, sempre com a devida Anotação de Responsabilidade Técnica – ART (FUNDAÇÃO ESTADUAL DE PROTEÇÃO AMBIENTAL HENRIQUE LUIZ ROESSLER, 2011).

Das primeiras gerações do beneficiamento do grão, obtém-se a casca como o principal subproduto, numa razão de aproximadamente 200 gramas por quilograma de arroz, em casca. O resíduo gerado, por possuir alto poder calorífico (3000 Kcal/Kg), é largamente utilizado como fonte de energia, sendo que, no Brasil, a casca é aproveitada pelas próprias empresas beneficiadoras, que, normalmente, as queimam para a secagem ou parboilização dos grãos (ANGARITA; JUNIOR, 2020).

Pode-se constatar que a produção agrícola arroseira na região sul é muito elevada, com destaque para o estado do Rio Grande do Sul, maior produtor de grãos do Brasil, que responde por mais de 70% da área (CONAB, 2021).

### **3.1.1 Aplicações da casca de arroz**

A casca de arroz é utilizada para diferentes aplicações, dependendo de suas propriedades físicas e químicas, como teor de cinzas, teor de sílica, etc. Em usinas de energia, a casca de arroz é usada diretamente como um bom combustível. Também é utilizada como matéria-prima para fazer alguns compostos como sílica e compostos de silício. Essa biomassa tem várias aplicações em diferentes indústrias e campos domésticos (CARVALHO, 2015).

Segundo o Balanço Energético Nacional (BEN, 2019), o Brasil representa 8,5% de produção de energia renovável usando biomassa e a casca de arroz pode ser utilizado para fonte energética. O estudo de Kulkamp e Olivier (2020) mostrou um grande potencial para geração de energia elétrica com a casca de arroz havendo várias vantagens, como: economia, redução de gases de efeito estufa e sustentabilidade ambiental. Para produzir eletricidade de 1 MWH (milhões de watts/hora), é necessária 1 tonelada de casca de arroz. Também é usado como combustível alternativo para energia doméstica (RODRIGUES, 2019).

Outra alternativa usando a casca de arroz é como fertilizante e substrato devido ao alto teor de lignina, pois é compostada muito lentamente, e as minhocas

são usadas para acelerar esse processo. Utilizando a técnica de vermicompostagem, a casca de arroz pode ser convertida em fertilizante em quatro meses. Casca de arroz paraboilizada usada como substrato ou meio para jardinagem, incluindo certas hidroculturas (SOUSA, 2019).

Resumidamente, o destino do farelo da casca de arroz pode ser usado na produção de biodiesel através do seu óleo ou ainda como ração. Já em relação a casca em si, poderia ser empregada para o preparo de materiais de alto valor agregado. Alguns exemplos de usos desses valores agregados incluem compósitos plásticos para construção civil, aditivos para concreto leve, formação de nanopartículas de sílica a partir de casca de arroz para aplicações biomédicas, armazenamento de energia através de baterias, tratamento de água, suporte de catalisador para conversão de óleo de palma em biodiesel, briquetes para geração de energia (LUCHT, 2019).

Atualmente os pesquisadores japoneses da Universidade de Hiroshima criam LEDs de pontos quânticos, conhecidos como QLEDs usando casca de arroz. O procedimento consistiu em extrair silício poroso (pontos microscópicos que funcionam como semicondutores) foi utilizada uma combinação de moagem da casca de arroz e extrair pó de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) queimando os compostos orgânicos. Em seguida, o pó de sílica através de um forno elétrico por meio de uma reação de redução e reduzido as partículas de 3 nanômetros de diâmetro por reação química. Após esses passos as partículas cristalinas de 3 nm prontas para funcionar como fonte luminescentes na faixa laranja-vermelho (Terada *et al.* 2022).

Apesar da abordagem inovadora da pesquisa anterior, o processamento de casca de arroz em sílica não é novidade. Em 2019, o grupo alemão inaugurou uma unidade de produção em Itaqui-RS que produz cerca de 2.500 toneladas de sílica e energia por mês (TARNAPOLSKY, 2022).

### **3.1.2 Aplicações da cinza da casca de arroz**

Nas indústrias siderúrgicas, devido às propriedades isolantes finas da casca de arroz, como baixa condutividade térmica, alto ponto de fusão, baixa densidade aparente e alta porosidade, é usado para a produção de aço de alta qualidade. Também é usado como revestimento sobre o metal fundido no tundish e na panela

que atua como um isolante muito bom e não permite o resfriamento rápido da meta (FREITAS, 2018).

Usado em indústrias de cimento e construção civil, as cinzas de casca de arroz para atender à crescente necessidade de material, ela é utilizada principalmente como substituto da sílica ativa ou como aditivo na fabricação de blocos de concreto de baixo custo, tijolos e argamassas. Outras vantagens da incorporação deste resíduo são o aumento do desempenho e durabilidade, diminuição da porosidade e da resistência à compressão (FILHO; BARROS, 2019).

A pesquisa de Filho *et al.* (2019), mostra a cinza de casca de arroz coletada em uma Central Termoelétrica e aplicada no solo para comparação antes e depois. Os resultados mostraram melhoria das condições químicas e físico-químico do solo. O potencial da cinza para a correção da acidez e, conseqüentemente, aumento dos teores nutricionais disponíveis para as plantas. Contudo, mais estudos são necessários para investigar profundamente como a aplicação desse material pode ser dimensionada, com base em parâmetros ambientais e produtivos.

A FINEP (2019) anunciou em 2019 uma pesquisa inédita para o uso de cinza de casca de arroz em Oryzasil Silicas Naturais em Itaquí (RS), foi quando começou a expandir um método para aquisição de provenientes de silício utilizando cinzas para fabricação de silicões para o setor da construção civil, bem como a produção de pneus verdes de interesse da indústria automobilística, produção de isoladores térmicos, por serem resistentes a choques térmicos, baixa condutividade térmica e baixas propriedades mecânicas. O processamento de 140.000 toneladas de cascas anualmente para produção de energia gerará 28.000 toneladas de cinzas, que serão convertidas em altos valores agregados.

A presença de metais pesados em sistemas aquáticos é um problema muito sério. Dessa forma, as cinzas de casca de arroz são utilizadas como adsorvente no processo de tratamento e, é uma alternativa mais econômica do que a comumente utilizada (LUCHT, 2019).

### **3.2 Carvão vegetal**

O processo de produção do carvão vegetal inicia-se com a secagem, perda de água livre e decomposição térmica físico-quimicamente irreversível resultando em transformações. O carvão vegetal é uma matéria-prima renovável com baixos níveis

de poluentes em relação aos combustíveis fósseis, e pode ser utilizada como agente redutor e fonte de energia na fabricação de ferro-gusa (SILVA *et al.*, 2022).

A vantagem do carvão vegetal dar-se porque é uma fonte de energia renovável, mas parte da produção ainda é realizada em fornos comuns, o rendimento de gravimétrico é baixo, causando perdas econômicas, e como a produção é artesanal exige a maior área plantada. Para atender a demanda, na produção manual, o controle durante a carbonização é baseado em aspectos subjetivos, como a cor da fumaça. Os trabalhadores estão cronicamente expostos a emissões de gases tóxicos e altas temperaturas, e muitas vezes são incapazes de reciclar subprodutos carbonizados (SILVA, 2022).

O surgimento da indústria siderúrgica no Brasil teve uma grande ajuda do carvão vegetal para o seu desenvolvimento. A ausência de reservas de carvão mineral, disponibilidade de florestas e vegetação nativa facilitaram as qualidades para o uso do carvão vegetal como termo redutor na produção siderúrgica (NEGRÃO, 2017).

O método tradicional de fabricação para obter carvão vegetal é queimar ou aquecer a madeira a uma temperatura de 500 a 600°C sem ar. Empilhe as estacas, relativamente cobertas de sujeira, para limitar a abertura de ar durante o processo de queima. Trata-se de uma estratégia muito primitiva que não permite o aproveitamento de nenhum subproduto e costuma ser utilizada por pequenos e médios produtores que representam 65% da produção no Brasil, atualmente em áreas com pouca arborização (ALBUQUERQUE, 2019).

Os processos industriais utilizam fornos pré-aquecidos a 300°C, nos quais são colocados pedaços relativamente pequenos de madeira seca. O processo produz carvão vegetal em larga escala para a indústria de ferro-gusa e pode produzir subprodutos como metanol, acetato de piche, petróleo e gás natural. A madeira mais indicada é o eucalipto, que é cultivado em grandes áreas (COSTA *et al.*, 2014).

Em Minas Gerais, a Universidade Federal de Viçosa, onde criou-se uma técnica que aumenta o rendimento de trabalho no sistema de fornos ao preparo de carvão vegetal de maneira sustentável e situações de trabalho no setor. O forno fornalha, o eucalipto é colocado em fornos de tijolos, ligados a uma fornalha, onde os gases poluentes, como o metano, são queimados e transformados em gás carbônico, água e calor e depois, as árvores ajudam a absorver o gás carbono.



Atualmente, vários estados brasileiros implantaram essa tecnologia e até o momento seis países (ANGELO, 2021).

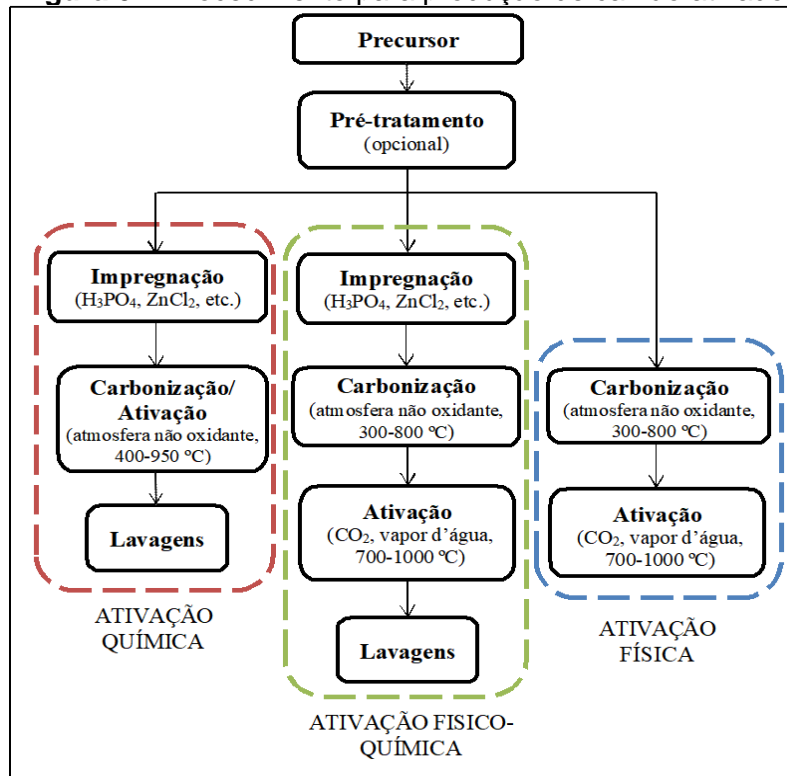
### 3.3 Carvão ativado

O carvão ativado é feito de um material carbonáceo poroso que pode ser obtido através de diferentes precursores, como madeira, sementes, ossos de animais, petróleo, carvão mineral, plásticos, pneus e entre outras variedades de inerte em uma forma microcristalina e não grafítica que foi tratada para aumentar a porosidade interna, dentre elas destaca-se a eliminação de substâncias de concentração, composição e tamanhos variáveis. Materiais com grande quantidade de carbono pode ser transformado em carvão ativado (SENA *et al.*, 2022).

Uma possibilidade de obtenção desse material vem dos resíduos agroindustriais, que estão aumentando devido ao desenvolvimento do agronegócio mundial. Como resultado, surgiram novas pesquisas voltadas ao aproveitamento de resíduos agroindustriais por meio do reaproveitamento e biotransformação, resultando em novos produtos com valor agregado (RICARDINO; SOUZA; NETO, 2022).

A ativação é um processo que envolve a conversão de materiais derivados de plantas ou animais em adsorventes com alta área superficial, aumentando adequadamente o tamanho dos poros e criando novos poros nesses materiais. As propriedades porosas e influências na eficiência de adsorção de compostos orgânicos e inorgânicos. É um tratamento físico e químico que altera a distribuição do tamanho dos poros, área específica, resistência mecânica e atividade química superficial do material (PIQUET, 2022).

Quando o processo de ativação ocorre em um material de baixa porosidade, a área superficial e a porosidade aumentam devido à oxidação dos átomos de carbono. Esses materiais carbonáceos alternativos usados para produzir carvão ativado geralmente têm uma porosidade entre 10 e 20 m<sup>2</sup>/g, e após a ativação essa porosidade é próxima ou superior a 800 m<sup>2</sup>/g (BRAGIÃO, 2019). Depois do pré-tratamento, a síntese de carvão ativado há a possibilidade de fazer três métodos diferentes: ativação física, química ou físico-quimicamente, como mostrado na Figura 02.

**Figura 02:** Procedimento para produção de carvão ativado.

FONTE: CÂNDIDO, 2019.

### 3.3.1 Ativação física

Existem duas maneiras de produzir carvão ativo. A primeira inclui a decomposição térmica (calcinação) da substância, enquanto a segunda engloba substâncias calcinadas quimicamente ou termicamente ativadas. Por isso, Gomes, Bianchi e Magalhães (2021) detalharam a ativação térmica: a oxidação lenta do carvão por meio de oxidantes como vapor e dióxido de carbono em temperaturas entre 400°C e 900°C. O processo de oxidação lenta cria novos poros ou aumenta os poros existentes no material. Devido à sua baixa reatividade, o  $CO_2$  é geralmente escolhido em detrimento do vapor, o que permite o controle da taxa de oxidação enquanto forma porosidade uniforme.

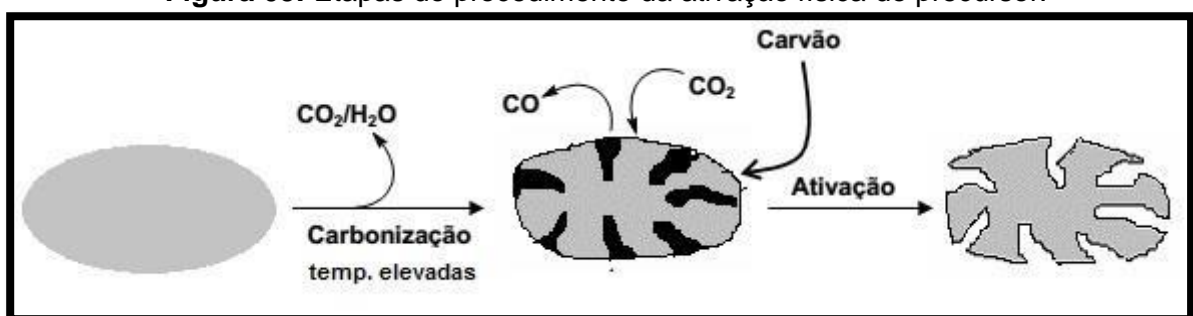
De acordo com um estudo, existem três métodos de ativação por  $CO_2$ . O primeiro método usa  $N_2/CO_2$  sem resfriamento. A amostra foi aquecida a 500°C na presença de  $N_2$  e depois aquecida a uma temperatura de ativação de 800 a 900°C na presença de  $CO_2$ . O segundo método usando  $N_2/CO_2$  é realizado sob resfriamento, onde a amostra é aquecida a 500°C com  $N_2$ , depois resfriada até a temperatura ambiente e em seguida aquecida até a temperatura de ativação na presença de  $CO_2$ . No terceiro método, a amostra é aquecida diretamente à

temperatura de ativação com a adição de  $\text{CO}_2$ . Neste estudo com e sem resfriamento com  $\text{N}_2/\text{CO}_2$ , foram obtidas áreas superficiais semelhantes no material com tempo de ativação de 60 minutos a  $800^\circ\text{C}$ . Segundo os autores, o método direto utilizando  $\text{CO}_2$  é o mais econômico dos três métodos testados devido a sua simplicidade na fabricação de carvão ativado (SENA, 2022).

A ativação física é considerada um método "verde" em relação a outros métodos de ativação porque não há produtos químicos que causem problemas secundários no descarte de resíduos. No entanto, o tempo de ativação prolongado, o alto consumo de energia e o baixo rendimento de carbono associado ao método de duas etapas são limitações deste método. A indústria do carvão ativado está constantemente envolvida no impasse entre o desenvolvimento da porosidade e o aumento da burn-off (queimar), que é a porcentagem de massa perdida durante a ativação (CÂNDIDO, 2019).

A abordagem clássica da ativação física refere-se a um processo de duas etapas (carbonização e ativação), mas alguns autores sugerem uma única etapa. Nesta etapa, a corrente de gás usada para carbonização é suplantada por um gás de ativação de oxidação parcial sem resfriamento. A técnica de ativação física em uma etapa tem sido promovida por vários pesquisadores porque reduz o tempo de operação, o consumo de energia, o custo e o esforço físico (ADILLA RASHIDI; YUSUP, 2016). Na Figura 03 é exemplificado o processo de pirólise e ativação física.

**Figura 03:** Etapas do procedimento da ativação física do precursor.



**FONTE:** SILVA *et al.*, 2020.

Em geral, a ativação física fornece uma distribuição de poros tipo fenda muito fina, tornando o carvão obtido adequado para procedimentos de adsorção de gás, enquanto a ativação química produz carbono com macroporos que são mais adequados para aplicações de adsorção em fase líquida (ALMEIDA, 2015).

### 3.3.2 Ativação química

Para a ativação química, o precursor é previamente impregnado com um produto químico, dentre os mais utilizados destacam-se sais, ácidos, bases e hidróxidos, como, por exemplo, Ácido Fosfórico ( $H_3PO_4$ ), hidróxido de potássio (KOH), Cloreto de zinco ( $ZnCl_2$ ), Ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), Fosfato de Diamônio  $[(NH_4)_2HPO_4]$ , Carbonato de potássio ( $K_2CO_3$ ), Hidróxido de Sódio (NaOH), Ácido Acético ( $CH_3COOH$ ) e após a impregnação, em seguida é pirolísado. A pirólise e a ativação química ocorrem em uma única etapa (GONZÁLEZ-GARCÍA, 2018).

O material com a solução ativante é então carbonizado perante um ambiente inerte. As temperaturas variam de acordo com os produtos químicos utilizados. Por exemplo, para ativação de  $H_3PO_4$  e  $ZnCl_2$ , geralmente são utilizadas temperaturas mais baixas, entre 400-500°C, enquanto para KOH, temperaturas acima de 700°C são usadas. Após a ativação, o material carbonizado passa por um processo de lavagem completo para remover os produtos químicos e tornar a estrutura porosa utilizável (DANISH; AHMAD, 2018). Na Figura 04 é mostrado o esquema do processo de ativação química.

**Figura 04:** Etapas envolvidas no processo de ativação química do precursor.



**FONTE:** SILVA *et al.*, 2020.

As vantagens em relação à ativação física, incluem rendimentos mais altos, tempos de ativação mais curtos e temperaturas geralmente mais baixas. O que resulta em menor consumo de energia, no entanto, a principal desvantagem é na implicação de reagentes químicos, alto custo e poluição ambiental secundária, uma vez que a lavagem é necessária para remover os reagentes químicos (CÂNDIDO, 2019).

### 3.3.3 Ativação físico-química

As vantagens e desvantagens dos métodos de ativação química e física encontram-se abordadas na Tabela 04. Vários autores propuseram-se combinar procedimentos de ativação física e química. Esta metodologia envolve a impregnação do precursor seguida de tratamento térmico na presença de um gás parcialmente oxidante (ADILLA RASHIDI; YUSUP, 2016).

**Tabela 04:** Comparação entre os processos de ativação física e química

<b>Características das ativações</b>	<b>Física</b>	<b>Química</b>
<b>Densidade de empacotamento</b>	Menor	Maior
<b>Rendimento</b>	Menor	Maior
<b>Tempo de ativação</b>	Maior	Menor
<b>Temperatura de ativação</b>	Maior	Menor
<b>Consumo energético</b>	Maior	Menor
<b>Resistência mecânica</b>	Menor	Maior
<b>Homogeneidade dos poros</b>	Maior	Menor
<b>Custo do agente ativante</b>	Menor	Maior
<b>Uso de reagentes químicos</b>	Não	Sim
<b>Necessidade de uma etapa adicional de lavagem</b>	Não	Sim
<b>Geração de efluentes líquidos (lavagens)</b>	Não	Sim

FONTE: CÂNDIDO, 2019.

Através desta metodologia, podem ser obtidos carvões com porosidade e densidade relativamente alta. Ocorre porque o uso de baixas proporções de  $H_3PO_4$  ou  $ZnCl_2$  produz inicialmente microporos estreitos sem causar diminuição expressiva na densidade ilusória em comparação com amostras carbonizadas sem produtos químicos. A ativação física imediata permite o desenvolvimento adequado da estrutura primária dos poros criada pelo produto químico (RODRIGUEZ-REINOSO; SILVESTRE-ALBERO, 2016).

Acredita-se que o efeito positivo da impregnação do agente desidratante na densidade manifestada seja devido ao fato de que o ataque ácido pelo produto químico produz fragmentos de cadeia lignocelulósica que são suficientemente móveis para induzir a reorganização e redistribuição da estrutura da planta precursora. Desta forma, os vazios presentes no material de partida são eliminados, resultando em um maior grau de compactação. Na ausência de um agente desidratante, esses vazios criam macroporos que não facilitam significativamente a adsorção e reduzem muito a densidade aparente (PRAUCHNER; SAPAG; RODRÍGUEZ-REINOSO, 2016).

### 3.3.4 Produção de carvão ativado via micro-ondas

Carvões ativados preparados por tecnologia de irradiação de micro-ondas a partir de resíduos industriais são materiais promissores (DAWEI *et al.*, 2018). A queima de diferentes biomassas como borra de café, folhas de bambu, casca de arroz, palha de milho e bagaço de cana-de-açúcar via aquecimento por micro-ondas tem um procedimento economicamente viável (LO *et al.*, 2017). A tecnologia assistida por micro-ondas é um processo eficaz para reduzir significativamente o tempo de processamento e melhorar os rendimentos na produção de carvão ativado (YUNPU *et al.*, 2016). A pirólise por micro-ondas favorece a produção de mais produtos sólidos e gasosos e menos produtos líquidos do que a pirólise convencional (HUANG *et al.*, 2017).

A diferença entre o tratamento térmico convencional e o tratamento térmico por micro-ondas é a forma como o calor é gerado. Nos processos convencionais, a energia é transferida do meio para o material por condução ou convecção, enquanto nos processos de micro-ondas, a energia eletromagnética interage com a estrutura do material, promovendo rotação de dipolos, condução iônica e/ou elétrica, à medida que o material aquece a perda de energia das ondas (RADOIU, 2020).

As cruciais características do método que envolvem o tratamento de materiais por micro-ondas são: o aquecimento ocorre com rápida transferência de energia (maior taxa de aquecimento), o aquecimento seletivo dos materiais, em função de suas características físico-químico e o aquecimento ocorre de dentro para fora do material e não há contato direto com o precursor a ser processado. Além dessas características, vale destacar a economia de tempo, maior desempenho e respeito ao meio ambiente (ABDELSAYED *et al.*, 2018).

Buscando pesquisadores brasileiros em trabalhos de conclusões de curso, dissertações de mestrado e teses de doutorado que de alguma forma fizeram carvão vegetal ou ativado em um forno modificado de micro-ondas no Brasil. A pesquisa de Bezerra (2012) produziu carvão ativado de endocarpo de coco da baía em um forno micro-ondas de 950 W (Brastemp) com controlador de temperatura, reator de cerâmica e demais acessórios de muita importância. A temperatura máxima atingida foi de quase 400°C e mostrada um carvão ativado de altíssima qualidade.

Na pesquisa de Silva (2019) de origem brasileira, produziu carvão vegetal do endocarpo de coco babaçu em um forno micro-ondas (Samsung) de 800 W também

modificado e esse estudo observa-se equipamentos mais modernos, comparado ao experimento de Bezerra (2012). Foi utilizado um reator de vidro temperado e um controlador. A temperatura máxima registrada de aproximadamente 600 °C.

Usando a mesma biomassa da pesquisa e o mesmo forno micro-ondas citada anterior, Trindade (2020) preparou carvão ativação com temperatura máxima de quase 300°C e também obteve ótimos resultados.

O estudo de Mendonça (2020) alterou a estrutura do forno micro-ondas (Eletrolux) de 1000W, a proposta foi a transformação do resíduo de biodiesel, a glicerina bruta e resíduos plásticos, o poliestireno expandido, em carvão ativado. A temperatura máxima de 240°C, o autor relata que devido a Pandemia do covid-19 não foi possível avançar buscando as condições ideais de obtenção do carvão a partir do poliestireno no micro-ondas.

Uma pesquisa recente de Brazil (2022) preparou carvão ativado a partir de lignina Kraft, caroço de azeitona e borra de café no forno micro-ondas (Consul) de 800 W modificado com reator de quartzo. Foi considerado apenas a variável potência sem registra a temperatura interna do forno, usando máxima de 640 W e os resultados mostram que o processo de pirólise por micro-ondas é promissor para a produção de carvão ativado com área superficial elevada, em períodos de processamento mais curtos (redução de cerca de 90%), logo com menor consumo de energia em relação à pirólise em forno convencional.

Todos as pesquisas relatadas anteriormente de origem brasileira, apontam avanços no preparo dos diversos precursores que podem serem transformados em carvão ativado de forma inovadora. As principais variáveis no processo de micro-ondas são potência, tempo de irradiação, impregnante utilizado para ativação química e, no caso de ativação física, vazão e tipo de gás.

### **3.3.5 Aplicações do carvão ativado**

A aplicação de carvão ativado tem diversas finalidades, incluindo filtragem de água removendo contaminantes, influência da poluição do ar, remoção de metais densos e muito mais. Isto é, seguido por adsorção orgânica, corantes, captura de CO<sub>2</sub>, catalisadores, adsorção de amônia e armazenamento de metano (GONZÁLEZ-GARCÍA, 2018).

No tratamento da água, o carvão ativado é usado principalmente para remover compostos orgânicos poluentes. Esses compostos são provenientes de três fontes diferentes, incluindo: (i) resíduos do metabolismo biológico, (ii) compostos orgânicos sintéticos, como óleos, benzeno, fenóis, detergentes, corantes e pesticidas, e (iii) subprodutos químicos do tratamento de água, como como trihalometanos fortemente adsorvidos pelo carvão ativado, justificam seu uso no tratamento de água para aumentar (GARCIA *et al.*, 2018).

O tamanho molecular da maioria dos poluidores gasosos está na região microporosa, ou seja, < 2 nm. Correspondente a dimensão de poro apropriado para adsorção de gases e uma boa área de superfície para reações aceleradas, o carvão ativado tem ampla potencialidade no controle da poluição do ar (MARRAKCHI *et al.*, 2017).

Os compostos orgânicos voláteis são considerados uma fonte de poluentes atmosféricos, incluindo a maioria dos solventes, desengraxantes, produtos de limpeza, lubrificantes e combustíveis líquidos. Vários pesquisadores têm investigado a remoção desses compostos principalmente por carvão ativado lignocelulósico. Algumas modificações e impregnações com compostos selecionados são necessárias para aumentar a capacidade de adsorção e melhorar a seletividade dos compostos orgânicos (RAHMAN *et al.*, 2017).

O carvão ativado ainda pode ser usado para diminuir as emissões de gás carbono de fontes precisas (centrais elétricas; distribuição e reciclagem de combustíveis; queima de biomassa; uso residencial e comercial e outros processos industriais). A adsorção é estimada a um potencial para tais aplicações apropriadas aos baixos requisitos de energia, custo reduzido e fácil manuseio em uma faixa de temperatura e pressão parcialmente ampla (NEVES *et al.*, 2015).

O uso do gás natural como combustível veicular tornou-se uma alternativa atraente à gasolina e ao diesel devido à sua combustão limpa e baixo custo. A maneira mais comum de usar o gás natural é na forma comprimida, no entanto, devido à alta pressão necessária, são necessários vasos de armazenamentos cilíndricos de aço inoxidável para serviços pesados. Uma opção que tem se mostrado promissora é o uso de gás natural na forma adsorvida, onde o cilindro de armazenamento é preenchido com sorvente, o que permite reduzir em mais de 5 vezes a pressão necessária para que quantidades idênticas do gás sejam



armazenados. Os carvões ativados têm mostrado bons resultados como adsorventes para esta finalidade (PRAUCHNER *et al.*, 2016).

Usando a lógica do parágrafo anterior, pode reduzir o risco e simplificar o processo de carregamento, a baixa pressão permite o uso de contêineres mais leves e com formas viáveis, permitindo o aproveitamento do espaço restante no carro. Para otimizar a capacidade de armazenamento, o sorvente deve ter uma distribuição de poros estreita, entre 0,8 e 1,1 nm, que é a largura em que ocorre a densidade máxima de empacotamento das moléculas de metano, além de possuir uma densidade de empacotamento adequada para obter uma capacidade de armazenamento por volume de sorvente Máximo (CASCO *et al.*, 2015).

O hidrogênio é um combustível com futuro promissor. No entanto, além dos desafios de desenvolver células de combustível eficientes ou métodos de produção de H<sub>2</sub> econômicos, o armazenamento também desempenha um papel importante, exigindo o desenvolvimento de recipientes seguros, baratos e compactos. Muitos metais, ligas e compostos intermetálicos podem adsorver reversivelmente grandes quantidades de H<sub>2</sub>; no entanto, todos eles são ineficazes para dispositivos móveis de armazenamento. Há alguns anos, foi proposta uma relação linear entre a área superficial BET e a capacidade de adsorção de hidrogênio a 77 K e 0,1 MPa (VASILIEV *et al.*, 2007). Infelizmente, até o momento, não existe um método confiável para prever a capacidade de adsorção de H<sub>2</sub> em carvão ativado (GONZÁLEZ-GARCÍA, 2018).

Na indústria alimentícia e de bebidas, o carvão ativado é amplamente utilizado para controlar ou remover substâncias que conferem cor, odor e sabor. Na indústria farmacêutica é usado para remover impurezas para controle de qualidade e na indústria de mineração tem sido usado para recuperar ouro a partir de licores lixiviados. A adsorção de metais pesados por carvão ativado também tem sido amplamente estudada para reduzir os efeitos negativos desses metais comumente encontrados em efluentes de mineração, processamento de minério, indústrias petroquímicas, e entre outros (YAHYA; AL-QODAH; NGAH, 2015).

A pesquisa de He *et al.* (2021) de origem Chinesa, mostrou a preparação fácil de carvão ativado na ativação química a partir de casca de arroz com objetivo para captura de CO<sub>2</sub>. Os resultados apresentaram capacidade de isotermas de adsorção de CO<sub>2</sub> atingindo 5,83 mmol/g a 273 K e área superficial de 1495,52 m<sup>2</sup>/g e volume microporoso de 0,447 cm<sup>3</sup>/g. Um estudo realizado na Índia por Sakhiya *et al.* (2021)

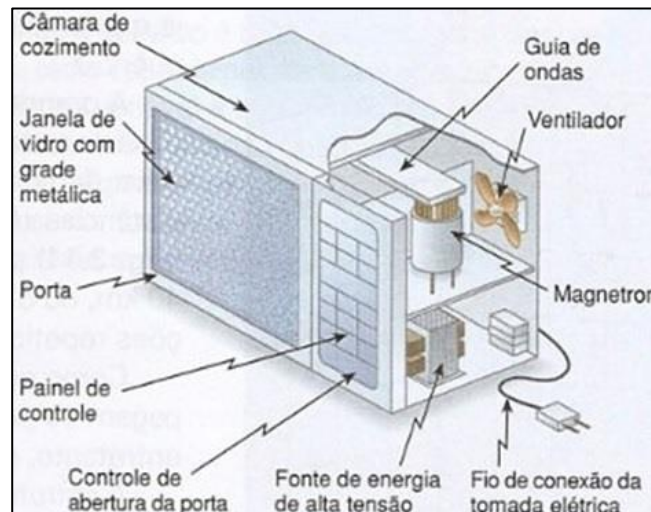
produziu carvão ativado também da casca de arroz e provou eficácia para contaminantes de  $Zn^{+2}$  da água.

Outra pesquisa muito interessante foi de Jorn-am *et al.* (2021) de origem Tailândia, abordava a produção de carvão ativado da casca de arroz com finalidade de desenvolver supercapacitor biorrenovável de alta densidade de energia. O carvão foi usado para fazer um eletrodo enquanto os pontos de carbono também da palha de arroz foram combinados com eletrólitos. O trabalho demonstrou assim uma nova e simples estratégia de utilização de um recurso biorrenovável para a fabricação de supercapacitores de alto desempenho, que possuem grande potencial prático no campo de dispositivos eletrônicos portáteis e vestíveis.

### 3.4 Funcionamento do forno micro-ondas

No forno micro-ondas existem diversos componentes básicos, como painel de controle, porta, prato giratório de vidro, lâmpada, suporte metálico para o prato, dispositivo de segurança, cabo de força, display e outros itens. Dependendo da marca ou ano de fabricação, a estrutura física pode variar muito, mas componentes básicos e os princípios físicos aplicados no seu funcionamento são similares. Na Figura 05 é apresentado algumas partes do forno micro-ondas doméstico.

**Figura 05:** Elementos básicos do forno micro-ondas doméstico.



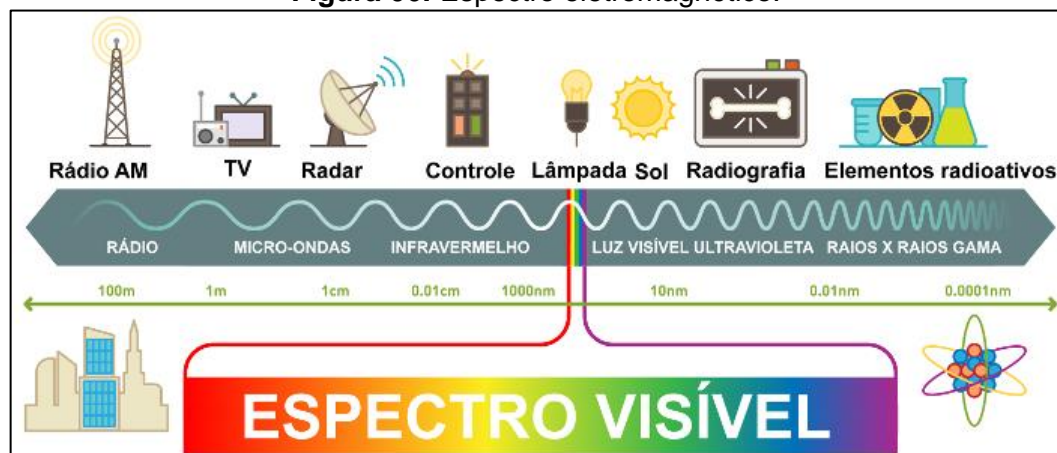
**FONTE:** CEO, 2018.

O coração do forno de micro-ondas é o magnetron, que gera uma onda de 2450 MHz, com potência de 900 W. Pode-se dizer que o magnetron é uma válvula

de diodo cercada por dois ímãs fixos. A parte superior tem uma antena de metal para evitar a radiação das ondas (SILVA, 2019).

As micro-ondas no espectro eletromagnético, situam-se entre as frequências de rádio e infravermelho, como mostrado na Figura 06. As micro-ondas são ondas eletromagnéticas na faixa de frequência de 0,3 a 300 GHz (comprimentos de onda entre 0,01 a 1 m). No caso de fornos de micro-ondas domésticos, utiliza-se uma frequência de 2,45 GHz, e em aplicações industriais utiliza-se 915 MHz porque a profundidade de penetração é maior (GULISANO; GALLEGRO, 2021). Outras frequências podem interferir em equipamentos e instalações de telecomunicações (FOONG, *et al.*, 2020).

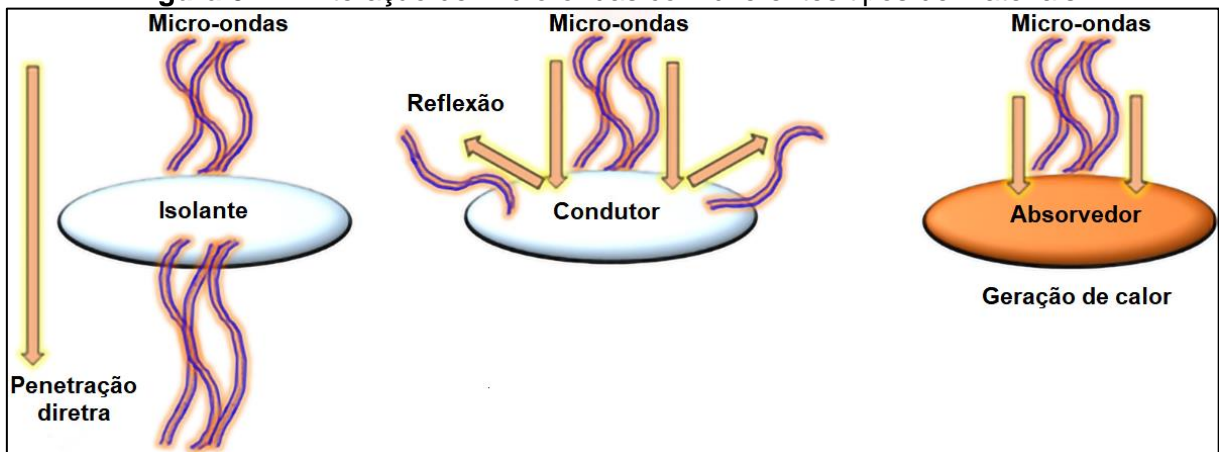
**Figura 06:** Espectro eletromagnético.



**FONTE:** BRAZIL, 2022.

A Figura 07 esclarece mecanismos prováveis pelos quais a matéria ondulatória interage com diferentes materiais. De modo geral, os materiais são divididos em: isolantes, que transmitem as micro-ondas; condutores, que refletem as micro-ondas, e absorvedores, que interagem com as micro-ondas e absorvem algumas ou todas as ondas incidentes. É importante ressaltar que as propriedades dielétricas e magnéticas dos materiais são características importantes para o aquecimento por micro-ondas, pois favorecem ou desfavorecem a interação onda-matéria, tornando o material um absorvedor de micro-ondas (FOONG, *et al.*, 2020).

**Figura 07:** A interação de micro-ondas com diferentes tipos de materiais.



**FONTE:** FOONG *et al.*, 2020.

Em outras palavras, materiais isolantes e condutores não absorvem micro-ondas porque se comportam como materiais transparentes e refletivos, respectivamente, nesta faixa de radiação. Assim, essas duas classes de materiais não geram a energia térmica necessária para facilitar a conversão de precursores orgânicos em materiais carbonáceos. A aplicação bem sucedida de micro-ondas na transformação térmica de materiais requer interação onda-matéria para converter a energia das ondas em energia térmica. Neste caso, o precursor deve atuar como um material absorvente de micro-ondas (ZHOU *et al.*, 2018).

Caso o material não apresentem características apropriadas para ser tratado por micro-ondas, uma solução é misturar agentes químicos que promovam a absorção da radiação e, assim sendo, viabilize a conversão do precursor em carvão. Diante disso, o próprio carvão pode ser utilizado junto ao precursor como um promotor de interação com as micro-ondas (LAM *et al.*, 2017).

Pode atuar como um catalisador para reagentes que promovem interação com micro-ondas, como  $K_2Cr_2O_7$ ,  $Al_2O_3$ ,  $H_3BO_3$ ,  $Na_2HPO_4$ ,  $MgCl_2$ ,  $AlCl_3$ ,  $CoCl_2$  e  $ZnCl_2$ . O efeito de seis outros catalisadores ( $CaO$ ,  $CaCO_3$ ,  $NiO$ ,  $Ni_2O_3$ ,  $\gamma-Al_2O_3$  e  $TiO_2$ ) na pirólise de lodo (material rico em matéria orgânica) sob irradiação de micro-ondas foi investigado. Esses autores mostram que quando os catalisadores acima (exceto  $CaCO_3$ ) são usados, a temperatura aumenta, o que indica que as micro-ondas interagem com o material (YU *et al.*, 2014).

### 3.5 Adsorção

A adsorção é um método altamente recomendado para tratamento de água devido à sua facilidade de aplicação, baixo custo, alta eficiência e sustentabilidade. Este processo tem sido amplamente utilizado para remover componentes tóxicos como ânions, metais pesados, compostos orgânicos e corantes. Portanto, é necessário entender as propriedades químicas e físicas do adsorvente para determinar sua adequação (SILVA, 2019).

A adsorção acontece entre um adsorvente sólido (carvão ativado) e um adsorbato líquido ou gasoso. O desempenho da adsorção pode ser controlado por processos físicos e/ou químicos, dependendo das características do adsorvente utilizado. O processo de quimissorção ocorre pela troca ou compartilhamento de elétrons em solução com elementos químicos ligados à superfície do carvão ativado. O processo de fisissorção ocorre por meio de forças não eletrostáticas, ou seja, por meio de interações físicas ou interações secundárias (forças de van der Waals e ligações de hidrogênio) (AN; ZAGORŠČAK; THOMAS, 2022).

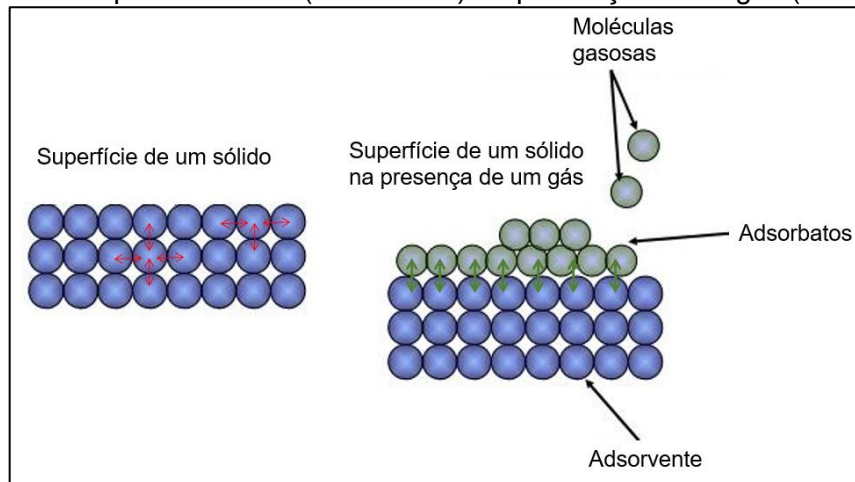
Os fenômenos de adsorção são resultados de uma combinação entre os tipos de forças envolvidas na adsorção física e química. Desta forma, são vários os fatores que influenciam o processo de adsorção como a área superficial, as propriedades do adsorvente e do adsorbato, a temperatura do sistema, natureza do solvente e o pH do meio (XIAO *et al.*, 2020).

A taxa de adsorção não é um bom critério para distinguir o tipo de adsorção (química e física). A quimissorção pode ser rápida se a energia de ativação for zero ou pequena, e lenta se a energia de ativação for alta. A adsorção física é geralmente rápida, mas pode ser lenta se envolver a ocupação de um meio poroso (CÂNDIDO, 2019).

Como a adsorção e o acúmulo de moléculas na superfície do adsorvente, a massa de adsorção está intimamente relacionada à área de superfície. Essa suposição é correta, mas incompleta, pois a área superficial é apenas um dos critérios para determinar a adsorção. É aconselhável usar o conceito "área de superfície" com cautela, ou referir-se à área de superfície aparente ou equivalente, pois a quantidade de adsorção pode não ser proporcional à superfície. O valor da área superficial obtido na aplicação de qualquer equação convencional corresponde não apenas às paredes dos poros, mas também ao volume de líquido contido entre

as paredes estreitas dos poros. Além disso, a área de superfície disponível não é uma entidade fixa, mas varia com o adsorbato (DEMIR; AHUNBAY, 2016). Na Figura 08 é mostrado um esquema do processo de adsorção em uma superfície de um sólido.

**Figura 08:** Superfície sólida (adsorvente) na presença de um gás (adsorbato).



**FONTE:** SILVA, 2019.

### 3.5.1 Teoria de Langmuir

O modelo proposto por Langmuir em 1918 e batizado em sua homenagem, mostrou que a superfície contém um número finito de sítios homogêneos e que as moléculas adsorvidas não interagem entre si, apenas interagem com um sítio definido que só pode ser ocupado por uma molécula. Uma monocamada é formada; o modelo também não leva em conta as interações entre moléculas de sítios adjacentes (RODRIGUES, 2018). O modelo da isoterma de Langmuir é descrito pela Equação 1.

$$q = \frac{q_{MAX}K_I C_e}{1 + K_I C_e} \quad (1)$$

Em que:  $q$ : quantidade do soluto adsorvido por grama de adsorvente no equilíbrio ( $\text{mg g}^{-1}$ );  $q_{max}$ : capacidade máxima de adsorção ( $\text{mg g}^{-1}$ );  $K_I$ : constante de interação adsorvato/adsorvente  $\text{L mg}^{-1}$ ;  $C_e$ : concentração do adsorvato no equilíbrio ( $\text{mg L}^{-1}$ ).

### 3.5.2 Teoria BET

Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett e Edward Teller apresentaram um modelo matemático para descrever a adsorção física de moléculas de gás em superfícies sólidas, o que é conhecido como uma melhoria na teoria de Irving Langmuir. Este método descreve o equilíbrio de condensação isocinética e evaporação em uma superfície sólida de monocamada. Já o procedimento BET constrói uma superfície coberta por camadas moleculares infinitamente sobrepostas de múltiplas camadas (TRINDADE, 2020).

A equação da isoterma BET necessita de duas suposições: a partir da segunda camada, a energia de adsorção  $E$  possui o mesmo valor que a energia de liquefação  $E_L$  na camada anterior, isso é, não há interação entre camadas; a multicamada apresenta espessura infinita em  $p/p_o = 1$  (Pressão relativa de adsorbato).

Onde temos o surgimento da constante  $C$  da equação de BET:

$$C = \exp\left(\frac{E_1 - E_2}{RT}\right) \quad (2)$$

A equação de BET na sua forma padrão:

$$n = \frac{nmCp}{(p_o - p)\left[1 + \frac{(C-1)p}{p_o}\right]} \quad (3)$$

Por conveniência costuma ser expressa na sua forma linear:

$$\frac{p}{n(p_o - p)} = \frac{1}{nmC} + \frac{(C-1)}{nmC} \left(\frac{p}{p_o}\right) \quad (4)$$

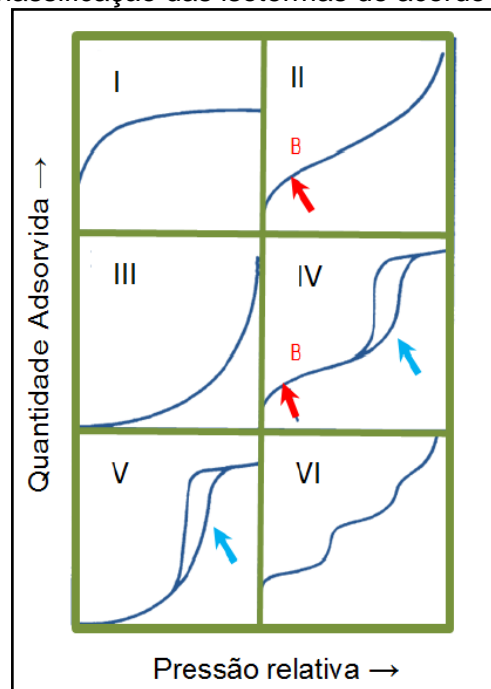
Onde:  $n$  – Volume de gás adsorvido na pressão  $p$ ;  $n_m$  – Volume de gás necessário para formação de uma monocamada;  $p/p_o$  – Pressão relativa de adsorbato;  $C$  – Constante de BET (relacionada à energia de adsorção da 1ª camada).

Através do formato da isotérmica BET, informações como a área específica e a estrutura porosa do material podem ser obtidas. As isotermas foram obtidas por adsorção inespecífica com nitrogênio. O objetivo é usar seu volume  $V_a$  para expressar a quantidade de gás adsorvido sob condições padrão de temperatura e pressão (0°C e 760 Torr), enquanto a pressão é expressa como uma pressão

relativa  $P/P_0$ , ou seja, a relação entre pressão e pressão de trabalho e a temperatura usada pressão de vapor do gás inferior. A constante  $C$  está relacionada exponencialmente com a entalpia de adsorção da primeira camada (SILVA, 2019).

Para os tipos de isotermas obtidas por adsorção de gás, a IUPAC divide as isotermas em 6 categorias (Figura 09), as isotermas do tipo I são comumente encontradas em materiais que apresentam microporos, os tipos II e III aparecem em macroporos ou sólidos porosos separados, e as isotermas IV e V exibem curvas de adsorção não sobrepostas, que são os chamados loops de histerese comuns. Materiais mesoporosos, que apresentam dessorção em pressões abaixo de sua respectiva adsorção e VI, menos comuns devido a tipos específicos de carbono (NASCIMENTO *et al.*, 2020).

**Figura 09:** Classificação das isotermas de acordo com a IUPAC.



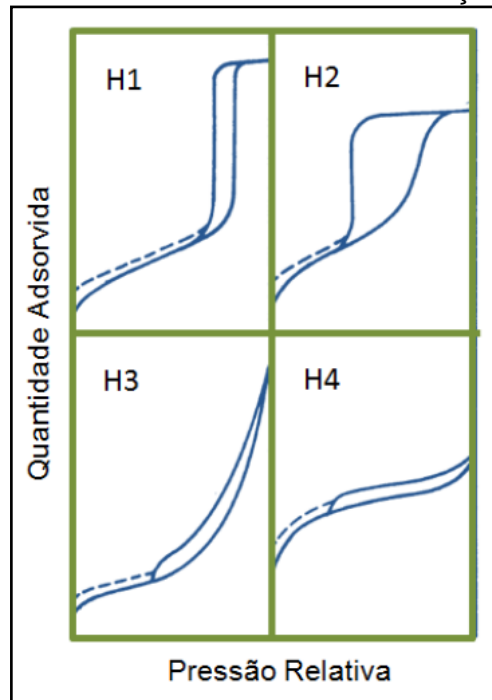
**FONTE:** SILVA, 2019.

Os loop ou laços de histerese exibidos nas isotermas Tipo IV e Tipo V estão relacionadas à condensação capilar da estrutura mesoporosa e podem ter formatos diferentes dependendo da forma dos poros, portanto, a histerese tipo H1 é encontrada em materiais porosos compostos por aglomerados ou homoganeamente. Materiais porosos adsorventes com distribuição e formato de poros menos bem definidos têm histerese do tipo H2. Laços de histerese do tipo H3 são observados em agregados de partículas em forma de placa que geram poros em forma de fenda; da mesma forma, o tipo H4 é típico de poros em forma de fenda. Não é



recomendável usar as isotermas de dessorção dos loops tipo H2 e H3 para a determinação da distribuição de tamanhos de poros, sendo mais apropriado empregar suas correspondentes curvas de adsorção (SILVA, 2019). Na Figura 10 são mostrados os tipos de histereses.

**Figura 10:** Histerese com isotermas de adsorção tipo IV e V.



**FONTE:** SILVA, 2019.

Materiais adsorventes normalmente têm formas microcristalinas derivadas de processos que aumentam a porosidade interna e a área de superfície. A porosidade dos materiais pode ser classificada em macroporos, mesoporos e microporos de acordo com o tamanho dos poros, esta propriedade pode estar intrinsecamente ligada ao material precursor, processo de ativação e pirólise, que irá definir a estrutura, distribuição e número de poros de diferentes tamanhos, pois todos os carbonos contêm diferentes proporções de macro, meso e microporos. A classificação dos poros dos carvões ativados segundo a União Internacional de Química Pura e Aplicada, do inglês International Union (IUPAC) é mostrado na Tabela 05 (NASCIMENTO et al., 2020).

**Tabela 05:** Especificação de cada poro ser diâmetro.

Dimensão dos poros	Classificação
Diâmetro < 20 Å ou 2 nm	microporos
Diâmetro entre 20 e 500 Å ou 2 e 50 nm	mesoporos
Diâmetro > 500 Å ou 50 nm	macroporos

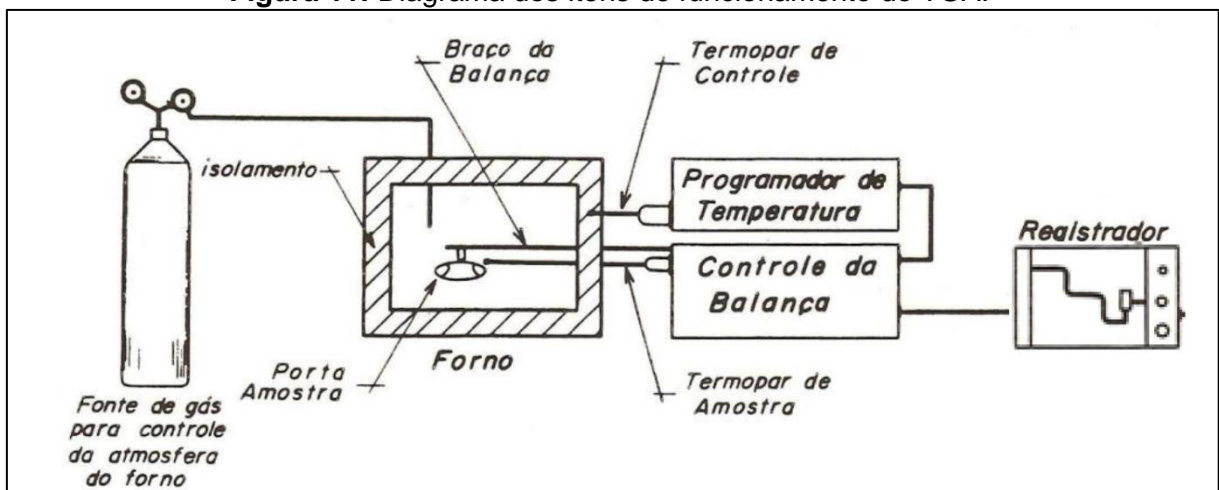
FONTE: NASCIMENTO *et al.*, 2020.

### 3.6 Análise Termogravimétrica – TGA

O TGA é um instrumento que mede a massa de um material submetido a mudanças de interação com atmosfera, vaporização e decomposição. Uma técnica termoanalítica acerca de uma função da programação de temperatura ou tempo. A Termogravimetria Derivada é um arranjo matemático, em que a derivada da variação de massa em relação ao tempo ( $dm/dt$ ) é mostrada em função da temperatura ou tempo, dessa forma o DTG é a derivada primeira da TGA (DENARI; CAVALHEIRO, 2012).

O instrumento da análise termogravimétrica é composto basicamente pela termobalança. Os essenciais itens de uma termobalança são: forno, balança, suporte, termopar, sistema registrador e controle da atmosfera. Na Figura 11 mostra um diagrama de um TGA genérico (OLIVEIRA; YOSHIDA; GOMES, 2011).

**Figura 11:** Diagrama dos itens de funcionamento do TGA.



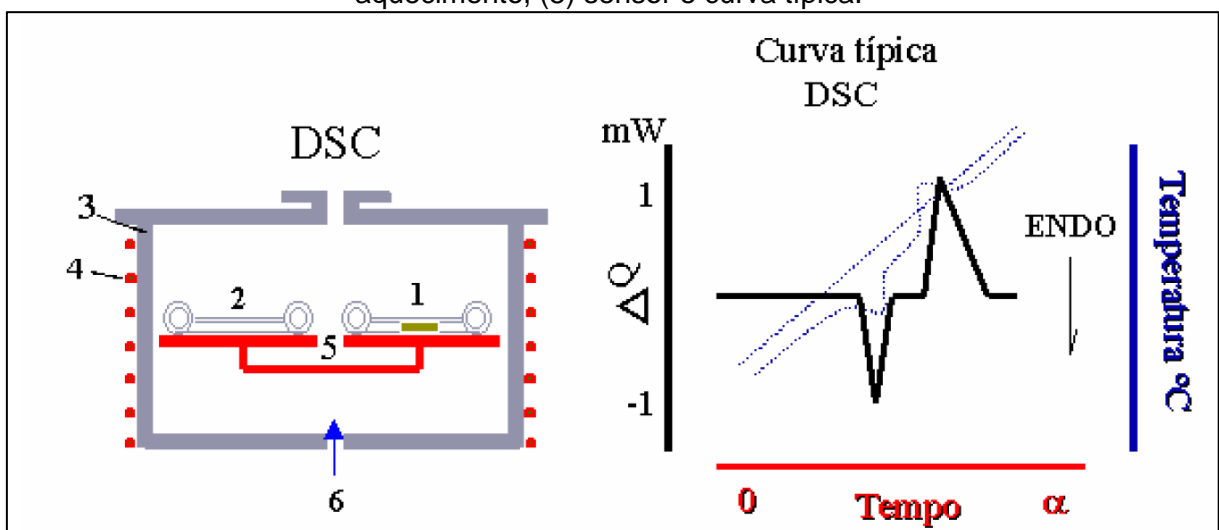
FONTE: DENARI; CAVALHEIRO, 2012.

### 3.7 Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC

O DSC é uma ferramenta termodinâmica para avaliação direta da absorção de energia térmica oferecido à substância e a um material de referência, que ocorre em uma amostra dentro de um aumento ou diminuição regulada da temperatura. A calorimetria é particularmente aplicada para monitorar as mudanças de transições de fase (PEREIRA, 2013). A Figura 12 apresenta a lógica de funcionamento do DSC.

No fluxo de calor DSC, a amostra e a referência são colocadas nas mesmas cápsulas, que são alojadas em discos termoeletrônicos e aquecidas pela mesma fonte de calor. A transferência de calor do disco para a cápsula é controlada por termopares ligados ao disco. A mudança na temperatura em um dado momento é proporcional à mudança na entalpia, capacidade calorífica e resistência térmica total ao fluxo de calor (OLIVEIRA; YOSHIDA; GOMES, 2011).

**Figura 12:** DSC, onde (1) e (2) cadinho com amostra e referência, (3) forno, (4) aquecimento, (5) sensor e curva típica.

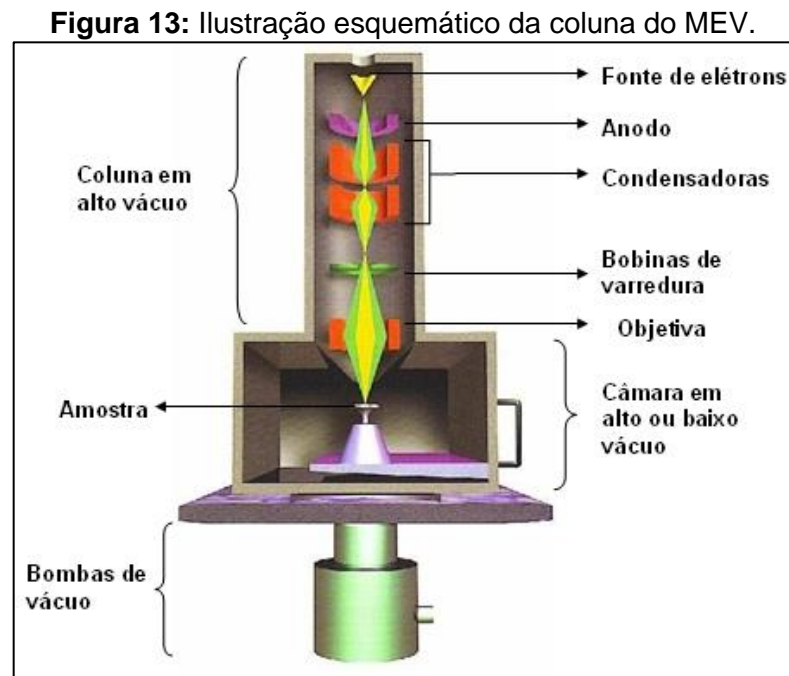


FONTE: PEREIRA, 2013.

### 3.8 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV acoplado com EDS

Um sistema de Espectroscopia de Raios X Dispersos de Energia (EDS) é uma técnica microanalítica que, combinada com a Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM ou MEV), permite alta ampliação e visualização de uma amostra para analisar áreas específicas (SILVA, 2019).

Na Figura 13 é visto o funcionamento do MEV, sendo um dispositivo que utiliza um feixe de elétrons para sondar a superfície de uma amostra e, desta forma, produz imagens com conformação tridimensional e alta resolução do material. A EDS, por outro lado, permite avaliações químicas qualitativas e semiquantitativas, uma vez que sua análise se limita à superfície de uma substância, sem precisão, mas uma estimativa da concentração dos elementos presentes. Portanto, um dos pontos focais necessários para uma análise satisfatória é a topografia da amostra, quanto mais plano e polido for o material, melhores serão os resultados semiquantitativos obtidos (VIEIRA et al., 2021).



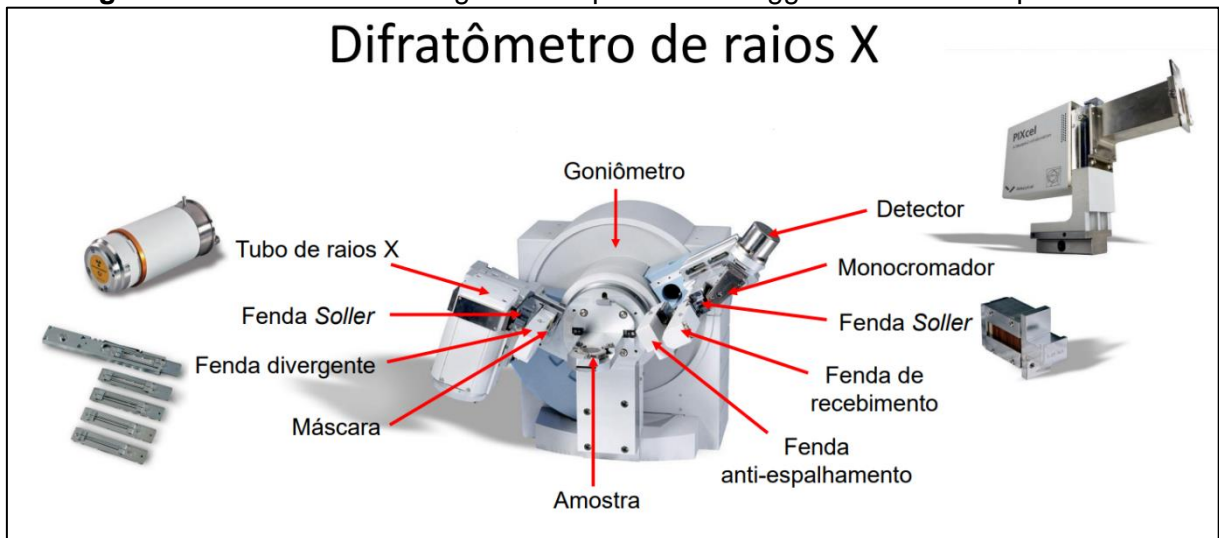
FONTE: SILVA, 2019.

### 3.9 Difração de Raios-X – DRX

O DRX retrata o fenômeno de atuação em meio de um feixe de raios X incidente e os elétrons dos átomos adequados em um material, e está referente ao espalhamento coerente. A técnica envolve a incidência de radiação na amostra e a detecção dos fótons difratados que compõem o feixe difratado. Em materiais em que os átomos estão dispostos periodicamente no espaço, o que é característico da estrutura cristalina, o fenômeno da difração de raios X acontece na direção de espalhamento que satisfaz a lei de Bragg (Equação 5). A Figura 14 traz um difratômetro comercial (ALVES et al., 2014).

Assumindo que um feixe monocromático de um certo comprimento de onda ( $\lambda$ ) incide sobre o cristal em um ângulo  $\theta$ , chamado ângulo de Bragg, temos: onde  $\theta$  corresponde ao ângulo medido entre o feixe incidente e algum plano do cristal, "d" é a distância entre os planos atômicos e "n" é a onda difratada (QUEIROZ; KUROSAWA; BARRETO, 2015). A Figura 14 mostra um difratômetro e componentes.

**Figura 14:** Difratômetro com geometria para foga Bragg-Brentano e componentes.



**FONTE:** PEREIRA, 2017.

Admitindo que um feixe monocromático de determinado comprimento de onda ( $\lambda$ ) incide sobre um cristal a um ângulo  $\theta$ , chamado de ângulo de Bragg, tem-se:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (5)$$

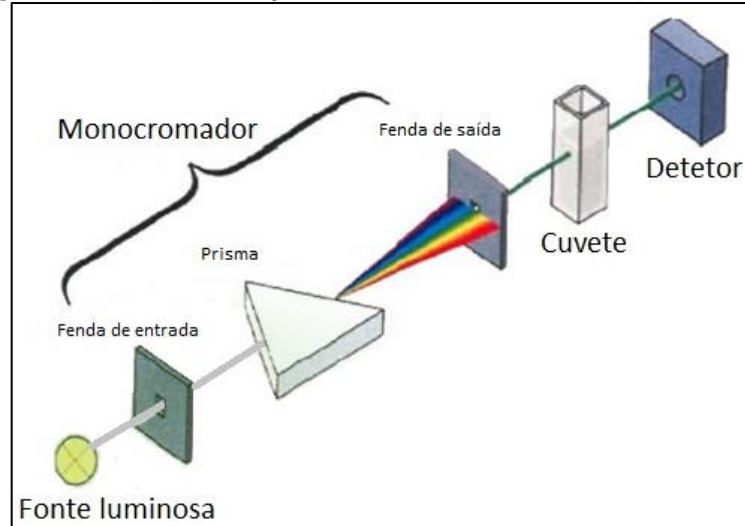
Onde,  $\theta$  corresponde ao ângulo medido entre o feixe incidente e determinados planos do cristal "d" é a distância entre os planos de átomos e "n" a ordem de difração.

### 3.10 Espectrofotometria UV-Vis

A espectrofotometria é fundamentada na lei de Lambert-Beer, que é a base matemática para medidas de absorção de radiação por amostras no estado sólido, líquido ou gasoso, nas regiões ultravioleta, visível e infravermelho do espectro eletromagnético. O funcionamento é gerado quando uma fonte de luz passa por uma fenda, em seguida em um prisma, depois em outra fenda flexível para mudança de

cores, a diante a cubeta com a solução e a etapa final a luz incide no detector de medição de intensidade (SILVA, 2019). Na Figura 15 é exposto um esquema do espectrômetro.

**Figura 15:** Representação do funcionamento do espectrômetro.



**FONTE:** SANTOS, 2019.

## 4 METODOLOGIA

Para organização e desenvolvimento dessa pesquisa seguiram-se os seguintes procedimentos cronológicos.

### 4.1 Biomassa casca de arroz

Para produzir os carvões primeiramente foi coletado a matéria prima na cidade de Caxias-MA em uma máquina que retira as cascas de qualquer tipo. Na Figura 16 são mostradas as cascas de arroz sendo descartadas na área inferior da usina.

**Figura 16:** Coleta da casca de arroz na usina.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Em seguida as cascas foram levadas ao Laboratório de Materiais e Divulgação Científica – LabMat da UEMA Campus Caxias para o processo de pirólise, onde o material foi selecionado com uma peneira para análise granulométrica de aço com abertura de 2 mm, colocando as cascas no recipiente e realizando movimentos para ficarem somente a casca bruta, e assim retirar qualquer outro substrato. O processo de separação pode ser observado na Figura 17.

**Figura 17:** Peneiração da casca de arroz.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Para separação das porções de casca de arroz (biomassa) foi utilizado uma balança analítica Shimadzu AUY220 com capacidade máxima de 220 g e mínima 10 mg, como mostrado na Figura 18.

**Figura 18:** Balança de precisão de marca Shimadzu, usada nesta pesquisa.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

## 4.2 Produção de carvão vegetal

Após ser separado a casca de arroz bruta, foi necessário montar e configurar os equipamentos para produção do carvão vegetal e posteriormente dos carvões ativados, como pode observar-se na Figura 19. O forno micro-ondas modificado foi essencial para o desenvolvimento da pesquisa. No Apêndice A, encontra-se imagens detalhadas da modificação do referido forno. Já os demais itens estão



listados com suas finalidades no Apêndice B. Outro aparelho importante foi a instalação do sistema de gases do LabMat, onde a instituição parceira para instalar dispendeu recursos e equipe técnica, todos os detalhes encontram-se no Apêndice C. Obteve-se uma atenção especial na questão da proteção radiológica quando houve a modificação do forno, todo o planejamento encontra-se no Apêndice D.

**Figura 19:** Todos os equipamentos funcionando para produção dos carvões.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Foi necessário padronizar a produção de carvão vegetal, usando apenas 10 g de casca de arroz e 5 g de carvão ativado comercial (objetivo de manter a temperatura constante por ser um absorvedor), mas antes realizou-se vários testes que estão no Apêndice E. Os testes não estão aqui apresentados, pois foram considerados como ações preliminares. Foi programado o controlador com a 1ª rampa de temperatura máxima de 600°C com taxa de aquecimento de 160°C/min patamar de 1 h. A casca de arroz foi misturada de forma homogênea com carvão ativado comercial e colocado no reator. Antes de ligar o forno deixou-se por 5 min o cilindro de gás Nitrogênio (N<sub>2</sub>) aberto com fluxo de 2 L/min, e quando o forno esteve ligado o fluxo foi de 1 L/min ficando uma atmosfera controlada. A temperatura de carbonização variou entre 500°C à 600°C com tempo de processamento de 55 minutos, sendo esta variação devido a dinâmica no equipamento. Após a pirólise dos carvões foi então determinado o rendimento da produção.

### 4.3 Produção de carvão ativado na ativação física

Para a produção do carvão ativado na ativação física, colocou-se 10 g carvão vegetal no reator utilizando as mesmas configurações anteriores da produção inicial com temperatura máxima de 600°C. Foi deixado a atmosfera com o fluxo de 1 L/min de gás N<sub>2</sub> por 5 min antes de ligar o forno. Quando o forno operando com o fluxo de 1 L/min de gás Carbônico (CO<sub>2</sub>), passado o tempo de 1 hora o aparelho doméstico foi desligado e deixado em atmosfera de N<sub>2</sub> novamente até atingir temperatura ambiente, com taxa de aquecimento de 150 °C/min e carbonização variando entre 480°C à 500°C com tempo de processamento de 55 minutos.

### 4.4 Produção de carvão ativado na ativação química

Para produção do carvão ativado na ativação química, foi separado somente a parte sólida do carvão vegetal (sem cinzas) através da peneira de aço com abertura de 2 mm. Em seguida, colocado em um recipiente 150 mL de água com 10 g de Hidróxido de Sódio (NaOH), e na solução foi adicionado 10 g de carvão, deixando submerso por 24 h. Na Figura 20 mostra-se o carvão na solução ativante.

**Figura 20:** Preparo do carvão ativado na ativação química.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Após o tempo de 24 h o carvão foi espalhado em uma peneira comum e deixado para secagem natural com um tempo de 24 h. Na Figura 21 apresenta-se o procedimento de drenagem de separação do líquido da solução e o carvão.

**Figura 21:** Secagem do carvão para prosseguir na produção de carvão ativado.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

O carvão já seco, foi direcionado ao forno para queima com taxa de aquecimento de  $170^{\circ}\text{C}/\text{min}$  e carbonização variando entre  $500^{\circ}\text{C}$  à  $600^{\circ}\text{C}$  com tempo de processamento de 55 minutos.

Posteriormente o carvão foi lavado em água corrente e para evitar perdas de massas foi utilizado uma peneira redonda de análise granulométricas com aro em aço inoxidável e tela em aço zincado com abertura 63 mm, utilizada da secagem. Dessa forma, obteve carvão ativado seco de forma natural. Na Figura 22 é visto a retirada da solução ativante em água corrente.

**Figura 22:** Lavagem do carvão após a pirólise impregnado com a solução ativante.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

## 4.5 Caracterização do carvão vegetal e ativado

Após a preparação do carvão vegetal e ativado, foram realizadas caracterizações desses materiais, fazendo-se uso das técnicas descritas a seguir:

### 4.5.1 Análise Termogravimétrica – TGA

A análise termogravimétrica foi realizada em atmosfera de  $N_2$  para avaliar a estabilidade térmica nas amostras da casca de arroz. Estas medidas foram realizadas no Laboratório de Processamento por Corrosão de Materiais Plasmáticos (LabTrat) em colaboração com o Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí – PGEM/IFPI. O equipamento utilizado foi uma termobalança Shimadzu TGA 51, conforme mostrado na Figura 23. Sua taxa de aquecimento é programada como:  $10^\circ C/min$ , faixa de temperatura de  $24^\circ C$  a  $1000^\circ C$ , e vazão de gás de  $50\text{ ml/min}$  em atmosfera de  $N_2$ . A taxa de aquecimento utilizada não pode reproduzir exatamente a taxa do processo por micro-ondas, pois o tipo de forno no TGA é um forno tipo reativo (resistências elétricas).

**Figura 23:** TGA – Termobalança Shimadzu TGA 51.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

#### 4.5.2 Calorimetria Exploratória Diferencial – DSC

A técnica DSC envolve a medição da diferença de energia fornecida entre uma amostra e um material usado como referência (inerte), enquanto ambos são submetidos a uma mudança de temperatura controlada para aquecer a amostra e a referência ao mesmo tempo. O aparelho utilizado foi da marca Shimadzu modelo 60 Plus localizado no Laboratório de Materiais – LabMat do Instituto Federal do Piauí – PGEM/IFPI, conforme é mostrado o aparelho de análise na Figura 24. Neste experimento, foi possível estimar o processo de transferência de calor (energia) para a amostra de forma qualitativa.

**Figura 24:** Equipamento Diferencial Scanning Calorimeter – DSC-60 Plus.



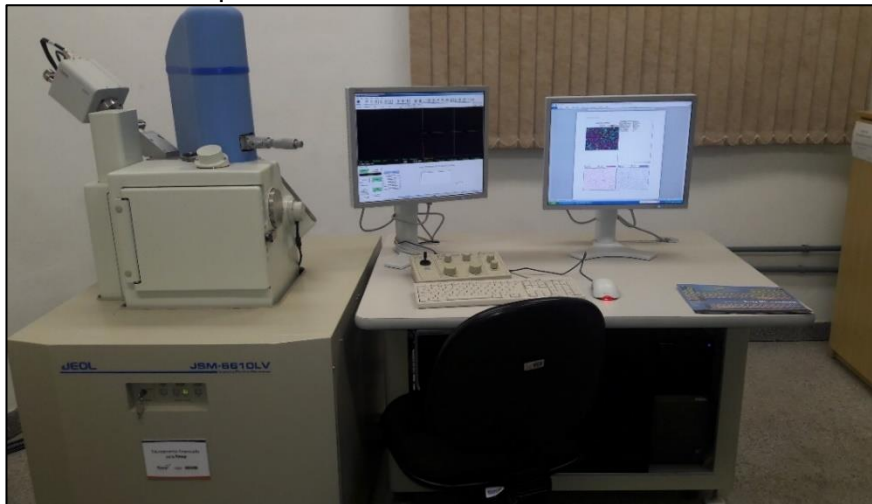
FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

#### 4.5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV acoplado à espectroscopia de energia dispersiva – EDS

As imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura, em modo alto e baixo vácuo, foram obtidas em um microscópio Jeol, JSM-6610LV aplicado para obtenção de visualização da porosidade dos carvões produzidos, de elementos residuais e da forma e tamanho das partículas obtidas após a pirólise. As análises foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul – CEME-SUL, localizado na Universidade Federal do Rio Grande – FURG. Através de um EDS (Espectroscopia

de Energia Dispersiva) acoplado ao MEV, foi possível verificar a composição química (qualitativa) de cada amostra. Essa análise foi feita em diferentes regiões das amostras de forma aleatória, e qualitativa. A Figura 25 mostra o aparelho MEV junto ao EDS.

**Figura 25:** Microscópio Eletrônica de Varredura com microssonda de EDS.



**FONTE:** CEME-SUL, 2022.

#### 4.5.4 Difração de Raios-X – DRX

Os difratogramas de raios-X (DRX) foram realizados em forma de pó para verificar se houve cristalinidade nos compostos a base de casca de arroz e carvão vegetal e ativados. Utilizou-se um difratômetro da marca Empryean da PANalytical com ampola de Cu  $k\alpha$  com  $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ , tensão de 40 kV e uma corrente de 45 mA. A gama angular da varredura foi de  $5^\circ$  a  $90^\circ$  de  $2\theta$ , com velocidade de varredura de  $1,2^\circ/\text{min}$ . Este equipamento está localizado no Laboratório de Materiais – LabMat do Instituto Federal do Piauí – IFPI. Na Figura 26 pode ser visto, o referido equipamento.

Após a obtenção dos padrões de difração, o software X'Pert HighScore Plus foi utilizado para identificar os picos do difratograma. A interferência construtiva deverá acontecer quando a diferença de caminho for múltiplo inteiro  $n$  do comprimento de onda da radiação, ou seja,  $n\lambda$ . Esse fenômeno é conhecido como difração de raios X, e é descrito pela lei de Bragg. Caso a lei de Bragg não seja satisfatória, a interferência será de natureza não construtiva e será produzido um feixe difratado de baixa intensidade.

**Figura 26:** Difratômetro Empyrean da PANalytical do IFPI.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

#### 4.5.5 Isotermas de absorção

A espectrofotometria UV-Vis foi utilizada para obter absorbância do carvão vegetal, do carvão ativado por ativação física e do carvão ativado por ativação química, ambos produzidos a partir da casca de arroz. As medidas foram realizadas em amplo espectro de 200 a 800 nm com um passo de 2 nm/s, por meio da reflectância difusa, a qual foi convertida em absorbância. Estas medidas foram realizadas no laboratório Analítica, Inorgânica e Físico-Químico do Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí – PGEM/IFPI. O equipamento UV-VIS utilizado foi da marca SHIMADZU de modelo UV-1800, conforme mostra a Figura 27.

**Figura 27:** Equipamento de Esctrofotometria UV-Vis.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Para obter as isotermas de absorção foi usado uma solução do corante azul de metileno, a qual foi preparada segundo o protocolo: 0,05 g de azul de metileno no becker, em seguida foi completado até 1000 mL com água destilada. Para a solução armazenada no balão volumétrico (apresentando uma grande concentração), foi necessário diminuir sua acidez. Para isso, foi separado 100 mL deste concentrado em outro balão volumétrico e adicionado água destilada completando 1000 mL. Na Figura 28 são mostrados os dois balões volumétricos de um 1 L e suas concentrações do corante.

**Figura 28:** (A) Solução de azul de metileno concentrado e (B) a mesma solução em menor concentração.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na etapa seguinte foi utilizado 0,1 g de carvão vegetal, carvão ativado na ativação física e química, sendo que cada amostra foi triturada e colocada em contato com um volume de 50 mL da solução com o corante azul de metileno. Depois disso, foi retirada uma certa quantidade com seringa de agulha fina e inserindo na cubeta de quartzo e encaminhada para análise de Spectrofotometria. Os tempos de adsorção analisados foram: 10, 25, 40 e 55 minutos para as três amostragens, respectivamente.



#### 4.5.6 Análise de superfície específica BET e Langmuir

O aparelhamento de análise da Área Superficial Gemini VII 2390A – Micromeritics, concede a determinação, para sólidos na forma de pó seco, da área específica de superfície, a distribuição do tamanho e do volume dos poros, por meio da obtenção das isoterma de adsorção – dessorção, através de uma análise por adsorção física de nitrogênio líquido na temperatura de 77 K. Previamente, uma degaseificação da amostra foi efetuada a vácuo na temperatura de 200°C. A massa de amostra degaseificada foi medida para o cálculo final da superfície específica.

A isoterma é determinada pela introdução sequencial de pressões conhecidas (de 1 a 20 kPa) de gás nitrogênio na célula, e pela medida da quantidade de gás adsorvido em função da pressão no sistema. Com isso, foi possível obter o volume e tamanho de poros dos materiais em análise.

As análises B.E.T (Brunauer, Emmett e Teller) e Langmuir, foram realizados na Universidade Federal do Rio Grande – FURG no Centro Integrado de Análises – CIA. Na Figura 29 apresenta-se o modelo do equipamento B.E.T.

**Figura 29:** .Equipamento de análise por adsorção de Nitrogênio.



**FONTE:** CIA, 2022.

## 5 RESULTADOS E DISCUSÃO

### 5.1 Carvão vegetal a partir da casca de arroz

Foi feito carvão vegetal seguindo uma padronização a partir de vários testes (localizado no Apêndice E) no Laboratório de Materiais e Divulgação Científica – LabMat da UEMA Campus Caxias. Para isso, foi usada uma massa em torno de 10 g da casca de arroz e 5 g de carvão ativado comercial. Na Tabela 06 são mostradas as produções do carvão vegetal seguindo a mesma quantidade de massa.

**Tabela 06:** Resultados das produções de carvão vegetal padronizado.

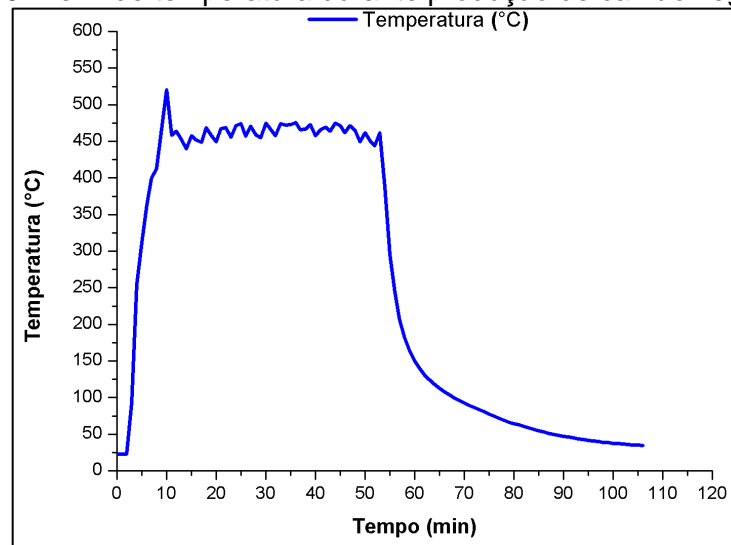
Nº	Antes da pirólise		Depois da pirólise	
	Casca de arroz (g)	Carvão ativado comercial (g)	Carvão vegetal (g)	Carvão ativado comercial (g)
1	10,0086	5,0025	3,3420	3,5311
2	10,0049	5,0018	3,2128	3,7650
3	10,0031	5,0017	3,8719	3,6259
4	10,0018	5,0009	3,7902	4,3567
5	10,0028	5,0020	4,0749	3,4567
6	10,0097	5,0002	4,2393	3,6476
7	10,0036	5,0012	3,7179	4,5589
8	10,0064	5,0002	3,7459	4,1589
9	10,0052	5,0089	3,4704	4,1782
10	10,0037	5,0025	4,1548	3,5697
11	10,0093	5,0056	3,6122	3,8751
12	10,0018	5,0081	4,0734	3,4973
<b>Total</b>	<b>120,0609</b>	<b>60,0356</b>	<b>45,3057</b>	<b>46,2211</b>
<b>Média</b>	<b>10,0043</b>	<b>5,0019</b>	<b>3,7634</b>	<b>3,4973</b>

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Tabela 06 é encontrada uma média de mais de 37% da massa resultante do carvão vegetal e quase 70% do carvão ativado comercial que restou após a queima, todos com 60 min de tratamento térmico no forno micro-ondas. O rendimento do carvão vegetal mostrou números favoráveis, mas talvez fazendo novos preparos alternado as variáveis, como tempo, temperatura e outros para obter um proveito de quase 50%.

Analisando a pirólise 5 da Tabela, onde foi colocado no reator 10,0028 g de casca de arroz e 5,0020 g de carvão ativado industrial. Na Figura 30 é exibido o gráfico do processo de tratamento térmico, com a temperatura em função do tempo, onde o pico de temperatura é alcançado no início do processo.

**Figura 30:** Perfil de temperatura durante produção de carvão vegetal N° 5.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Observa-se na Figura 30, que a temperatura máxima de 520°C, é atingida somente uma vez em todo o processo de produção, ocorrendo várias oscilações entre 450°C a 475°C. A parte a direita do patamar de temperatura mostra o resfriamento da amostra, que segue um decaimento de temperatura tipo exponencial decrescente. Indicando que o resfriamento pouco afeta no processo por ser muito rápido.

Após a queima das cascas, a etapa seguinte foi separar o carvão vegetal e carvão ativado industrial para identificar as massas de ambos. O carvão vegetal com 4,0749g (40% de 10,0028 g de casca de arroz) e o ativado de 3,4567 g (69% de 5,0020 g) da massa total, conforme pode ser visto na Figura 31.

**Figura 31:** Carvão vegetal produzido no perfil desejado.

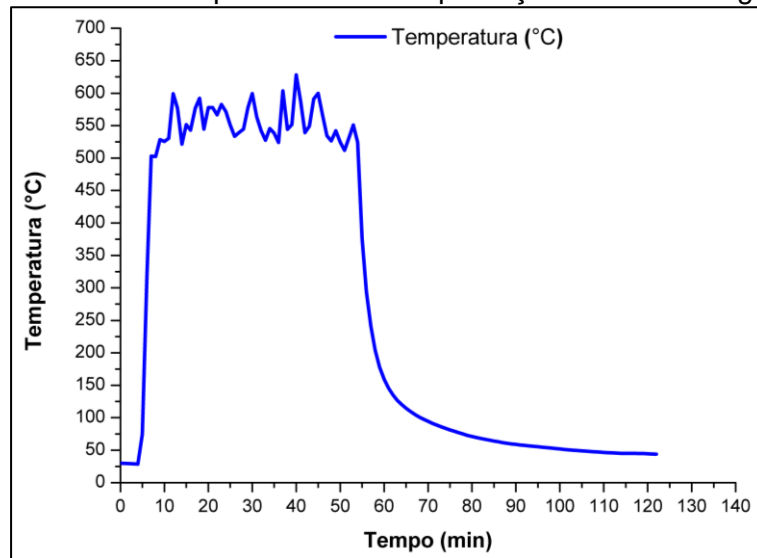


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Outro exemplo de produção do carvão vegetal é o de número 6 da Tabela 06, onde se tem 10,0097 g de casca de arroz e 5,0002 g de carvão ativado comercial. A

Figura 32 mostra-se o forno micro-ondas operando com aumento da temperatura em função do tempo. É identificada uma temperatura máxima de 628°C e posterior oscilação entre 529°C a 590°C até o desligamento do forno, apresentando o mesmo comportamento que o processo de número 5.

**Figura 32:** Perfil de temperatura durante produção de carvão vegetal N° 6.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Depois da queima da casca de arroz obteve-se uma massa de 4,2393 g (42% de 10,0097g da casca de arroz) de carvão vegetal e 3,6476 g (73% de 5,0002g) de carvão ativado comercial. O carvão vegetal de número 6 da Tabela 06, pode ser observado na Figura 33. Nota-se que a elevação da temperatura média da pirólise, favoreceu a formação de uniformidade.

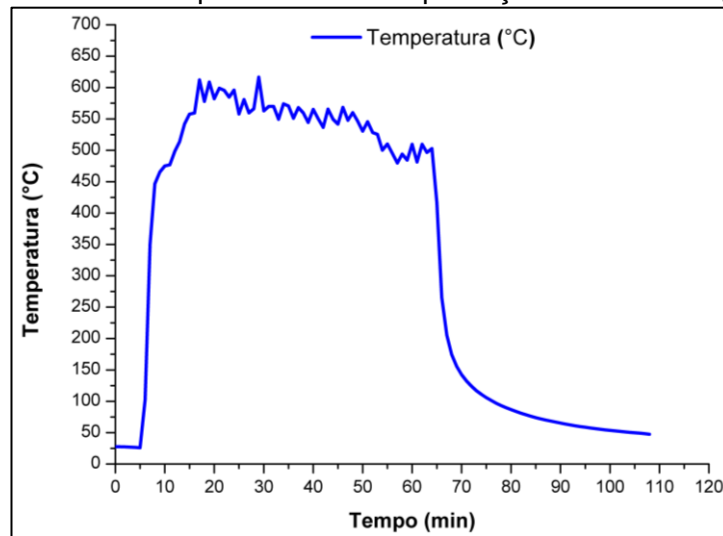
**Figura 33:** Carvão vegetal produzido de número 6 encontrado na Tabela 06.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Outro processo de preparo do carvão vegetal está descrito Tabela 06, número 9. Usou-se 10,0052 g de casca de arroz e 5,0089 g de carvão ativado comercial, com forno ativo por 60 min. A temperatura máxima registrada foi de 616 °C, ocorrendo variações entre 498 °C a 587 °C até o desligamento do magnetron. Neste processo, nota-se um pequeno declínio da temperatura na parte final da curva antes do resfriamento. Na Figura 34 é visto todo o processo do aquecimento da biomassa.

**Figura 34:** Perfil de temperatura durante produção de carvão vegetal N° 6.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A massa encontrada do preparo de número 9 da Tabela 06 do carvão vegetal de 3,4704 g (34% de 10,0052 da casca de arroz) e carvão ativado comercial de 4,1782 g (83% de 5,0089). A Figura 35 mostra somente o carvão vegetal da produção citado.

**Figura 35:** Carvão vegetal de número 9 encontrada na Tabela 06.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Em todas as pirólises da casca de arroz, também foi produzido um bio-óleo de cor amarela e cheiro forte, que ficou impregnado no reator, como pode ser visto na Figura 36. Este subproduto não foi objeto de estudo deste projeto de pesquisa.

**Figura 36:** Bio-óleo gerado durante a processo de produção de carvão vegetal.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

## 5.2 Carvão ativado na ativação física

Foram realizadas duas produções de carvão ativado com ativação física, obtendo-se um valor média de 5,1192 g, superando mais de 50% da massa total do carvão vegetal. Para melhor entendimento, mostra-se na Tabela 07 as informações resultantes deste experimento.

**Tabela 07:** Resultados das produções de carvão ativado na ativação física padronizado.

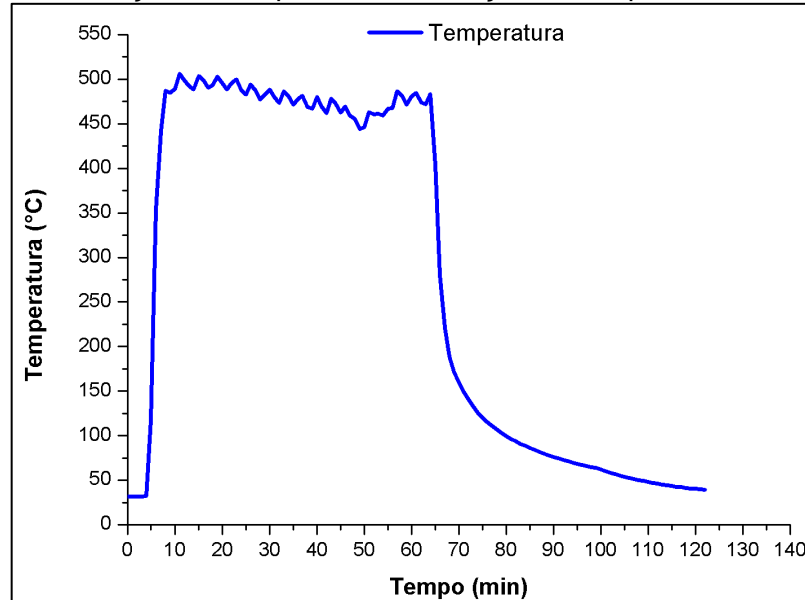
Nº	Antes da pirólise	Depois da pirólise
	Carvão vegetal (g)	Carvão ativado – Física (g)
1	10,0049	5,3756
2	10,0031	4,8629
<b>Total</b>	<b>20,0080</b>	<b>10,2385</b>
<b>Média</b>	<b>10,0040</b>	<b>5,1192</b>

FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Para esta análise, foi utilizado o preparo número 1 da Tabela 07, onde se obteve um rendimento de 53% (5,3756 g) da massa do carvão ativado, durante a operação do forno micro-onda por 60 min. A temperatura máxima atingida foi de

506°C no início do processo, ocorrendo posteriormente variações entre 475°C a 490°C. A Figura 37 mostra o gráfico do processo de tratamento térmico.

**Figura 37:** Variação de temperatura em função do tempo número 1 – Física.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A primeira porção de carvão ativado na ativação física mostrou uma coloração ainda mais escura e sem brilho, comprovando esse tipo de ativação, pois os sítios ativados possuem superfície rugosa e assim espalham a luz de forma difusa. Na Figura 38 é apresentado o carvão produzido por esta rota e o reator de micro-ondas.

**Figura 38:** (A) e (B) carvão ativado na ativação física de número 1.

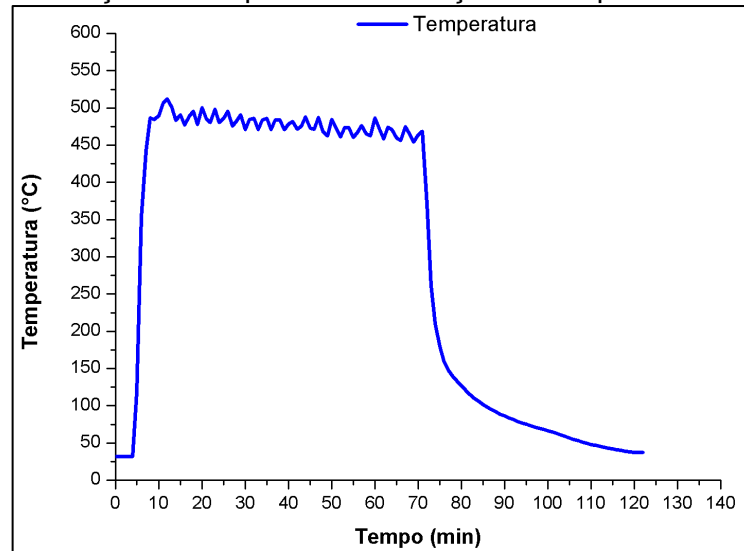


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Também foi realizada a produção de carvão ativado de número 2, como mostrado na Tabela 07 com 10,0031 g de carvão vegetal. Obteve-se 4,8629 g de carvão ativado na ativação física, representando quase 50% de rendimento. A

temperatura máxima alcançada foi de 506°C, seguida de variações entre 478°C a 490°C, durante 60min. Na Figura 39 é possível visualizar todo o comportamento de produção de carvão de número 2.

**Figura 39:** Variação de temperatura em função do tempo número 2 – Física.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Figura 40 é mostrado o carvão feito na segunda produção de carvão ativado, a qual mostrou características semelhantes da anterior. Percebe-se que houve redução de massa, por uma diferença de 0,5 g entre de número 1 e 2 decorrente da decomposição orgânica que é inerente a casca de arroz.

**Figura 40:** Segunda produção de carvão ativado na ativação física de número 2.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.



### 5.3 Carvão ativado na ativação química

A Tabela 08 mostra a produção de carvão ativado via ativação química. Neste caso foram feitos duas porções com média de 3,4474 g de rendimento em relação aos 10,0068 g (média) de carvão vegetal.

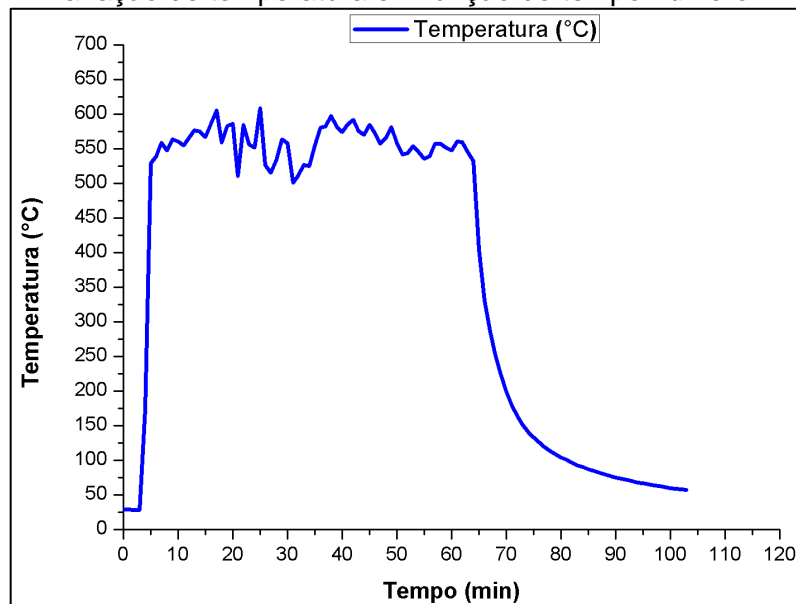
**Tabela 08:** Resultados das produções de carvão ativado na ativação química padronizado.

Nº	Antes da pirólise	Depois da pirólise
	Carvão vegetal (g)	Carvão ativado – Química (g)
1	10,0044	3,6457
2	10,0092	3,2491
<b>Total</b>	<b>20,0136</b>	<b>6,8948</b>
<b>Média</b>	<b>10,0068</b>	<b>3,4474</b>

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

O processamento de número 1 da Tabela 08, mostra a massa de carvão vegetal de 10,0044 g, sendo que na ativação restou 3,6457 g, representado um rendimento de mais de 35%, mostrando uma redução considerável em relação aquelas produzidas por rota física. O tempo do processo foi de 60 min, durante o qual a temperatura máxima atingida foi de 609°C, ocorrendo ainda pequenas variações entre 565°C a 585°C ao longo do tratamento térmico.

**Figura 41:** Variação de temperatura em função do tempo número 1– Química.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Essa primeira quantidade de carvão ativado, observou-se aparência muito escura, sem brilho e tamanhos ainda menores quando comparados ao carvão vegetal. A Figura 42 mostra, o carvão ativado após a retirada do agente químico e seco.

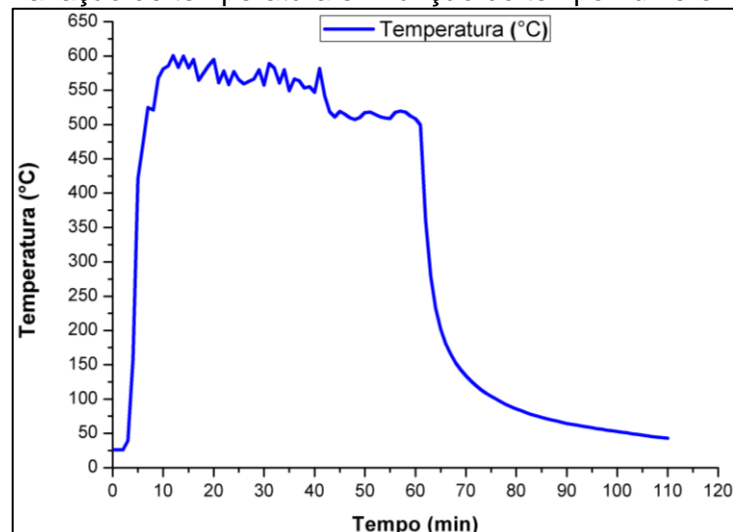
**Figura 42:** Produção de carvão ativado na ativação química de número 1.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A produção de número 2, como é apresentado na tabela 08 teve um rendimento de mais 30% (3,2491 g), representando uma redução de quase 0,4 g em relação a primeira produção (número 1). Nesse preparo foi alcançado uma temperatura máxima de 600°C, e a de patamar variou entre 540°C a 575°C durante 60 min. Na Figura 43 está exposto o gráfico da temperatura em função do tempo para amostra número 2.

**Figura 43:** Variação de temperatura em função do tempo número 2 – Química.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Observando a segunda produção de carvão ativado e comparando com a primeira, ambos apresentam características visuais indistinguíveis, bem como rendimento praticamente inalterado, sendo apenas a derivação típica de compostos com teor de matéria orgânica. A Figura 44 apresenta o carvão produzido de nº 2.

**Figura 44:** Produção de carvão ativado na ativação química de número 2.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

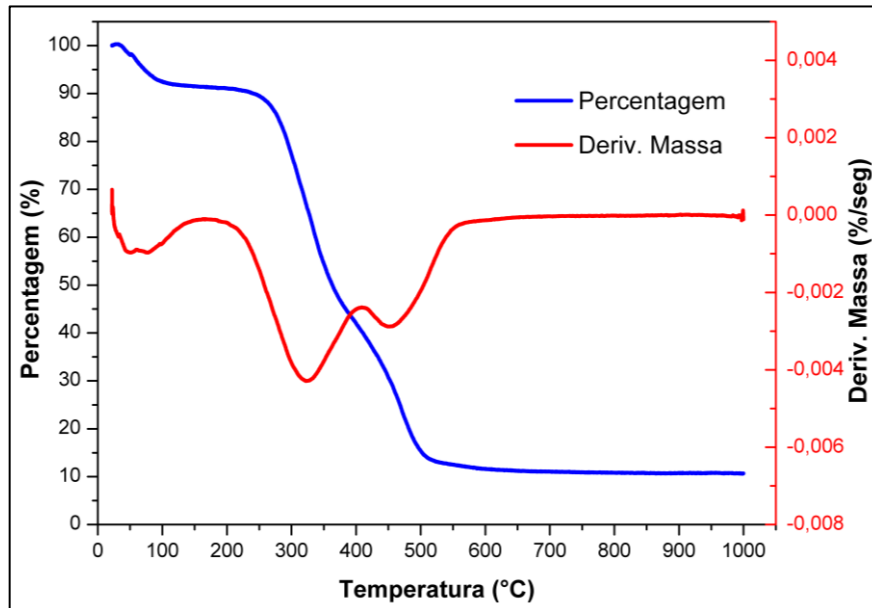
#### **5.4 TGA da casca de arroz**

A curva de TGA da casca de arroz mostrado na Figura 45, apresentou três estágios de perda de massa. Uma das curvas vista no gráfico é referente as perdas de massa, e a outra é referente a derivada da primeira. A curva da derivada corresponde a pontos de máximos e mínimos de acordo com a taxa de perda de massa em cada ponto, e assim, permite determinar com mais clareza a faixa em que a perda de massa ocorre.

A primeira etapa (9,24%) é observada em temperaturas inferiores a 220°C e corresponde à eliminação de água. O segundo estágio, ocorreu entre 220°C até 344 °C que corresponde à decomposição da hemicelulose e à maior parte da celulose correspondendo a 25% de perda de massa, como era esperado para estes compostos. O terceiro estágio é observado na faixa de 345°C a 440°C com perda de massa, e refere-se à continuação da degradação de lignina associada à celulose e hemicelulose. A partir 540°C, observa-se uma diminuição na degradação térmica da amostra. Segundo RODRIGUES (2019), a decomposição da lignina remanescente, inicia-se em temperaturas baixas, no entanto, continua ocorrendo até próximo de

1000°C, dependendo do tipo de amostra. A perda de massa total observada foi de 89,3479%, indicando que a amostra obtida após a degradação termogravimétrica é constituída de 10,6520% de sílica, carbonos estáveis a temperaturas de até 1000°C e impurezas metálicas. Pode-se observar resultados semelhantes na pesquisa de Rodrigues (2019).

**Figura 45:** Curvas do TGA da amostra da casca de arroz em atmosfera de N<sub>2</sub>.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

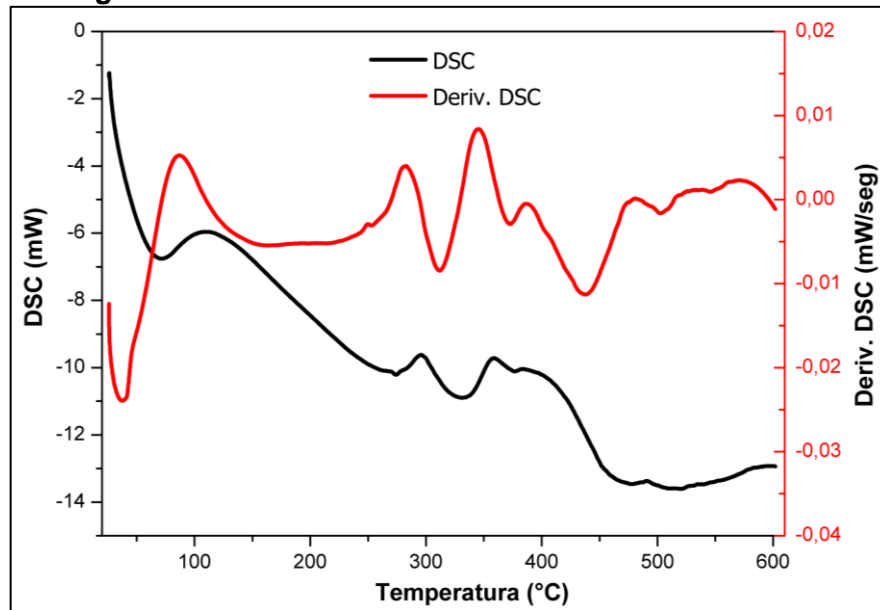
## 5.5 DSC da casca de arroz

Na Figura 46 apresenta a curva de DSC da casca de arroz. Observa-se eventos térmicos de natureza tanto endotérmica (pico de 120°C) e exotérmica (pico de 340°C). Até a temperatura de 120°C a análise DSC indica a presença do aparecimento da evaporação de água estrutural o que resulta no processo de absorção de energia térmica (pico endotérmico agregado).

O comportamento exotérmico é mais pronunciado no intervalo de temperatura entre 300°C e 380°C, indicando provavelmente a decomposição da matéria orgânica, e por conseguinte, liberação de calor por meio do processo de degradação das ligações de carbono da hemicelulose e derivados. Desta maneira, há um indicativo que a temperatura de 340°C, é a mínima para que ocorra o início da queima da casca de arroz, e assim obter o carvão ativado. Na pesquisa de Teixeira (2020) os mesmos resultados foram encontrados, havendo apenas flutuações nos

valores da temperatura. Estes resultados confirmam o que fora indicado pela análise termogravimétrica.

**Figura 46:** Análise calorimétrica – DSC da casca de arroz.

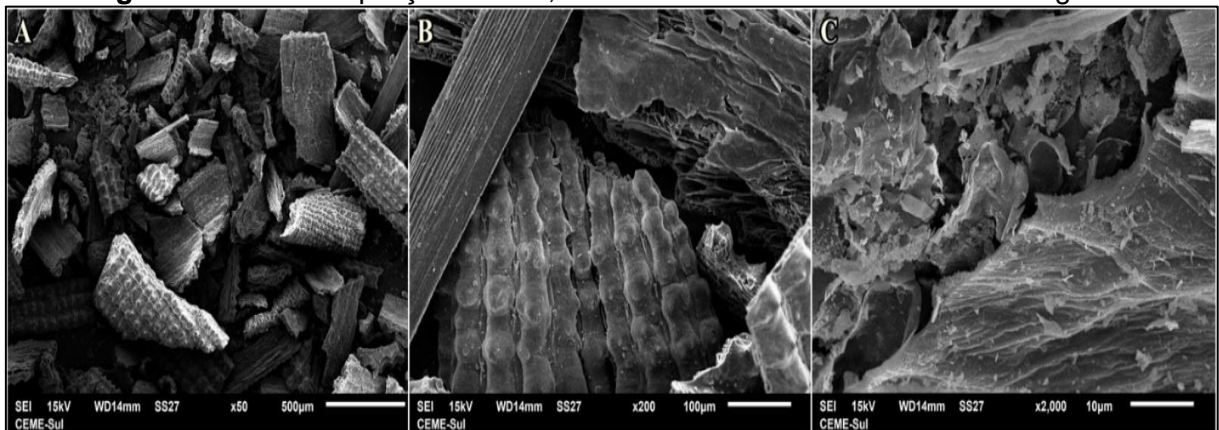


FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

## 5.6 MEV e EDS do carvão vegetal

A forma da superfície características do adsorvente do carvão vegetal fornece informações sobre a estrutura e compostos elementares presentes. Na Figura 47, observa-se a micrografia obtida nos aumentos de (A) 50x, (B) 200X e (C) 2000x, as quais apontam para um material quebradiço (ver detalhes nas bordas das partículas semelhantes a fraturas) e baixa porosidade. Resultado semelhante também foi encontrado por Rodrigues (2019), que fez carvão vegetal também da casca de arroz. Observa-se que a porosidade pode contribuir com a transferência de calor no processo de pirólise, bem como durante a degradação termogravimétrica. A baixa porosidade leva a retardamento no processo de degradação e conversão em carvão ativado.

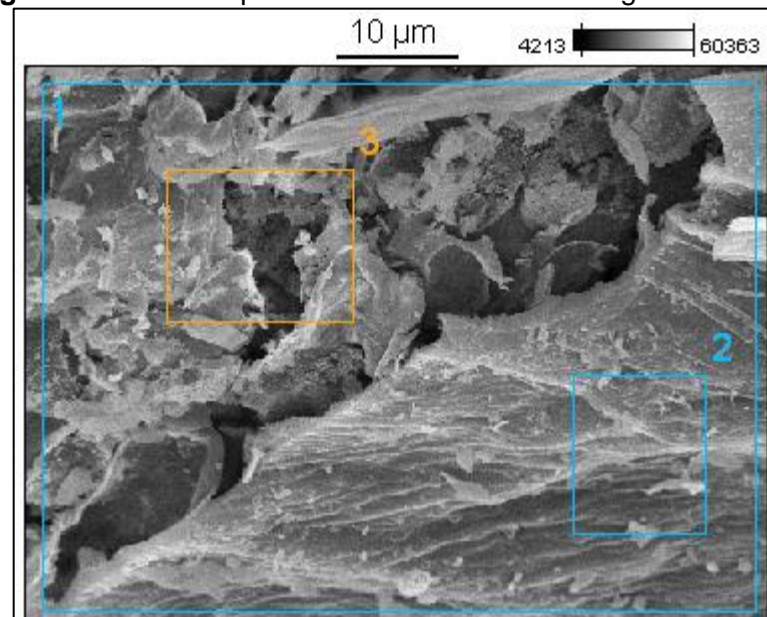
**Figura 47:** Em A ampliação de 50x, B de 200x e C de 2000x do carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

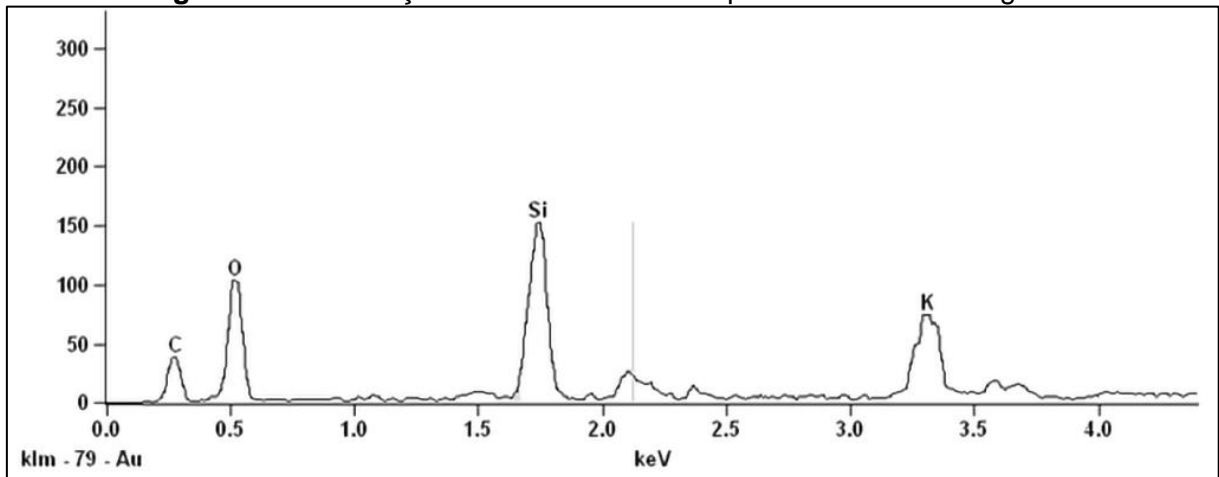
Para a análise de Espectrometria de Energia Dispersiva – EDS foi usado uma ampliação de 2000x do carvão vegetal em três regiões distintas da amostra como serão apresentadas a seguir uma a uma. Na Figura 48 apresentamos o ponto onde tomamos a medida para a primeira amostra, indicada como região 1 na Figura 48.

**Figura 48:** MEV acoplado com EDS do carvão vegetal de 2000x.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na região 1, como mostrado na Figura 48, foram encontrados quatro elementos químicos. Isso pode ser visto nos os picos de EDS do gráfico da Figura 49, correspondentes aos seguintes elementos: Carbono (C), Oxigênio (O), Silício (Si) e Potássio (K). Notamos que de forma proporcional possui maior concentração é o silício (ver Tabela 09), como era esperado para este tipo de material.

**Figura 49:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão vegetal.

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Tabela 09, encontra-se o resultado de EDS de forma numérica para os elementos encontrado na Figura 49 (acima) e respectivas porcentagens estimadas de massa de cada elemento. Deve-se considerar as informações de intenção qualitativa, porque não foi feito uma calibração quantitativa.

**Tabela 09:** EDS da região 1 de estudos do carvão vegetal.

<b>Elementos</b>	<b>Massa (%)</b>	<b>Átomos (%)</b>
C	11,55	18,86
O	45,09	55,26
Si	21,08	14,72
K	22,27	11,17
<b>Total (%)</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

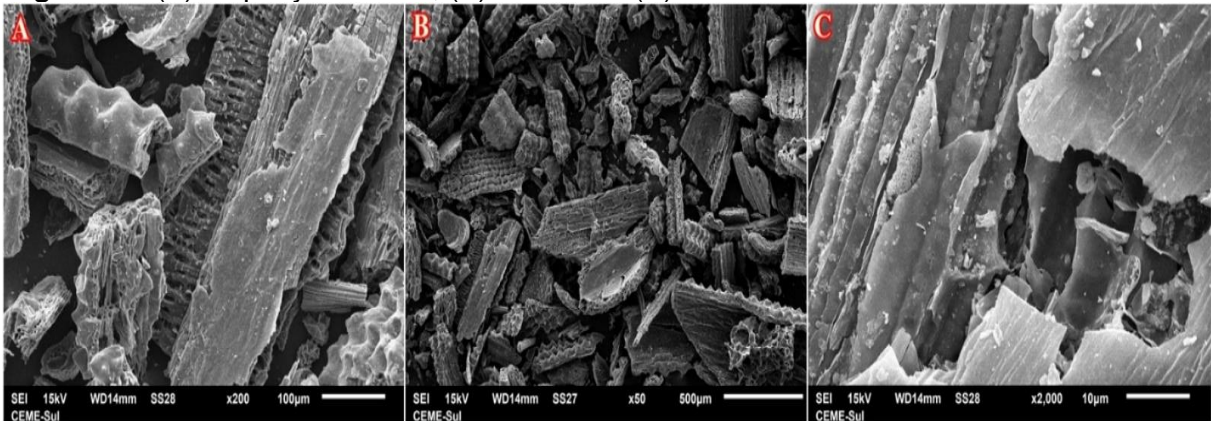
O Oxigênio é o elemento predominante do carvão vegetal, com mais de 45% de massa e mais de 55% de átomos. Já o Carbono, Silício e Potássio, suas respectivas massas e átomos são compatíveis com os resultados obtidos por LAN *et al.* (2020), porém em porcentagens variadas. No Apêndice F são mostrados os resultados da região 2 e 3 do EDS da Figura 49, apresentando a visualização dos quatro elementos, mais as diferenças de massas e átomos.

### 5.7 MEV e EDS do carvão ativado na ativação física

A Figura 50 mostra as micrografias do carvão ativado na ativação física com ampliações de 50x, 200x e 2000x, sendo possível observar uma estrutura heterogênea e porosa, como observado por Rodrigues (2019), que produziu carvão ativado da casca de arroz por ativação física. A presença de poros na estrutura

indica a formação de carvão ativado obtido por meio de um processo de pirólise, o que possibilita que o carvão atue como adsorvente de poluentes orgânicos e inorgânicos em sua superfície maximizada pela porosidade (RODRIGUES, 2019). Nota-se ainda, superfícies irregulares, heterogêneas equivalente a composição do material e cavidade dos poros alongados de mais variados tamanhos, ficando assim, difícil realizar uma análise estatística de distribuição de tamanhos.

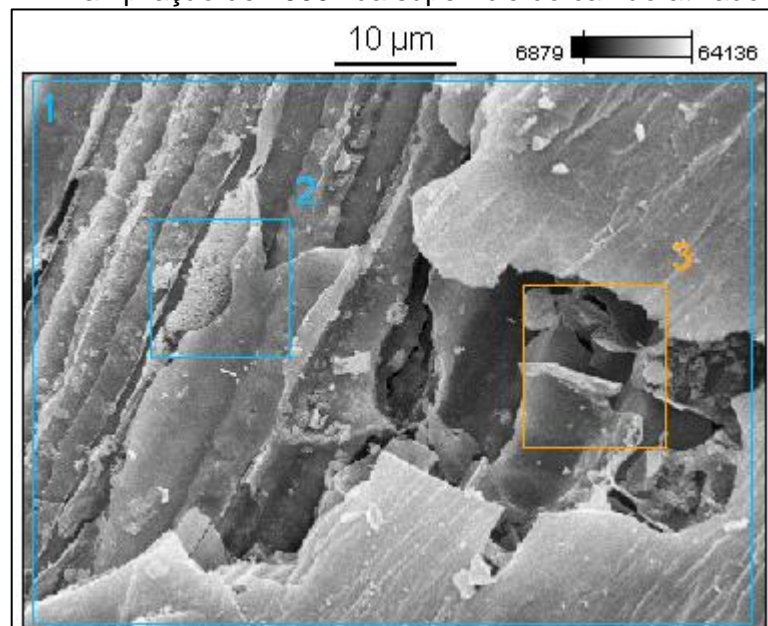
**Figura 50:** (A) ampliação de 50x, (B) de 200x e (C) de 2000x do carvão ativado-fisicamente.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Para análise de Espectrometria de Energia Dispersiva – EDS foi usada uma ampliação de 2000x do carvão ativado na ativação física em três regiões distintas. Na Figura 51 são mostrados os lugares onde foram coletados os dados.

**Figura 51:** MEV ampliação de 2000x da superfície do carvão ativado-fisicamente.

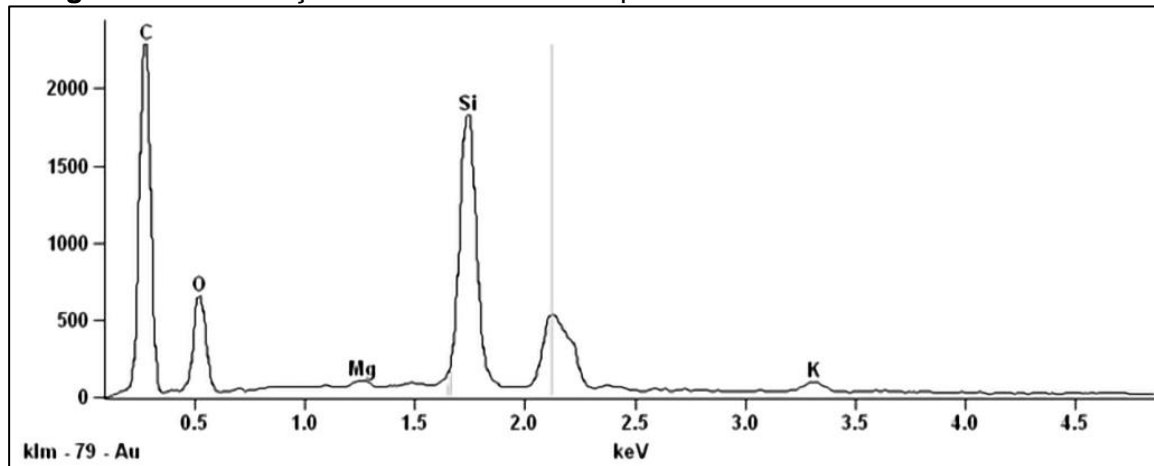


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.



Na Região 3, da Figura 51, foi realizado por meio do EDS. Foram identificados quatro elementos químicos, que podem ser vistos na Figura 52. Os elementos são: Carbono (C), Oxigênio (O), Silício (Si) e Magnésio (Mg). Neste caso, o Magnésio é muito reduzido e o Carbono é mais proeminente (mostra maior intensidade que para a mostra de carvão vegetal).

**Figura 52:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-fisicamente.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Tabela 10, estão descritos os resultados de EDS para os elementos encontrados com suas respectivas massas e porcentagens atômicas. É apenas uma estimativa (qualitativa) e o Carbono teve maior número provavelmente adsorvido do gás de CO<sub>2</sub> na ativação.

**Tabela 10:** EDS da região 3 de análises do carvão ativado-fisicamente.

<b>Elementos</b>	<b>Massa (%)</b>	<b>Átomos (%)</b>
C	50,49	63,19
O	26,09	24,52
Si	21,09	11,29
Mg	0,45	0,28
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

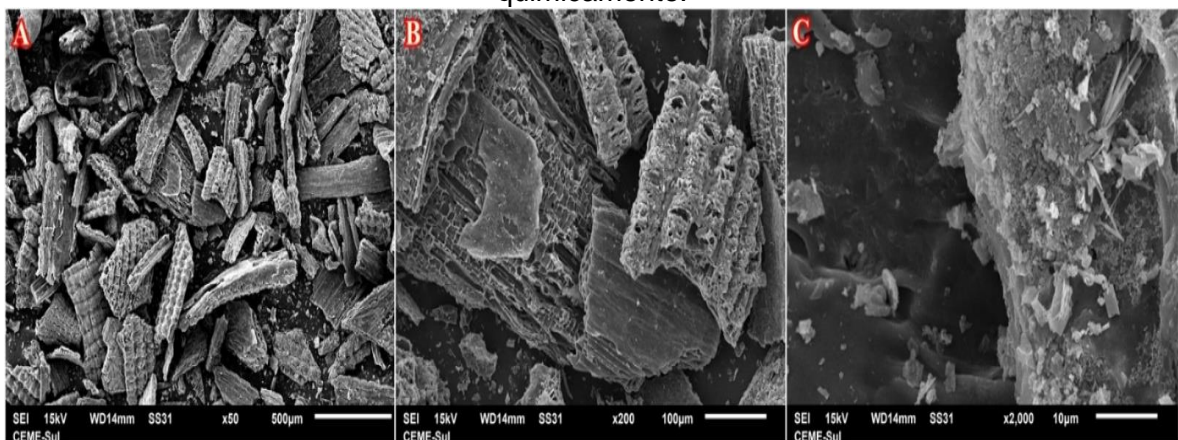
**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

O Carbono é o principal elemento do carvão, representando mais de 50% da massa e mais de 63% dos átomos. No estudo de Chen *et al.* (2020), as respectivas massas e átomos de Oxigênio, Silício e Magnésio apresentaram resultados semelhantes, mas percentuais diferentes. No Apêndice G são apresentados os resultados para as regiões EDS 1 e 2 da Figura 52, mostrando uma visualização dos quatro elementos, mas com diferenças de massa e concentração de átomos em cada região dentro do esperado para um sistema homogêneo como este.

## 5.8 MEV e EDS do carvão ativado na ativação química

As micrografias obtidas do carvão ativado na ativação química, estão mostrados na Figura 53 com ampliações de (A) 50x, (B) 200x e (C) 2000x. É possível perceber que o carvão apresenta-se bastante fragmentado com diversos pontos e porosidade aparentemente ainda maior que da ativação física. Resultados semelhantes foram observados por Tsai *et al.* (2021), em estudo de carvão ativado a partir da casca de arroz.

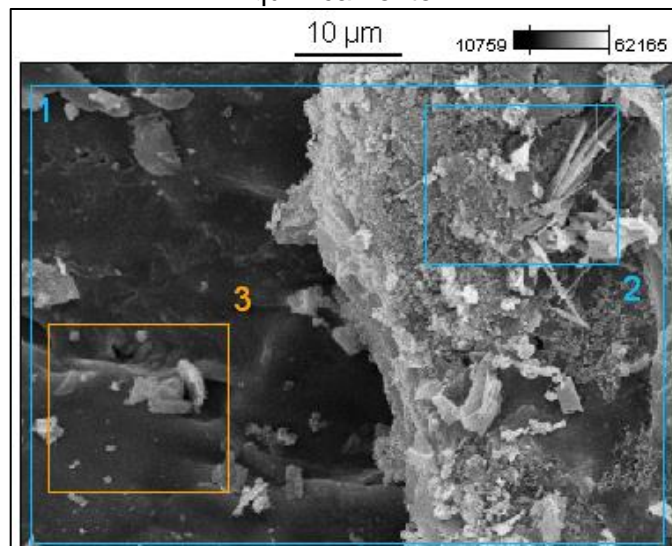
**Figura 53:** (A) ampliação de 50x, (B) de 200x e (C) de 2000x do carvão ativado-quimicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Para análise de Espectrometria de Energia Dispersiva – EDS foi usada uma ampliação de 2000x em três regiões distintas. Na Figura 54 são mostradas as regiões onde foram feitas as análises.

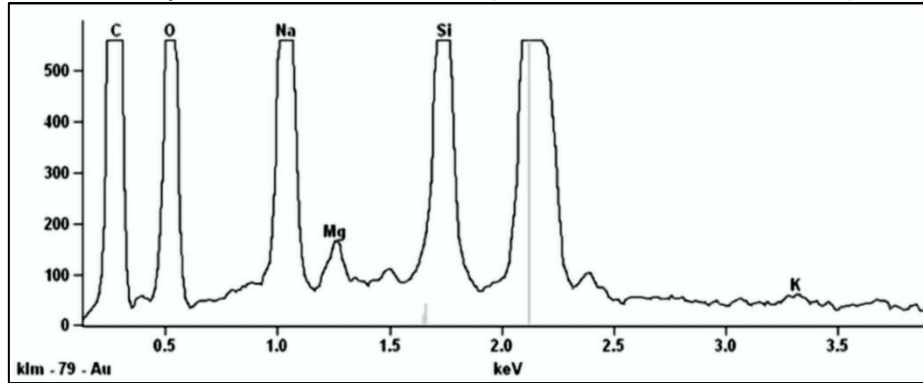
**Figura 54:** Ampliação de 2000x da superfície do carvão produzido por ativação-quimicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Região 2, são encontrados seis elementos químicos. A Figura 55 mostra os picos e EDS que indicam esses elementos representam: Carbono (C), Oxigênio (O), Sódio (Na), Magnésio (Mg), Silício (Si) e Potássio (K).

**Figura 55:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-quimicamente.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Tabela 11 são mostrados os resultados de EDS para os elementos da região 2, com suas respectivas massas e porcentagens atômicas.

**Tabela 11:** EDS da região 2 de estudos do carvão ativado-quimicamente.

<b>Elementos</b>	<b>Massa (%)</b>	<b>Átomos (%)</b>
C	41,70	53,56
O	30,66	29,57
Na	14,00	9,39
Mg	1,05	0,67
Si	11,91	6,54
K	0,68	0,27
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

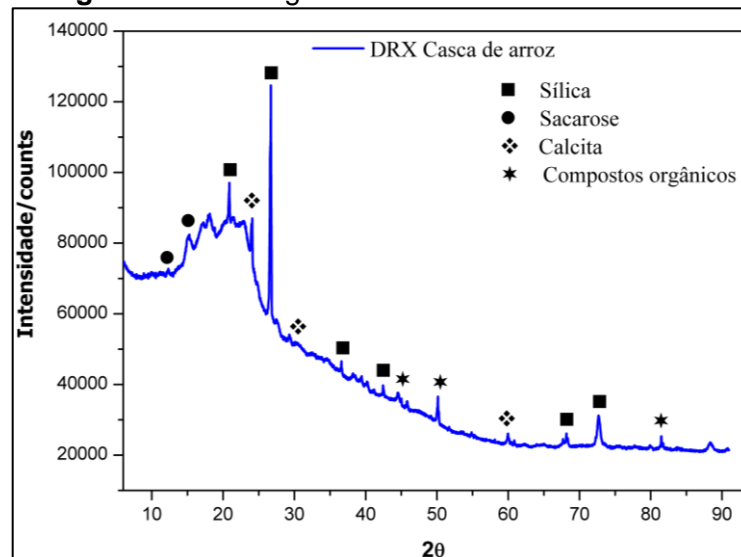
Observando a Tabela 11, o Carbono é encontrado com mais de 40% da massa e 53% da proporção dos átomos. O Oxigênio representa massa mais de 30% e mais de 29% dos átomos. No estudo de Tsai *et al.* (2021), as respectivas massas e átomos mostraram resultados semelhantes, mas valores sutilmente diferentes. Foi encontrado o elemento Sódio na amostra por conta do agente ativante. No Apêndice H são apresentados os resultados para as regiões EDS 1 e 3 da Figura 54, mostrados na imagem.

## 5.9 DRX da casca de arroz

A caracterização física-estrutural da casca de arroz foi realizada por difração e Raios X. Os resultados estão mostrados na Figura 56. Foram identificados vários

picos, bem como de Óxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ), Sacarose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ), Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e compostos orgânicos (celulose). Esses mesmos elementos foram encontrados também por Agusnar *et al.* (2022) usando a mesma biomassa, no entanto, os picos apresentaram características tendendo ao amorfismo. Assim, estes picos estreitos representam uma amostra com tamanhos de domínio cristalográfico maior que as encontradas por Agusnar *et al.* (2022). Adicionalmente os picos com intensidade relativa ao background elevada, indica uma amostra cristalina com uma massa amorfa representada pelo background. Provavelmente este background se deva a compostos orgânicos não cristalinos e silício amorfo.

**Figura 56:** Difratoograma da casca de arroz natural.

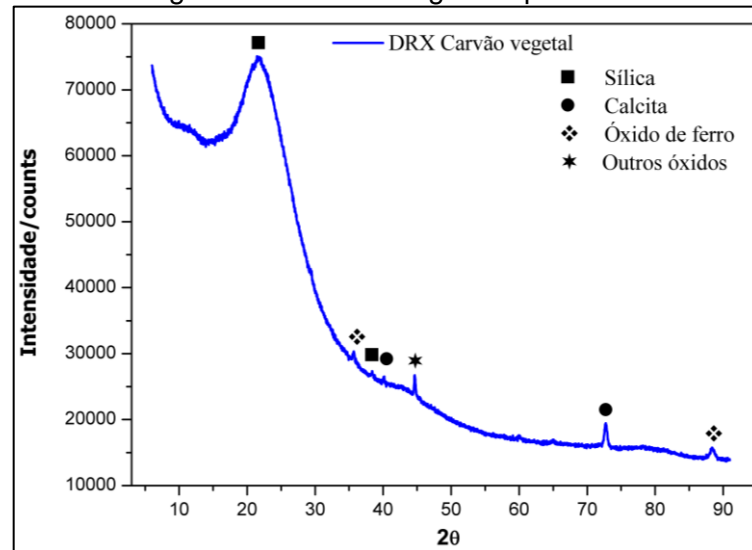


FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

### 5.10 DRX do carvão vegetal

Depois da carbonização da casca de arroz, o material foi submetido à análise por DRX, onde se observou a presença de Óxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ) na forma amorfa, Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), Óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) e outros óxidos, conforme mostra a Figura 57. A característica amorfa do ( $\text{SiO}_2$ ), ocorre, provavelmente se deve a um alto teor de lignina, celulose e hemicelulose (Homagai *et al.* 2022). É interessante observar que neste caso, o processamento térmico eleva a decomposição do silício cristalino presente na casca de arroz in natura como mostrado na figura 56.

**Figura 57:** Difratograma do carvão vegetal a partir da casca de arroz.

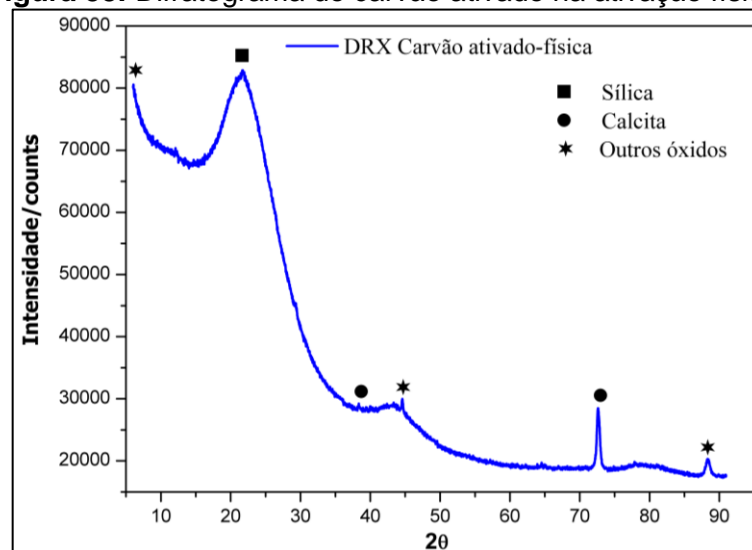


FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

### 5.11 DRX do carvão ativado na ativação física

A disposição dos picos encontrados nos difratogramas de raios-X do carvão ativado na ativação física, podem ser vistos na Figura 58. Foi possível identificar as fases principais presentes, bem como o Óxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ), Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e outros óxidos desconhecidos. Comparando o DRX do carvão vegetal desta pesquisa, pode-se notar a semelhança dos picos, ambos apresentando um pico grande e largo de sílica (Óxido de silício), acompanhado por uma pequena intensificação relativa da calcita neste caso.

**Figura 58:** Difratograma do carvão ativado na ativação física.

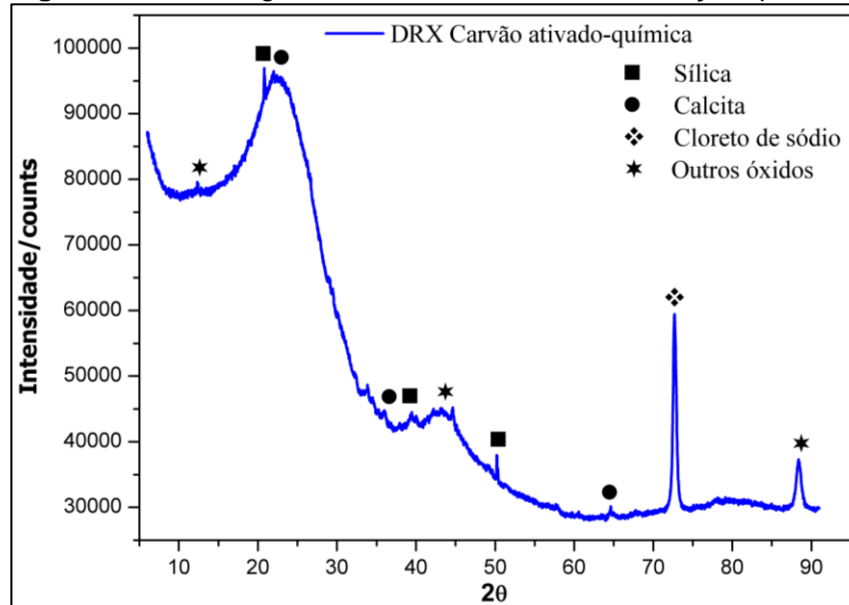


FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

### 5.12 DRX do carvão ativado na ativação química

A Figura 59, apresenta o difratograma do carvão ativado por ativação química. As fases identificadas foram: Óxido de Silício ( $\text{SiO}_2$ ), Calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e Cloreto de Sódio ( $\text{NaCl}$ ) que foi encontrado em grande quantidade (vide pico intenso) por conta da utilização no processo de ativação do carvão. O comportamento do carvão ativado na ativação física foi semelhante da ativação química, mas a química contou com uma fase de  $\text{NaCl}$  adicional, que pode ser útil ou prejudicial ao processo de aplicação a depender do caso.

**Figura 59:** Difratograma do carvão ativado na ativação química.

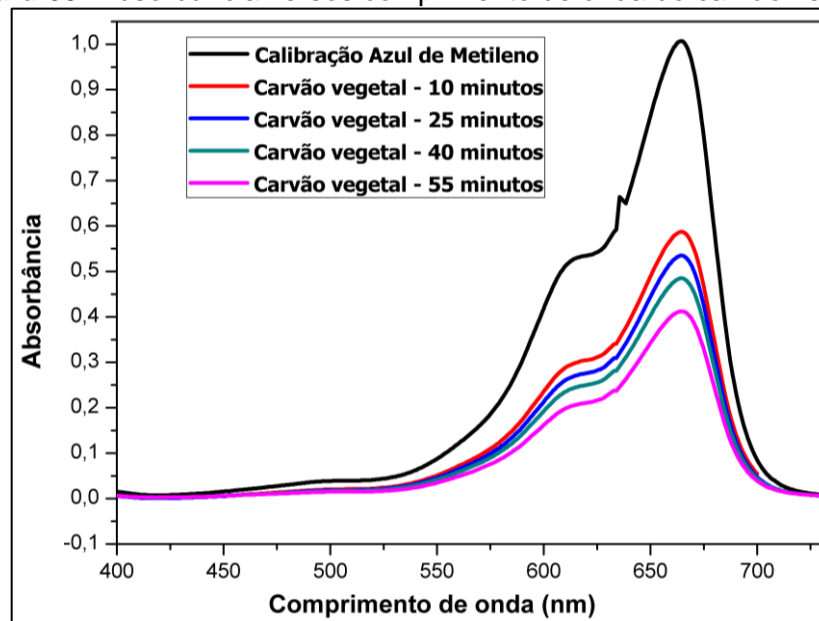


FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

### 5.13 UV-Vis do carvão vegetal

Nesta etapa do trabalho consistir em ser usados os carvões produzidos para verificar sua potencialidade em degradar o Azul de Metileno por meio da absorvância deste composto. A absorvância do azul de metileno, submetido ao carvão vegetal (adsorvente), em relação ao tempo (quatro momentos) de adsorção pode ser observada na Figura 60. Observa-se um destaque para o pico característico de estudo que corresponde ao comprimento de onda de 665 nanômetro (nm).

**Figura 60:** Absorbância versus comprimento de onda do carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Usando inicialmente a calibração de azul de metileno com absorbância de 1, com o carvão na solução no tempo de 10 min, foi encontrado uma absorbância de quase 0,59 (remoção de corante de 39%). No tempo de 25 min, a absorbância ficou próxima de 0,53 (remoção de corante de 47%) e em 40 min, caiu para perto de 0,48 (remoção de corante de 52%). Já em 55 min, atingiu 0,41 (remoção de corante de 59%) de absorbância. Assim a adsorção de azul de metileno diminuiu gradualmente em cada minuto.

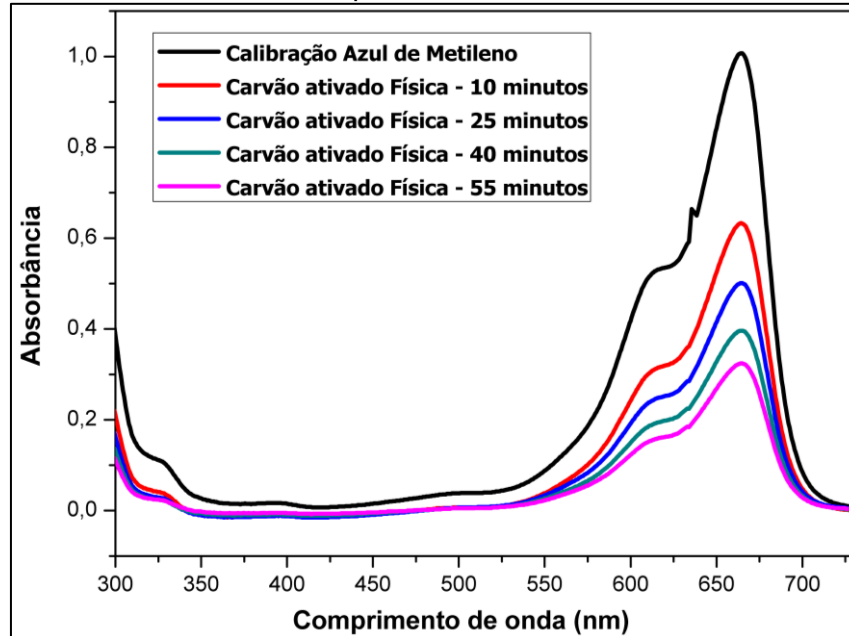
Souza *et al.* (2018) realizou teste da cinética de adsorção também do corante azul de metileno com diversos resíduos incluindo a casca de arroz usando análise por UV-Vis em 60 min. Os resultados mostraram absorbância mais de 0,2, que significa uma redução de aproximadamente 80% da concentração inicial do corante azul de metileno. Nossos resultados estão próximos à literatura, porém o carvão vegetal não é o mais relevante para o presente trabalho e sim tomado como referência.

#### 5.14 UV-Vis do carvão ativado na ativação física

As análises por UV-Vis de quatro tempos, com a solução de azul de metileno e carvão ativado por ativação física (adsorvente) na solução, em análises de tempos de quatro momentos, são mostrados na Figura 61. É possível perceber uma redução

da concentração do corante e o pico que corresponde ao comprimento de onda de 665 nanômetro (nm).

**Figura 61:** Absorbância versus comprimento de onda do carvão ativado-fisicamente.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Com a calibração do adsorvato de absorbância em 1 (linha de cor preta da Figura 61), após o carvão ativado está em 10 min, absorbância ficou mais de 0,63 (remoção de corante 37%), 25 min encontrado absorbância de 0,5 (remoção de corante 50%), em 40 min foi obtido absorbância de quase 0,4 (remoção de corante 60%) e para o último tempo analisado de 55 min obteve-se absorbância de mais de 0,32 (remoção de corante 68%). Comparando com o carvão vegetal desta pesquisa, foi possível alcançar uma diferença de 9% de redução a mais da concentração.

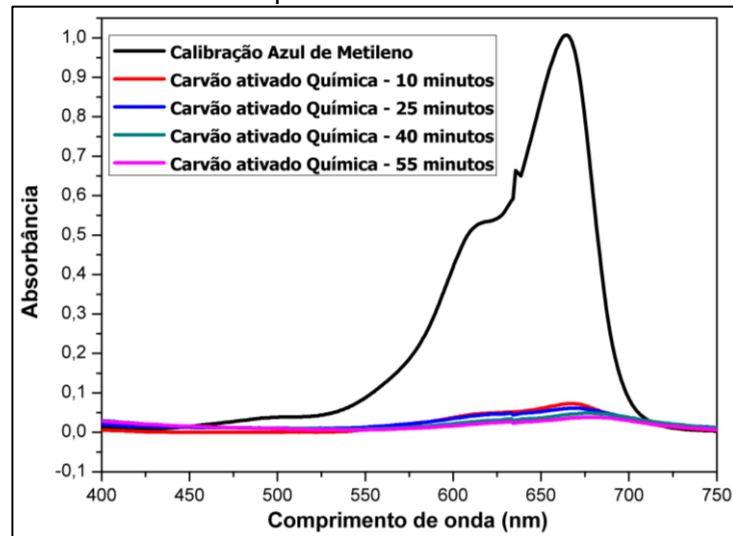
A pesquisa Rosa, Rodrigues e Fátima (2019), foi produzido carvão ativado na ativação química, usando a biomassa da casca de arroz e o azul de metileno. O resultado UV-Vis com o tempo de 60 min, mostrou eficiência em remoção de 68%. Resultado equivalente, porém o carvão ativado na ativação física obedece a outra metodologia.

### 5.15 UV-Vis do carvão ativado na ativação química

Para o carvão produzido por ativação química, também foi usada a mesma técnica de UV-Vis em quatro tempos com o pico de identificação no comprimento de onda de 665 nanômetro (nm). Os resultados estão mostrados na Figura 62.



**Figura 62:** Absorbância versus comprimento de onda do carvão ativado-quimicamente.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Sabendo que a calibração do adsorvato é 1 de absorbância, o carvão ativado na ativação química em 10 min em contato com a solução do corante de azul de metileno foi registrado 0,07 de absorbância (remoção de 93%). Em 25 min, constatou-se uma absorbância de 0,06 (remoção de 94%) e nos 40 min, registrou uma absorbância de 0,045 (remoção de 95,5%). Na última análise obteve-se absorbância de 0,035, ou seja, remoção de 96,5%.

Considerando a diferença entre o carvão ativado quimicamente e fisicamente do UV-Vis nos mesmos intervalos de tempos de 10, 25, 40 e 55 min, as diferenças encontradas 56%, 44%, 35,5% e 28%, respectivamente. O carvão ativado na ativação química, apresentou em apenas 10 min, o maior rendimento de redução da concentração do corante azul de metileno. Na Figura 63 A e B, pode-se visualizar as desigualdades de cores entre os carvões ativados.

**Figura 63:** Após 55 min, (A) carvão ativado-fisicamente e (B) ativado-quimicamente.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

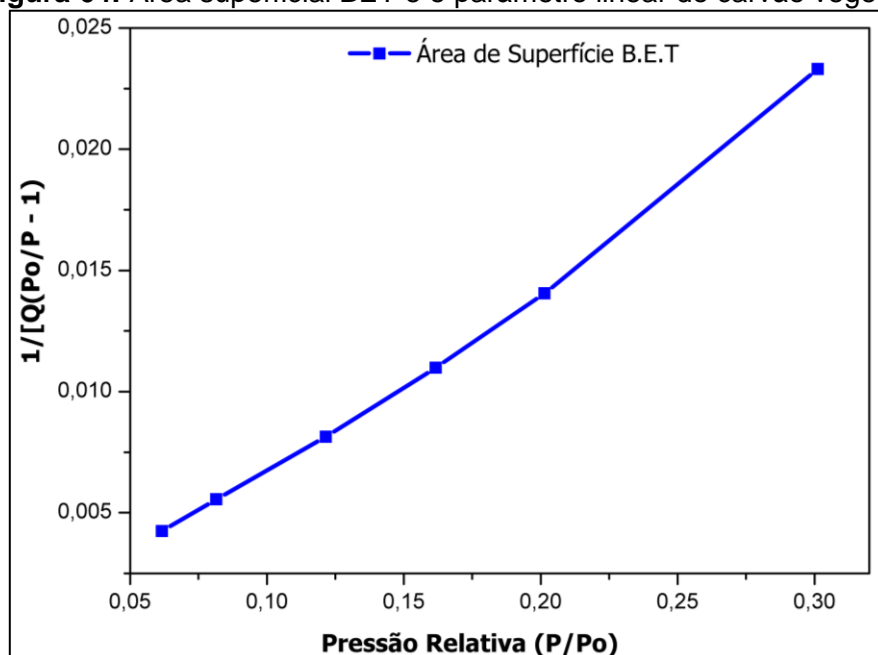
Dutra (2021) produziu carvão ativado com outra biomassa e comparou com carvão ativado comercial com solução de azul de metileno. O resultado mostrou uma eficiência no processo de adsorção em 10 min, de mais de 75%. Assim o carvão feito nessa pesquisa se tornou-se mais eficaz com 18% do mesmo tempo.

### 5.16 BET e Langmuir do carvão vegetal

O carvão vegetal apresentou área de superfície de ponto único em  $P/P_0$  (Pressão relativa de adsorbato) de 56,2434  $m^2/g$  e área de superfície BET obteve-se 55,8990  $m^2/g$ . Foi mostrado o tamanho do poro de largura média de adsorção de 31,5316 Å e largura média de dessorção de 31,4970 Å. Já o volume total de poros de adsorção de ponto de único menor que 1338,354 Å de diâmetro em  $P/P_0$  de 0,044065  $cm^3/g$  e volume total de poros de dessorção de ponto único menor que 1201,294 Å de diâmetro em  $P/P_0$  de 0,044016  $cm^3/g$ . A Figura 64 mostra o parâmetro linear de  $(P/P_0)$  de 0,061629005 a 0,301199454, respectivamente, e as quantidades adsorvidas de 15,4901  $cm^3/g$  a 18,4888  $cm^3/g$ .

Lucht (2019) usou a casca de arroz em seu trabalho, primeiramente realizou a lavagem, secagem (40°C por 24 h), impregnação com Hidróxido de Potássio (KOH) 1:3, com agitação a 80°C por 3 h, lavagem, secagem com temperatura 100°C por 24 h e moagem. A área superficial BET ficou em torno de 9,670  $m^2/g$ .

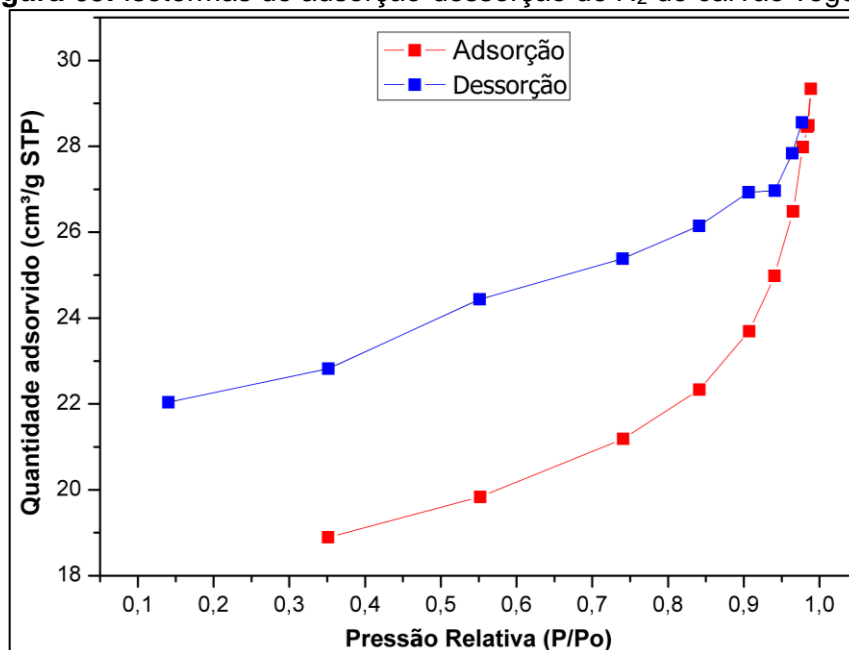
**Figura 64:** Área superficial BET e o parâmetro linear do carvão vegetal.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A Figura 65 mostra a isoterma de adsorção e dessorção de N<sub>2</sub> para o carvão vegetal, e fornece informações qualitativas preliminares sobre o mecanismo de adsorção e da estrutura porosa. O diâmetro médio dos poros de adsorção e dessorção, ambos BJH de 57,457 Å e 55,091 Å. Através da classificação de isotermas proposta por BET, observa-se isoterma do tipo IV que correspondem as curvas de adsorção e dessorção não coincidem, típicas de mesoporos, e apresentam um laço de histerese do tipo H2. Mostram a distribuição de tamanhos de poros e forma não muito bem definida.

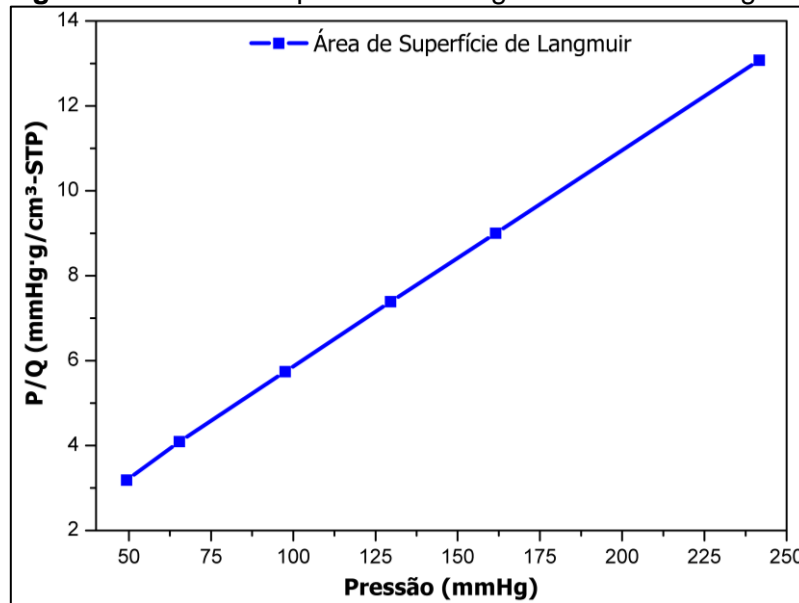
**Figura 65:** Isotermas de adsorção-dessorção de N<sub>2</sub> do carvão vegetal.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A análise de área de superfície feita por Langmuir apresentou valor de 85,0025 m<sup>2</sup>/g, indicando uma diferença do BET de mais de 29 m<sup>2</sup>/g. A pressão registrada na Figura 66. Observa-se uma variação de 49,334785 mmHg a 241,700043 mmHg, que segue as quantidades adsorvidas de 15,4901 cm<sup>3</sup>/g a 18,4888 cm<sup>3</sup>/g.

**Figura 66:** Área de superfície de Langmuir do carvão vegetal.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

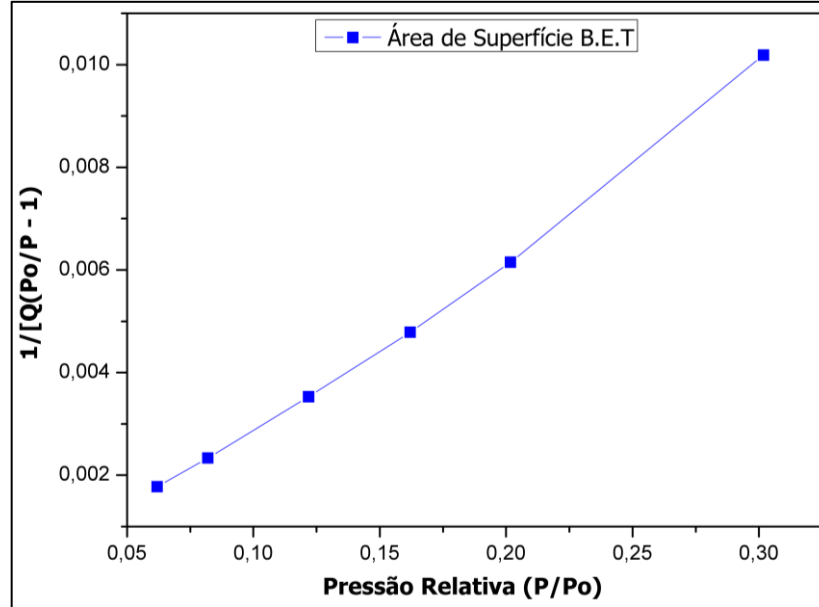
### 5.17 BET e Langmuir do carvão ativado na ativação física

No carvão ativado na ativação física, foi encontrado uma área de superfície de ponto único em  $P/P_0$  (Pressão relativa de adsorbato) de  $128,9525 \text{ m}^2/\text{g}$  e área de superfície BET de  $126,9749 \text{ m}^2/\text{g}$ . O tamanho do poro obtido por BET, apresentou largura média dos poros de adsorção de  $27,3439 \text{ \AA}$  e largura média dos poros de dessorção de  $27,5912 \text{ \AA}$ . Com a análise foi encontrado o volume total de poros de adsorção de ponto único menor que  $1355,497 \text{ \AA}$  de diâmetro em  $P/P_0$  de  $0,086800 \text{ cm}^3/\text{g}$  e volume total de poros de dessorção de ponto único menores que  $1292,810 \text{ \AA}$  de diâmetro em  $P/P_0$  de  $0,087585 \text{ cm}^3/\text{g}$ . Pode ser visto na Figura 67 o parâmetro linear de  $P/P_0$  entre  $0,061898874$  a  $0,140034962$  versos as quantidades adsorvidas em meio  $37,1374 \text{ cm}^3/\text{g}$  a  $41,6958 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

Comprando a pesquisa de Sakhiya *et al.* (2021) usou a casca de arroz para fazer carvão ativado na ativação física e química em um reator de leito fixo, primeiramente as cascas foram enxaguadas com água destilada. Em seguida colocadas em uma estufa por 24 h a  $105^\circ\text{C}$ , e por fim moídas. A ativação física em uma atmosfera de Nitrogênio, e após atingir  $700^\circ\text{C}$  o  $\text{N}_2$  foi alterado para o vapor por 60 min. A análise BET mostrou  $105,21 \text{ m}^2/\text{g}$  e  $0,062 \text{ cm}^3/\text{g}$ . Na ativação química foi usado Acetato de potássio ( $\text{CH}_3\text{COOK}$ ) com água destilada juntos por 24 h em um agitador. Após aquecido no forno com  $\text{N}_2$  a  $700^\circ\text{C}$ , a área de superficial BET

apresentou 255,88 m<sup>2</sup>/g e 0,183 cm<sup>3</sup>/g. Pode-se notar números próximos de porosidade na pesquisa dessa dissertação e de Sakhiya.

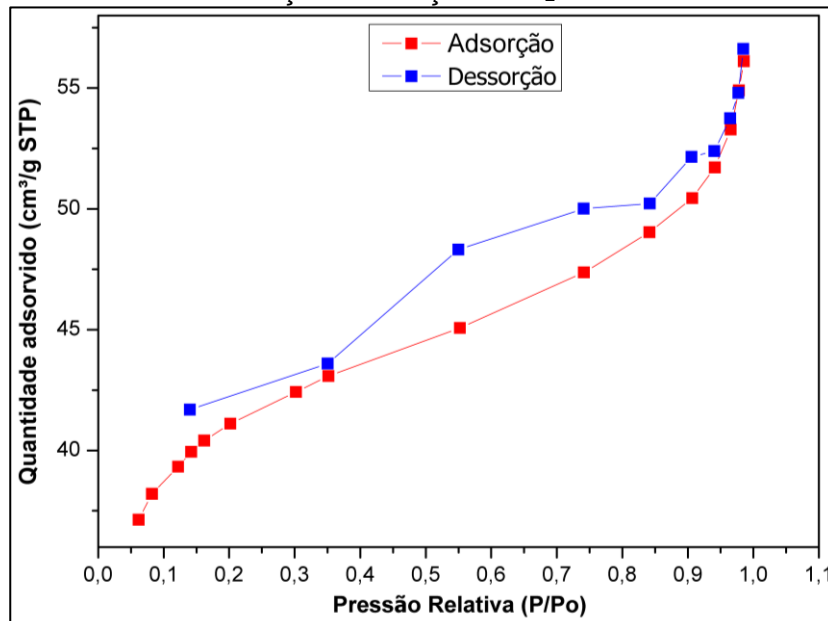
**Figura 67:** Área superficial BET parâmetro linear do carvão ativado na ativação-fisicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A isoterma de adsorção e dessorção de N<sub>2</sub> do carvão ativado na ativação física, mostrado na Figura 68, apresenta grande absorção. O diâmetro médio dos poros de adsorção e dessorção do BJH são 43,561 Å e 45,376 Å, respectivamente. Por meio da Figura 68 é possível identificado a isoterma do tipo IV que corresponde as estruturas mesoporos e proporcionam uma histerese do tipo H2.

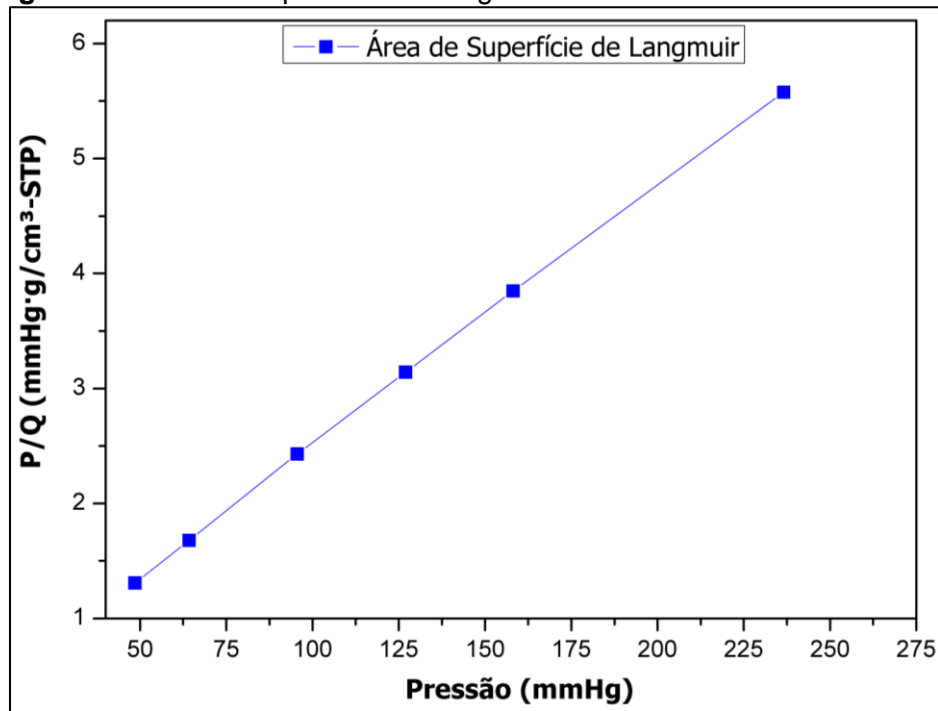
**Figura 68:** Isotermas de adsorção-dessorção de N<sub>2</sub> do carvão ativado-fisicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A área de superfície de Langmuir mostrou 191,8435 m<sup>2</sup>/g, uma diferença da medida obtida por BET de quase 65 m<sup>2</sup>/g. Também foi possível observar que pressão ficou entre 48,5256 mmHg a 236,5772 mmHg e as quantidades adsorvidas variaram de 37,1374 cm<sup>3</sup>/g a 42,4271 cm<sup>2</sup>/g.

**Figura 69:** Área de superfície de Langmuir do carvão ativado-fisicamente.

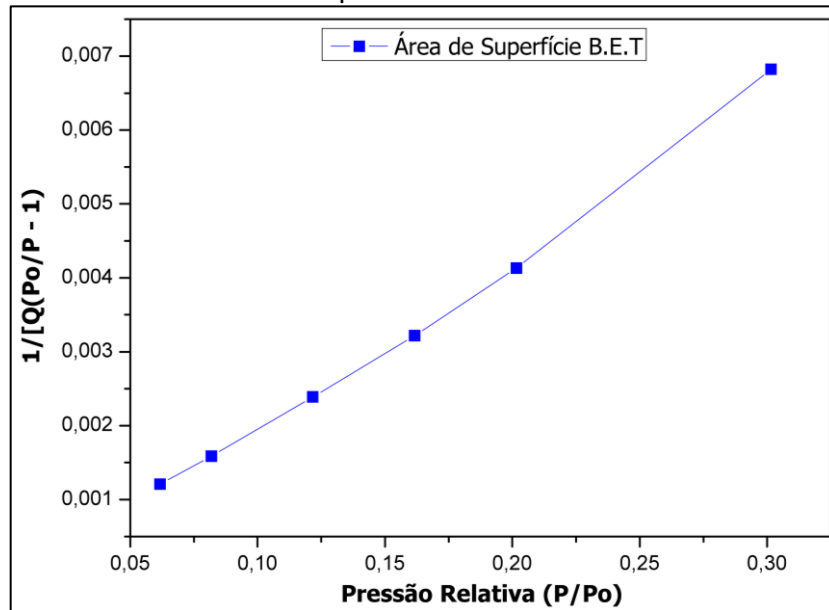


FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

### 5.18 BET e Langmuir do carvão ativação na ativação química

Na Figura 70, observa-se o parâmetro da área de superfície obtida por BET correspondente a 189,9654 m<sup>2</sup>/g, e a área de superfície de ponto único em P/Po de 192,3927 m<sup>2</sup>/g. O tamanho dos poros de largura média BET de adsorção e dessorção ficou em 27,5579 Å e 27,5579 Å, nessa ordem. Encontrou-se também na análise o volume total de poros de adsorção de ponto único menor que 1443,172 Å de diâmetro em P/Po de 0,130876 cm<sup>3</sup>/g e volume total de poros de dessorção de ponto único menor que 1282,938 Å de diâmetro em P/Po de 0,130778 cm<sup>2</sup>/g.

**Figura 70:** Área superficial BET parâmetro linear do carvão ativado na ativação-quimicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

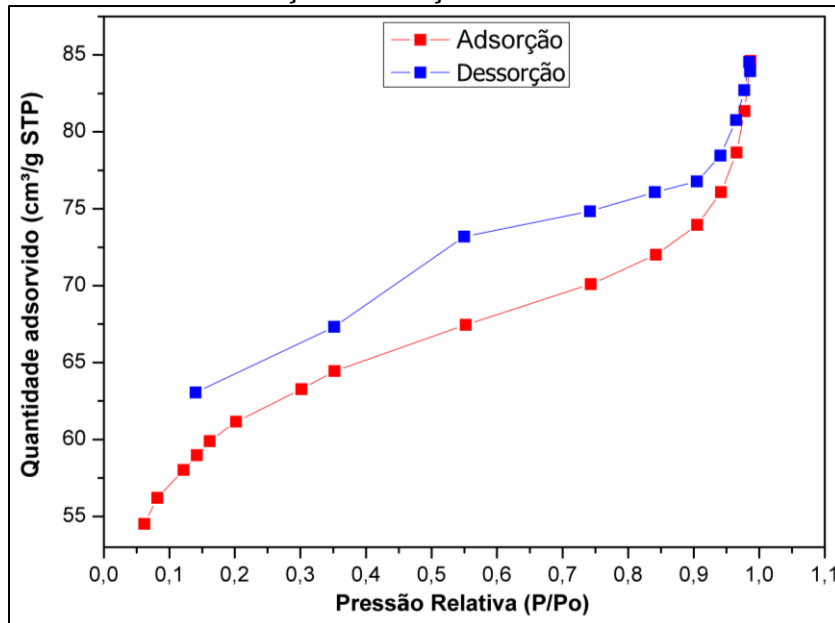
A pesquisa de Chen *et al.* (2020) que usou o procedimento de trituração da casca de arroz deixando ficar em pó e análise BET identificou 20 m<sup>2</sup>/g, em seguida por 1 h mergulhado em uma solução Ácido fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) a 140°C, obteve uma área superficial BET 188,5 m<sup>2</sup>/g. E o carvão ativado foi submetido a carbonização por 1 h a 450°C e colocado em uma solução Hidróxido de sódio (NaOH) por 1 dia, a área de superfície aumentou para 877 m<sup>2</sup>/g. Se forem realizados esse mesmo procedimento de ativação sequenciada dessa dissertação, tudo indica que, será obtido a área superficial próximo de Chen *et al.* (2020).

Já o estudo de Tsai *et al.* (2021) utilizou basicamente o mesmo procedimento do trabalho anterior, portanto, usou-se três temperaturas distintas, bem como 20°C, 140°C e 180°C, seguido de aquecimento de 350°C, 400°C e 450°C. O carvão obtido foi inserido em líquido de Hidróxido de sódio (NaOH) e Hidróxido de potássio (KOH). Os valores obtidos para maior e menor área superficial BET de 950,763 m<sup>2</sup>/g (140°C – 450°C com NaOH), 520,154 m<sup>2</sup>/g (180°C – 450°C com NaOH), 839,813 m<sup>2</sup>/g (140°C – 450°C com KOH) e 222,349 m<sup>2</sup>/g (180°C – 450°C com KOH). Pode-se analisar também ao realizar os mesmos procedimentos de Tsai *et al.* (2021) para obter porosidade igual ou superior da casca de arroz.

A forma das isotermas podem fornecer informações qualitativas preliminares, isso pode ser observado na Figura 71. É possível ver uma elevada adsorção de N<sub>2</sub> a baixas pressões relativas (P/Po <), o que indica isoterma do tipo IV de estruturas

mesoporos de histerese do tipo H2, de poros não definidos. Na análise do diâmetro médio dos poros quanto de adsorção e dessorção BJH, mostram 41,969 Å e 39,920 Å que comprovam o que já foi relatado sobre os poros.

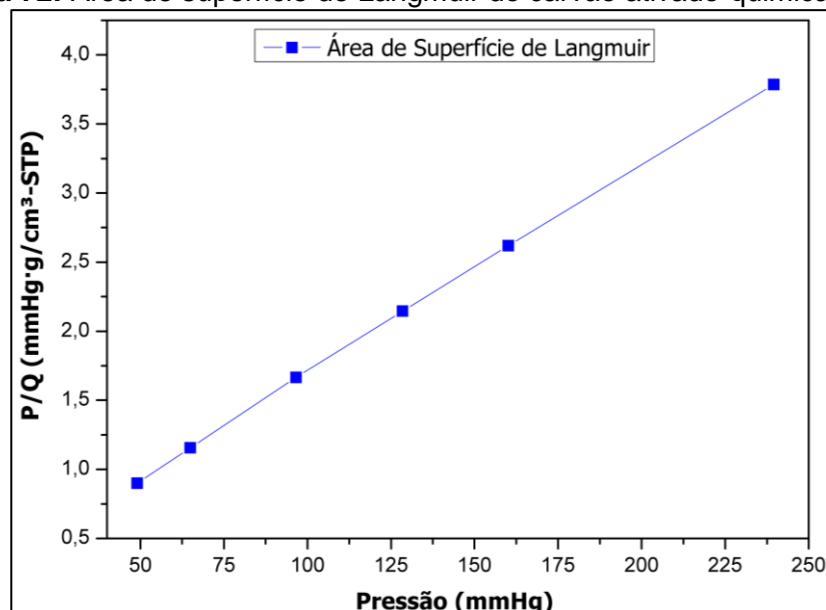
**Figura 71:** Isotermas de adsorção-dessorção de N<sub>2</sub> do carvão ativado-fisicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Comparando 287,7153 m<sup>2</sup>/g da área de superfície de Langmuir com aquela obtida por BET, resulta em quase 98 m<sup>2</sup>/g de diferença. Nota-se a Figura 72, que a pressão varia de 49,005 mmHg a 239,5429 mmHg, e a capacidade de adsorção é de 54,5187 cm<sup>3</sup>/g a 63,2725 cm<sup>3</sup>/g.

**Figura 72:** Área de superfície de Langmuir do carvão ativado-quimicamente.



FONTE: PRÓPRIO AUTOR, 2022.



## 6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os carvões produzidos usando o precursor da casca de arroz foram obtidos com sucesso e de forma segura pelo uso de forno micro-ondas doméstico adaptado. A grande concentração de carbono dessa biomassa é uma característica relacionada ao poder calorífico. O carvão vegetal apresentou valores altos de cinza, já o teor de material volátil foi alto, estando relacionado às condições de pirólise. Este processo tem grandes possibilidades de aplicação e sem dificuldade de expansão neste contexto. Opções como produzir um carvão ativado a partir deste resíduo, poderá desempenhar papel notável com sucesso desejado para a indústria de bioenergia, e conseqüentemente para o meio ambiente.

As pesquisas relatadas no referencial teórico preparando carvões usando micro-ondas, revelaram período de processamento mais curtos (em torno de 90%) com menor consumo de energia em relação à pirólise em forno convencional. O forno de micro-ondas utilizado nesta pesquisa apresentou queima incompleta de algumas cascas de arroz na pirólise de 50 g de casca. Desta forma, o tamanho do reator influenciou na pesquisa, pois, quando reduziu a massa de endocarpo para 10 g, alcançou carbonização completa. Para produção de carvão ativação em grande escala, será necessário uma engenharia de aprimoramento do magnetron ou um estrutura de uniformidade da radiação de micro-ondas.

Testes de adsorção utilizando o corante azul de metileno, mostram que esse processo ocorre, principalmente, por fenômenos físicos, evidenciados pela maior capacidade de adsorção ocorrer nas amostras com área superficial mais elevada e a menor presença de grupos funcionais. Os melhores resultados adsorção no tempo de 55 min, para o carvão vegetal de área superficial BET de 55,8990 m<sup>2</sup>/g e capacidade adsorção para o azul de metileno de absorvância de 0,48 (remoção de 52%). A amostra de carvão ativado na ativação física, apresenta área superficial de 126,9525 m<sup>2</sup>/g e adsorção de absorvância em 55 min de 0,32 (remoção de 68%). Já a última amostra de carvão ativado na ativação química com Hidróxido de sódio, a área de superfície de 189,9654 m<sup>2</sup>/g e adsorção do corante em 55 min com absorvância de 0,035 (remoção de 96,5%).

Portanto, a pirólise da casca de arroz, de modo geral, é uma considerável possibilidade no sentido de reduzir os resíduos da agricultura, e sua queima poderá gerar energia renovável. A biomassa dispõe entre seus benefícios: baixo custo,

abundância e fácil alcance. Portanto, esses resultados agregam valores à biomassa abundante no setor produtivo. Há uma vantagem adicional de usar um processo de conversão de queima rápida por micro-ondas, que pode reduzir significativamente o tempo de processamento e os custos de produção.

O uso por micro-ondas é viável, com ótimos valores, área superficial e de adsorção de contaminantes. As análises TGA, DSC, MEV, EDS, DRX, UV-Vis e área de superfície BET e Langmuir agregaram maior valor da biomassa. Incluir ainda a vantagem de uso de um processo rápido de conversão pirolítico por micro-ondas, com ganhos expressivos de tempo de processamento e custo de produção.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Por ser uma pesquisa que ainda precisa de aperfeiçoamentos, recomenda-se:  
Avaliar outros fatores que podem afetar o rendimento de carvão da casca de arroz, como fluxo de gás inerte e tempo de pirólise;

Pesquisa sobre métodos de separação de compostos presentes no bio-óleo produzidos com o objetivo de aplicação;

Avaliação econômica do processo de todos os produtos obtidos durante a pirólise da casca de arroz;

Analisar a extração de metais pesados de efluentes industriais usando carvão de casca de arroz;

Direcionar de forma sustentável os gases existentes na produção dos carvões em micro-ondas.

## 8 TRABALHOS TÉCNICOS-CIENTÍFICOS PRODUZIDOS

### 8.1 Trabalhos apresentados em eventos

SILVA, Jailson Dos Santos; SERRA, Ediomar Costa; MOREIRA, Mário Lúcio. **Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz em um forno micro-ondas adaptado.** Semana Nacional de Ciência e Tecnologia/IFMA Caxias 2021, Caxias-MA, Brasil.

SILVA, Jailson Dos Santos; SERRA, Ediomar Costa; MOREIRA, Mário Lúcio. **Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz via processamento de micro-ondas.** V Semana Acadêmica da Física, 2021, Alfenas-MG, Brasil.

SILVA, Jailson Dos Santos; SERRA, Ediomar Costa; MOREIRA, Mário Lúcio. **Usando biomassa da casca de arroz para produção de carvão ativado em um forno micro-ondas adaptado.** V Semana da Física e da Engenharia Física da UFLA: A física gerando inovação tecnológica, 2021, Lavras-MG, Brasil.

SILVA, Jailson Dos Santos; SERRA, Ediomar Costa; MOREIRA, Mário Lúcio. **Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz via processamento de micro-ondas.** VII Simpósio Caxiense de Química – SIMCAQUI, 2021, Caxias-MA, Brasil.

SILVA, Jailson Dos Santos; SERRA, Ediomar Costa; MOREIRA, Mário Lúcio. **Produção de Carvão Ativado a Partir da Casca de Arroz via Processamento de Micro-Ondas.** X Workshop da Pós-Graduação em Física, 2021, Teresina-PI, Brasil.

SILVA, Jailson Dos Santos; SERRA, Ediomar Costa; MOREIRA, Mário Lúcio. **Produção de Carvão Ativado a Partir da Casca de Arroz via Processamento de Micro-Ondas.** III Escola de Verão de Física de Curitiba, 2022, Curitiba-PR, Brasil.

### 8.2 Premiações de Menções Honrosa

Melhor trabalho apresentado na área Engenharias no evento Semana Nacional de Ciência e Tecnologia/IFMA Caxias 2021, intitulado “Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz em um forno micro-ondas adaptado”.

Menção honrosa na categoria oral no V Semana Acadêmica da Física de 2021, intitulado “Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz via processamento de micro-ondas”.

Segundo lugar de melhor trabalho apresentado no VII Simpósio Caxiense de Química – SIMCAQUI 2021, intitulado “Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz via processamento de micro-ondas”

## REFERÊNCIAL

ABDELSAYED, Victor; SHEKHAWAT, Dushyant; SMITH, Mark W.; LINK, Dirk; STIEGMAN, Albert E. Microwave-assisted pyrolysis of Mississippi coal: A comparative study with conventional pyrolysis. **Fuel**, [S. l.], v. 2017, p. 656-667, 1 maio 2018. DOI <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2017.12.099>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0016236117316824>. Acesso em: 2 mar. 2022.

ADILLA RASHIDI, Nor; YUSUP, Suzana. A Review on Recent Technological Advancement in the Activated Carbon Production from Oil Palm Wastes. **Chemical Engineering Journal**, v. 314, p. 277–290, 2016.

AGUSNAR, Harry; SUGITA, Purwantiningsih; NAINGGOLAN, Irwana Nainggolan. Preparation sodium silicate from rice husk to synthesize silica nanoparticles by sol-gel method for adsorption water in analysis of methamphetamine. **South African Journal of Chemical Engineering**, [S. l.], v. 40, p. 80-86, 2 abr. 2022. DOI <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2022.02.001>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1026918522000075>. Acesso em: 4 abr. 2022.

ALBUQUERQUE, Jehan Serafim de. **Produção de carvão vegetal: desafios e oportunidades**. [S. l.], 11 abr. 2019. Disponível em: <https://www.inflor.com.br/producao-de-carvao-vegetal-desafios-e-oportunidades/>. Acesso em: 8 mar. 2022.

ALMEIDA, Cristiane Freitas de. **Produção de carvão ativado quimicamente a partir da palmácea mauritia flexuosa e o estudo de suas propriedades adsorptivas**. 2015. 68 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Química) - Mestrado, [S. l.], 2015. Disponível em: <https://files.ufgd.edu.br/arquivos/arquivos/78/MESTRADO-QUIMICA/Disserta%C3%A7%C3%A3o%20Cristiane%20Freitas.pdf>. Acesso em: 5 abr. 2022.

ALVES, Felipe; JOÃO, Estanislau; MADSON, Gleyko; SOARIGUES, Ceciany; RICART, Igor; ANDRADE, Marcos; KHOURY, Viviane; FRASSINETT, Paula. Raios X aplicados à arqueometria. **Ciências biológicas e da saúde**, Recife, v. 01, n. 03, p. 59-68, 4 jul. 2014. Disponível em: <https://periodicos.set.edu.br/facipesaude/article/view/1716>. Acesso em: 2 fev. 2022.

AN, Ni; ZAGORŠČAK, Renato; THOMAS, Hywel Rhys. Adsorption characteristics of rocks and soils, and their potential for mitigating the environmental impact of underground coal gasification technology: A review. **Journal of Environmental Management**, [S. l.], v. 305, p. 114390, 1 abr. 2022. DOI <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.114390>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030147972102452X>. Acesso em: 1 jun. 2022.

ANGARITA, Kenny Yusimy Garcia; JUNIOR, Adalberto Teogenes Tavares. Produção e caracterização de sílica (SiO<sub>2</sub>) a partir de cascas de arroz. **Revista Brasileira de Iniciação Científica**, [s. l.], v. 7, ed. 2, p. 01-11, 2 mar. 2020.

Disponível em:

<https://periodicos.itp.ifsp.edu.br/index.php/IC/article/view/1735#:~:text=Teogenes%20Tavares%20Junior-,Resumo,%C2%B0C%20por%203%20horas>. Acesso em: 13 fev. 2022.

ANGELO, Marciel. **Meio ambiente e pequenos produtores de carvão vegetal são beneficiados em projeto desenvolvido na UFV**. [S. l.], 11 ago. 2022. Disponível em:

<https://www2.dti.ufv.br/noticias/scripts/exibeNoticiaMulti.php?codNot=35392&link=corpo>. Acesso em: 11 fev. 2022.

APERAM. **Carvão vegetal e seus benefícios na produção do aço inox**. [S. l.], 4 set. 2017. Disponível em: <https://brasil.aperam.com/blog/carvao-vegetal-e-seus-beneficios-na-producao-do-aco-inox/>. Acesso em: 29 out. 2021.

BRAGIÃO, Maria Eduarda. **Preparo e caracterização de carvão ativado impregnado com geotita e magnetita para remoção de corantes por ação combinada de adsorção e oxidação**. Orientador: Gilberto da Cunha Gonçalves. 2019. 84 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Processos Químicos e Biotecnológicos) - Mestrado, [S. l.], 2019. Disponível em:

<https://educapes.capes.gov.br/handle/capes/673490>. Acesso em: 25 mar. 2022.

BRASIL. Lei n. 12.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei n. 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**. Brasília, DF, 3 ago. 2010. Disponível em: <[http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/\\_ato2007-2010/2010/lei/112305.htm](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/112305.htm)>. Acesso em: 05 jan. 2021.

BRAZIL, Tayra Rodrigues. **Produção de carvão ativado a partir de lignina kraft utilizando pirólise por micro-ondas**. 2022. 138 p. Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Doutorado, [S. l.], 2022. Disponível em: <https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/tede/5357>. Acesso em: 2 jun. 2022.

CANALES-FLORES, R.A.; PRIETO-GARCÍA, F. Taguchi optimization for production of activated carbon from phosphoric acid impregnated agricultural waste by microwave heating for the removal of methylene blue. **Diamond and Related Materials**, [S. l.], v. 109, p. 108027, 9 nov. 2020. DOI <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2020.108027>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S092596352030580X>. Acesso em: 5 maio 2022.

CÂNDIDO, Núbia Rangel. **Produção e caracterização de carvões de eucaliptos ativados fisicamente com CO<sub>2</sub> ou gás da carbonização**. Orientador: Marcos Juliano Prauchner. 2019. 133 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Química) - Mestrado, [S. l.], 2019. Disponível em: [https://repositorio.ufmg.br/bitstream/1843/RAOA-BAXKNC/1/disserta\\_\\_o\\_de\\_mestrado\\_\\_n\\_bia\\_rangel\\_c\\_ndido.pdf](https://repositorio.ufmg.br/bitstream/1843/RAOA-BAXKNC/1/disserta__o_de_mestrado__n_bia_rangel_c_ndido.pdf). Acesso em: 19 fev. 2022.

CARVALHO, Cláudia Sofia Martins. **Tratamentos Térmicos e Químicos para a Valorização da Casca de Arroz**. 2015. 94 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Mestrado, [S. l.], 2015.

CASCO, Mirian Elizabeth; MARTÍNEZ-ESCANDELL, Manuel; GADEA-RAMOS, Enrique; KANEKO, Katsumi; SILVESTRE-ALBERO, Joaquín; RODRÍGUEZ-REINOSO, Francisco. High-Pressure Methane Storage in Porous Materials: Are Carbon Materials in the Pole Position?. **Chemistry of Materials**, [S. l.], p. 959-964, 14 jan. 2015. DOI <https://doi.org/10.1021/cm5042524>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/cm5042524>. Acesso em: 7 fev. 2022.

CHEN, Yen-Chi; YANG, Xuan-En; LIN, Kun-Yi; HUANG, Wei-Wen; LIN, Chi-Chi; YU, Kuo-Pin. Feasibility of using bed filters packed with rice-straw-based activated carbon and selected biomass waste for the control of frying fume exhaust. **Environmental Science and Pollution Research**, [S. l.], p. p.01-13, 29 jun. 2020. DOI <https://doi.org/10.1007/s11356-020-09929-0>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11356-020-09929-0>. Acesso em: 7 abr. 2022.

CONAB. **A cultura do arroz é destaque na 2ª edição do Boletim da Agricultura Familiar**. Disponível em: <<https://www.conab.gov.br/ultimas-noticias/4284-a-cultura-do-arroz-e-destaque-na-2-edicao-do-boletim-da-agricultura-familiar>>. Acesso em: 08 fev. 2022.

COSTA, T.G., BIANCHI, M.L., PROTÁSIO, T.P., TRUGILHO, P.F., PEREIRA, A.J. 2014. **Qualidade da madeira de cinco espécies de ocorrência no cerrado para produção de carvão vegetal**. *Cerne* 20: 37-46.

DANISH, Mohammed; AHMAD, Tanweer. **A review on utilization of wood biomass as a sustainable precursor for activated carbon production and application**. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. [S.l: s.n.], 2018.

DAWEI, Li; YU, Wang; JIAOJIAO, Zhou; JICHENG, Wang; XIAOYANG, Liu; YUANYU, Tian; ZONGBO, Zhang; YINGYUN, Qiao; LING, Wei; JUNHUA, Li; LING, Wen. Drying before microwave-assisted H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> activation to produce highly mesoporous activated carbons. **Materials Letters**, [S. l.], p. 61-63, 1 nov. 2018. DOI <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.070>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0167577X1831111X>. Acesso em: 2 fev. 2022.

DEMIR, Barış; AHUNBAY, M Göktuğ. Adsorption of perfluorohexane in BAM-P109 type activated carbon via molecular simulation. **Adsorption Science & Technology**, [S. l.], p. 79-92, 19 jan. 2016. DOI <https://doi.org/10.1177/0263617415619535>. Disponível em: <https://journals.sagepub.com/doi/10.1177/0263617415619535>. Acesso em: 25 maio 2022.

DENARI, Gabriela Bueno; CAVALHEIRO, Éder Tadeu Gomes. **Princípios e Aplicações de Análise Térmica**. 2012. 48 f. Material de apoio curso Teórico/Prático. Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2012.



DUARTE, Eduardo de Campos Proença. **Obtenção de novos materiais híbridos a base de quitosana**. Orientador: Annelise Casellato e Thais Delazare. 2019. 56 p. TCC (Graduação) - Graduação, Rio de Janeiro, 2019.

DUTRA, Danrley Kristyam Rosa. **Obtenção de carvão ativado a partir do resíduo de casca de eucalipto branco**. 2021. 71 p. Monografia (Química Industrial) - Graduação, Lajeado-RS, 2021. Disponível em: <https://www.univates.br/bdu/bitstream/10737/3250/1/2021DanrleyKristyamRosaDutra.pdf>. Acesso em: 1 abr. 2022.

EPE, Empresa de Pesquisa Energética. **Relatório síntese / Ano base 2018**. Disponível em: <<http://www.epe.gov.br/sites-pt/publicacoes-dadosabertos/publicacoes/PublicacoesArquivos/publicacao-377/topico-470/Relatório%20Síntese%20BEN%202019%20Ano%20Base%202018.pdf>>. Acesso em: 31/03/2022.

FERREIRA, F.; MACHADO MORAIS, M.; ADEMAR LISSNER, L. Quantificação de lignina da casca de arroz pelo método klason. **Anais do Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão**, v. 10, n. 2, 3 mar. 2020.

FILHO, Jomário Barros de Araújo; BARROS, Sâmea Valensca Alves. **Tijolos de solo-cal incorporados com cinza da casca de arroz calcinados em duas temperaturas distintas**. 2019. 09 p. TCC (Curso de Bacharelado em Ciência e Tecnologia) - Bacharelado, [S. l.], 2019. Disponível em: <https://repositorio.ufersa.edu.br/handle/prefix/4803>. Acesso em: 8 mar. 2022.

FILHO, Milton Carlos Fabrica Martins; HANKE, Daniel; NASCIMENTO, Shirley Grazieli da Silva; ÁVILA, Mariana Rockenbach de; MANRIQUEZ, Daniel Ernesto Trujillo. Efeito da aplicação da cinza da casca de arroz sobre atributos de solo sob postagem. **Agroecossistemas**, [S. l.], p. 146-163, 2 mar. 2019. DOI <http://dx.doi.org/10.18542/ragros.v11i2.7483>. Disponível em: <https://periodicos.ufpa.br/index.php/agroecossistemas/article/view/7483>. Acesso em: 6 maio 2022.

FINANCIADORA DE ESTUDOS E PROJETOS (FINEP). **Tecnologia inédita utilizará a casca do arroz na fabricação de derivados do silício**. [S. l.], 29 abr. 2019. Disponível em: <http://www.finep.gov.br/noticias/todas-noticias/5936-tecnologia-inedita-utilizara-a-casca-do-arroz-na-fabricacao-de-derivados-do-silicio>. Acesso em: 26 abr. 2022.

FOONG, Shin Ying; LIEW, Rock Keey; YANG, Yafeng; CHENG, Yoke Wang; YEK, Peter Nai Yuh; MAHARI, Wan Adibah Wan; LEE, Xie Yi; HAN, Chai Sean; VO, Dai-Viet N.; LE, Quyet Van; AGHBASHLO, Mortaza; TABATABAEI, Meisam; SONNE, Christian; PENG, Wanxi; LAM, Su Shiung. Valorization of biomass waste to engineered activated biochar by microwave pyrolysis: progress, challenges, and future directions. **Chemical Engineering Journal**, [S. l.], v. 389, p. 124401, 1 jun. 2020. DOI <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.124401>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1385894720303922>. Acesso em: 3 abr. 2022.

FREITAS, Huáílison Thaisson de Aquino. **Avaliação do potencial da utilização da cinza da casca de arroz para mitigação de eflorescências em argamassas de revestimento**. Orientador: Rodrigo Nogueira Codes. 2018. 88 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Mestrado, [S. l.], 2018. Disponível em: <https://repositorio.ufersa.edu.br/handle/prefix/2200>. Acesso em: 4 abr. 2022.

FUNDAÇÃO ESTADUAL DE PROTEÇÃO AMBIENTAL HENRIQUE LUIZ ROESSLER DO RIO GRANDE DO SUL – FEPAM. **Diretriz Técnica Nº 002/2011: gestão de resíduos caracterizados como casca de arroz e cinzas resultantes do processo de queima da casca**. Disponível em: [http://www.fepam.rs.gov.br/central/diretrizes/Diret\\_Tec\\_02\\_2011.pdf](http://www.fepam.rs.gov.br/central/diretrizes/Diret_Tec_02_2011.pdf)>. Acesso em: 05 jan. 2021.

GARCIA, Isabel Cristina Morais. **Influência de diferentes variedades de arroz carolino no seu comportamento em cozedura**. Orientador: Marta Henriques. 2017. 76 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Alimentar) - Mestrado, Coimbra, 2017.

GARCIA, J. R.; SEDRAN, U.; ZAINI, M. A. A.; ZAKARIA, Z. A. Preparation, characterization, and dye removal study of activated carbon prepared from palm kernel shell. **Environ. Sci. Pollut. Res.** 25, 2018, p. 5076-5085.

GOMES, P. B., BIANCHI, M. L., & MAGALHÃES, F. (2021). **Obtenção de carvão ativado a partir do resíduo fuligem de candeia**. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 26. <https://doi.org/10.1590/S1517-707620210002.1265>.

GONZÁLEZ-GARCÍA, P. **Activated carbon from lignocellulosics precursors: A review of the synthesis methods, characterization techniques and applications**. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. [S.l.: s.n.], 2018.

GULISANO, Federico; GALLEGO, Juan. Microwave heating of asphalt paving materials: Principles, current status and next steps. **Construction and Building Materials**, [S. l.], v. 278, p. 124993, 5 abr. 2021. DOI <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121993>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0950061820339970>. Acesso em: 7 mar. 2022.

HAN, Qiaoning; WANG, Jing; GOODMAN, Bernard A.; XIE, Junkang; LIU, Zuguang. High adsorption of methylene blue by activated carbon prepared from phosphoric acid treated eucalyptus residue. **Powder Technology**, [S. l.], v. 366, p. 239-248, 15 maio 2020. DOI <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.02.013>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0032591020301133>. Acesso em: 2 mar. 2022.

HE, Song; CHEN, Guanyu; XIAO, Huan; SHI, Guibin; RUAN, Chichi; MA, Yuansheng; A, Yǐ, Huaming Dai; YUAN, Bihe; CHEN, Xianfeng; YANG, Xiaobing. Easy preparation of N-doped activated carbon produced from rice husk for CO<sub>2</sub> capture. **Journal of Colloid and Interface Science**, [S. l.], p. 90-101, 2 fev. 2021. DOI [10.1016/j.jcis.2020.08.021](https://doi.org/10.1016/j.jcis.2020.08.021). Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/32814226/>. Acesso em: 2 fev. 2022.

HOMAGAI, Puspa Lal; POUDEL, Rachana; POUDEL, Sujan; BHATTARAI, Ajaya. Adsorption and removal of crystal violet dye from aqueous solution by modified rice husk. **Heliyon**, [S. l.], p. 1-9, 5 abr. 2022. DOI <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2022.e09261>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2405844022005497>. Acesso em: 4 abr. 2022.

HUANG, Yu-Fong; CHENG, Pei-Hsin; CHIUEH, Pei-Te; LO, Shang-Lien. Microwave torrefaction of leucaena to produce biochar with high fuel ratio and energy return on investment. **Energy Procedia**, [S. l.], v. 105, p. 35-40, 5 maio 2017. DOI <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.03.276>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1876610217303107>. Acesso em: 2 fev. 2022.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA – IBGE. **Pesquisa Agrícola Municipal (PAM)**. Disponível em: <<http://www.sidra.ibge.gov.br>>. Acesso em: janeiro, 2021.

JESUS, Fernando. **Hidrogênio será o combustível do futuro energético limpo e seguro**. [S. l.], 26 jul. 2015. Disponível em: <https://www.portal-energia.com/hidrogenio-combustivel-futuro-energetico-limpo-seguro-147460/>. Acesso em: 9 fev. 2022.

JÚNIOR, Hudson Carlos Maia Santos. **Secagem de alimentos por micro-ondas: Desenvolvimento de um protótipo a vácuo, análise do processo e aplicação sobre diferentes tipos de alimentos**. Orientador: Prof. Dr<sup>a</sup>. Silmara Almeida de Carvalho. 2021. 95 p. Tese (Graduação em Engenharia de Alimentos) - Doutorando, Itapetinga, 2021.

KAMBLE, Alka D.; SAXENA, Vinod Kumar; CHAVAN, Prakash Dhondiram; MENDHE, Vinod Atmaram. Co-gasification of coal and biomass an emerging clean energy technology: Status and prospects of development in Indian context. **International Journal of Mining Science and Technology**, [S. l.], v. 29, p. 171-186, 2 mar. 2019. DOI <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2018.03.011>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2095268617306791>. Acesso em: 2 fev. 2022.

KULKAMP, Jean Carlos; OLIVIER, Vitor. **Estudo do potencial energético da casca de arroz como biomassa para geração de energia elétrica na região Amarel de Santa Catarina**. 2020. 63 p. Monografia (Graduação em) - Graduação, [S. l.], 2020.

LAM, Su Shiung; MAHARI, Wan AdibahWan; JUSOH, Ahmad; CHONG, Cheng Tung; LEE, Chern Leing; CHASE, Howard A. Pyrolysis using microwave absorbents as reaction bed: An improved approach to transform used frying oil into biofuel product with desirable properties. **Journal of Cleaner Production**, [S. l.], v. 147, p. 263-272, 16 mar. 2017. DOI <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.01.085>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0959652617300999>. Acesso em: 8 abr. 2022.

LAN, Kui; QIN, Zehua; LI, Zeshan; HU, Rui; XU, Xianzhou; HE, Weitao; LI, Jianfen. Syngas production by catalytic pyrolysis of rice straw over modified Ni-based

catalyst. **Bio Resources**, [S. l.], v. 15, n. 2, p. 2293-2309, 8 jun. 2020. DOI <https://doi.org/10.15376/biores.15.2.2293-2309>. Disponível em: <https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resources/syngas-production-by-catalytic-pyrolysis-of-rice-straw-over-modified-ni-based-catalyst/>. Acesso em: 3 mar. 2022.

LO, Shang-Lien; HUANG, Yu-Fong; CHIUEH, Pei-Te; KUAN, Wen-Hui. Microwave pyrolysis of lignocellulosic biomass. **Energy Procedia**, [S. l.], p. 41-46, 5 maio 2017. DOI <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.03.277>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1876610217303119>. Acesso em: 1 fev. 2022.

LUCHT, Emili Emilha. **Produção e otimização de compósito adsorvente para remoção de corante com alginato de sódio e carvão ativado de casca de arroz**. 2019. 124 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Meio ambiente) - Mestrado, [S. l.], 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/66064/R%20-%20D%20-%20EMILI%20EMILHA%20LUCHT.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 4 mar. 2022.

MARRAKCHI, F.; AUTA, M.; KHANDAY, W.A.; HAMEED, B.H. High-surfacearea and nitrogen-rich mesoporous carbon material from fishery waste for effective adsorption of methylene blue. **Powder Technology** 321, pp. 428-434, 2017.

MENDONÇA, Thais Aline Prado. **Utilização de micro-ondas para preparação de materiais carbonosos a partir de diferentes resíduos**. 2020. 90 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciências) - Mestrado, [S. l.], 2020. Disponível em: <https://repositorio.unifesp.br/bitstream/handle/11600/58715/Disserta%c3%a7%c3%a3o%20-%20Thais%20Aline%20Prado%20Mendon%c3%a7a%20final%2c%20entregue.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 9 mar. 2022.

NARVEKAR, Apurva A.; FERNANDES, J.B.; NAIK, S.P.; TILVE, S.G. Development of glycerol based carbon having enhanced surface area and capacitance obtained by KOH induced thermochemical activation. **Materials Chemistry and Physics**, [S. l.], v. 261, p. 124238, 1 mar. 2021. DOI <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124238>. Disponível em: [https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0254058421000213?dgcid=rs\\_sd\\_all](https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0254058421000213?dgcid=rs_sd_all). Acesso em: 2 abr. 2022.

NASCIMENTO, Ronaldo Ferreira do; LIMA, Ari Clecius Alves de; VIDAL, Carla Bastos; MELO, Diego de Quadros; RAULINO, Giselle Santiago Cabral. **Adsorção: Aspectos teóricos e aplicações ambientais**. 2. ed. Fortaleza: Imprensa Universitária, 2020. 309 p. ISBN 978-65-990722-7-7. Disponível em: [https://www.researchgate.net/profile/Carla-Vidal-7/publication/343583922\\_Adsorcao\\_Aspectos\\_Teoricos\\_e\\_Aplicacoes\\_Ambientais\\_2ed/links/5f32a8fda6fdcccc43c03d65/Adsorcao-Aspectos-Teoricos-e-Aplicacoes-Ambientais-2ed.pdf](https://www.researchgate.net/profile/Carla-Vidal-7/publication/343583922_Adsorcao_Aspectos_Teoricos_e_Aplicacoes_Ambientais_2ed/links/5f32a8fda6fdcccc43c03d65/Adsorcao-Aspectos-Teoricos-e-Aplicacoes-Ambientais-2ed.pdf). Acesso em: 2 mar. 2022.

NEGRÃO, Rafaelle da Silva. **Qualidade do carvão vegetal de resíduos de serraria e exploração florestal no município de Anapú/PA**. Orientador: Denes de Souza Barros. 2017. 36 p. TCC (Graduação em Engenharia Florestal) - Graduação, [S. l.],

2017. Disponível em:

<http://bdta.ufra.edu.br/jspui/bitstream/123456789/1494/1/Qualidade%20do%20carv%C3%A3o%20vegetal%20de%20res%C3%ADduos%20de%20serraria%20e%20explora%C3%A7%C3%A3o%20florestal%20no%20munic%C3%ADpio%20de%20Anap%C3%BA%20-%20PA..pdf>. Acesso em: 15 mar. 2022.

NEVES, Ubaldo Martins; SILVA, Niléia Cristina da; REIS, Amanda da Silva.

**Produção de carvão ativado a partir de casca de arroz.** DESAFIOS: Revista Interdisciplinar da Universidade Federal do Tocantins – V. 2, No Especial, p. 89-103, 2015.

NITZKE, Julio Alberto; BIEDRZYCKI, Aline. Terra de Arooz. *In: O Grão*. Rio Grande do Sul, 10 maio 2018. Disponível em:

[https://www.ufrgs.br/alimentus1/terradearroz/grao/gr\\_casca.htm#:~:text=A%20casca%20representa%20o%20maior,em%20m%C3%A9dia%2C%20a%2022%25.&text=Como%20sua%20densidade%20%C3%A9%20baixa,que%20reduzem%20consideravelmente%20seu%20volume](https://www.ufrgs.br/alimentus1/terradearroz/grao/gr_casca.htm#:~:text=A%20casca%20representa%20o%20maior,em%20m%C3%A9dia%2C%20a%2022%25.&text=Como%20sua%20densidade%20%C3%A9%20baixa,que%20reduzem%20consideravelmente%20seu%20volume). Acesso em: 10 jan. 2021.

OLIVEIRA, Marcelo Antonio de; YOSHIDA, Maria Irene; GOMES, Elionai Cassiana de Lima. Análise térmica aplicada a fármacos e formulações farmacêuticas na indústria farmacêutica. **Química Nova**, [S. l.], v. 34, p. 1224-1230, 7 maio 2011.

Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/dfssC6vHxXWHcmKMgyKNCK/?lang=pt>. Acesso em: 2 maio 2022.

ORN-AM, Thanapat; PRANEERAD, Janjira; ATTAJAK, Rodsathon; SIRISIT, Natee; MANYAM, Jedsada; PAOPRASERT, Peerasak. Quasi-solid, bio-renewable supercapacitor with high specific capacitance and energy density based on rice electrolytes and rice straw-derived carbon dots as novel electrolyte additives. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [S. l.], v. 628, p. 01-13, 8 nov. 2021. DOI

<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.127239>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0927775721011080>. Acesso em: 2 fev. 2022.

PEDROSO, Ródner Bianchin. **Caracterização de produtos da industrialização de arroz para uso em nutrição de ruminantes**. 2019. 52 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado Profissional em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Mestrado, [S. l.], 2019.

PEREIRA, Thereza Mylene de Moura. **Caracterização térmica (TG/DTG, DTA, SDC, DSC-fotovisual) de hormônios biodênticos (estriol e estradiol)**. 2013. 104 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Ciência Farmacêuticas) - Mestrado, [S. l.], 2013.

PIQUET, Ana Beatriz Malheiros; MARTELLI, Marlice Cruz. Bioadsorventes produzidos a partir de resíduos orgânicos para remoção de corantes: uma revisão. **Research, Society and Development**, [S. l.], p. 01-22, 21 fev. 2022.

Disponível em: <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v11i3.26506>. Acesso em: 22 abr. 2022.

PRAUCHNER, Marcos J.; SAPAG, Karim; RODRÍGUEZ-REINOSO, Francisco. 127 **Tailoring biomass-based activated carbon for CH<sub>4</sub> storage by combining**

**chemical activation with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> or ZnCl<sub>2</sub> and physical activation with CO<sub>2</sub>.** Carbon, v. 110, p. 138–147, 2016.

PRAUCHNER, Marcos J.; SAPAG, Karim; RODRÍGUEZ-REINOSO, Francisco. Tailoring biomass-based activated carbon for CH<sub>4</sub> storage by combining chemical activation with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> or ZnCl<sub>2</sub> and physical activation with CO<sub>2</sub>. Carbon, v. 110, p. 138–147, 2016.

QUEIROZ, Alfredo; KUROSAWA, Rodrigo; BARRETO, Rodrigo. **Difração de Raios-X.** [S. l.], 4 ago. 2015. Disponível em: [https://www3.ifsc.usp.br/~lavfis/images/BDApostilas/ApRaios-X/Manual\\_RX\\_v2.pdf](https://www3.ifsc.usp.br/~lavfis/images/BDApostilas/ApRaios-X/Manual_RX_v2.pdf). Acesso em: 5 mar. 2022.

RADOIU, Marilena. Microwave drying process scale-up. **Chemical Engineering & Processing: Process Intensification**, [S. l.], v. 155, p. 108088, 8 set. 2020. DOI <https://doi.org/10.1016/j.cep.2020.108088>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S025527012030550X>. Acesso em: 8 mar. 2022.

RAHMAN, M.; PUDASAINEE, D.; RAJENDERGUPTA, R. Review on chemical upgrading of coal: Production processes, potential applications and recent developments. **Fuel Processing Technology**. v.158, p.35–56, 2017.

REIS, Amanda da Silva; SILVA, Niléia Cristina da; NEVES, Ubaldo Martins. Produção de carvão ativado a partir da casca de arroz. **Revista Interdisciplinar da Universidade Federal do Tocantins**, Tocantins, v. 2, p. 89-103, 12 maio 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.20873/uft.2359-3652.2015v2nespp89>. Acesso em: 4 ago. 2021.

RICARDINO, Isadora Ellen Feitoza; SOUZA, Maria Nathalya Costa; NETO, Irineu Ferreira da Silva. Vantagens e possibilidades do reaproveitamento de resíduos agroindustriais. **Alimentos: Ciência, Tecnologia e Meio Ambiente**, [S. l.], v. 01, n. 08, p. 55-79, 19 mar. 2022. Disponível em: <https://revistascientificas.ifrj.edu.br/revista/index.php/alimentos/article/viewFile/1651/977>. Acesso em: 29 maio 2022.

RODRIGUES, Camila Ribeiro. **Degradação térmica da casca de arroz e utilização do carvão obtido no processo para polimento de águas cinzas.** Orientador: Marcelo Mendes Pedroza. 2019. 97 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia Ambiental) - Mestrado, Palmas, 2019.

RODRIGUES, Patrícia V. **Aplicação de Palygorskita na adsorção de glifosato em efluente aquoso.** 2018, 75f. Monografia (Graduação em Química com Atribuições Tecnológicas,) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, 2018. Disponível em: <https://pantheon.ufrj.br/handle/11422/5653>. Acesso em 05 jan. 2022

RODRIGUEZ-REINOSO, F.; SILVESTRE-ALBERO, J. **Activated Carbon and Adsorption.** Reference Module in Materials Science, n. April 2015, p. 50, 2016.

ROSA, Isael Aparecido; RODRIGUES, Marina Costa de Mello; FÁTIMA, Sabrina Paulo de. Remoção de azul de metileno em biocarvões de casca de arroz e de bagaço de cana-de-açúcar. **Periódico Eletrônico do Programa de Mestrado**

**Profissional em Sustentabilidade em Recursos Hídricos**, Rio Verde, v. 03, ed. 01, p. 01-11, 17 mar. 2019. DOI <http://dx.doi.org/10.5892/st.v3i1.5742>. Disponível em: <http://periodicos.unincor.br/index.php/sustentare/article/view/5742>. Acesso em: 4 mar. 2022.

SAKHIYA, Anil Kumar Sakhiya; BAGHEL, Paramjeet; ANAND, Abhijeet; VIJAY, Virendra Kumar. A comparative study of physical and chemical activation of rice straw derived biochar to enhance Zn<sup>+2</sup> adsorption. **Bioresource Technology Reports**, [S. l.], v. 15, p. 01-10, 6 set. 2021. DOI <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2021.100774>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2589014X21001523>. Acesso em: 4 fev. 2022.

SALGADO, M. F; ABIOYE, A. M; JUNOH, M. M; SANTOS, J. A. P; ANI; F. N. Preparation of activated carbon from babassu endocarp punder microwave radiation by physical activation. **Iop Conference Series: Earth and Environmental Science**, [s.l.], v. 105, p.1-13, jan. 2018. IOP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1088/1755-1315/105/1/012116>.

SALGADO, Maria de Fatima; TRINDADE, Nadson de Jesus da Silva; SILVA, Jailson dos Santos; VIANA, Vicente Galber; ABIOYE, Adekunle Moshood; ANI, Farid Nasir. Activated Carbon from Brazilian Babassu Nutshell us-ing Physical Route and Microwave Radiation. **International Seminar of Science and Applied Technology (ISSAT 2020)**, [S. l.], ano 2020, p. 7, 22 dez. 2020.

SALGADO, Maria de Fatima; TRINDADE, Nadson de Jesus da Silva; SILVA, Jailson dos Santos; VIANA, Vicente Galber; ABIOYE, Adekunle Moshood; ANI, Farid Nasir. Activated Carbon from Brazilian Babassu Nutshell using Physical Route and Microwave Radiation. **Proceedings of the International Seminar of Science and Applied Technology (ISSAT 2020)**, [S. l.], p. 59-65, 22 dez. 2020. DOI <https://doi.org/10.2991/aer.k.201221.012>. Disponível em: <https://www.atlantispress.com/proceedings/issat-20/125949753>. Acesso em: 5 dez. 2021.

SANTOS, Tayanara Menezes; JESUS, Felipe Abreude; SILVA, Gabriel Franciscoda; PONTES, Luiz Antônio Magalhães. Synthesis of activated carbon from oleifera moringa for removal of oils and greases from the produced water. **Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management**, [S. l.], v. 14, p. 100357, 1 dez. 2020. DOI <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2020.100357>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2215153220303391>. Acesso em: 2 mar. 2022.

SCHNEIDER, Lara Talita. **Casca de arroz como agente adsorvente no tratamento de óleo residual**. 2017. 96 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia de Energia na Agricultura) - Mestrado, [S. l.], 2017.

SENA, Daynara Almeida Lima de; TAVARES, Lucas da Silva; VICENZI, Marcelo Augusto; FERREIRA, Thaís Christine Amoedo. **Produção de carvão ativado e silicato de sódio alcalino a partir de casca de arroz**. 2022. 242 p. TCC (Graduação) - Graduação em Engenharia Química, [S. l.], 2022. Disponível em: [https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/23790/Sena\\_Daynara\\_Tavares\\_Lucas\\_](https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/23790/Sena_Daynara_Tavares_Lucas_)

Vicenzi\_Marcelo\_Ferreira\_Thais\_2022\_TCC.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 1 maio 2022.

SILVA, Amanda Cristina Gonçalves. **O aproveitamento energético do carvão vegetal no contexto das mudanças climáticas: Uma abordagem do setor siderúrgico do Estado de Minas Gerais**. 2022. 67 p. TCC (Graduação em Engenharia de Produção) - Graduação, [S. l.], 2022. Disponível em: [https://monografias.ufop.br/bitstream/35400000/3948/3/MONOGRAFIA\\_AproveitamentoEnerg%C3%A9ticoCarv%C3%A3o%20.pdf](https://monografias.ufop.br/bitstream/35400000/3948/3/MONOGRAFIA_AproveitamentoEnerg%C3%A9ticoCarv%C3%A3o%20.pdf). Acesso em: 25 maio 2022.

SILVA, Jailson dos Santos. **Efeito das condições de pirólise no preparo do carvão vegetal de coco babaçu utilizando-se radiação de micro-ondas**. Orientador: Profª. Drª. Maria de Fátima Salgado. 2019. 74 p. TCC (Graduação em Licenciatura em Física) - Graduação, Caxias, 2019.

SILVA, Jailson dos Santos; BARROS, Roberlândia da Silva; CRUZ, Lucenir de Oliveira; CRUZ, Lélia de Oliveira; ANI, Farid Nasir; SALGADO, Maria de Fátima. Produção de carvão ativado da casca do babaçu e sua eficiência no tratamento de água para o consumo humano. *In*: OLIVEIRA, Robson José de (org.). **Engenharia florestal: Desafios, limites e potencialidade**. 01. ed. [S. l.]: Editora Científica, 2020. cap. 52, p. 553/584. ISBN 978-65-87196-34-3. Disponível em: <https://downloads.editoracientifica.org/articles/200700715.pdf>. Acesso em: 1 dez. 2021.

SILVA, Jailson Santos; SILVA, Nadson Trindade de Jesus; VIANA, Vicente Galber; ABIOYE, Adekunle Moshood; ANI, Farid Nasir; SALGADO, Maria de Fatima. Efeito das condições de pirólise no preparo do carvão vegetal de coco babaçu utilizando-se radiação de micro-ondas. *In*: **OPEN SCIENCE RESEARCH III**. III. ed. [S. l.: s. n.], 2022. v. III, cap. 195, p. 2615 - 2638. Disponível em: <https://www.editoracientifica.org/articles/code/220308447>. Acesso em: 5 maio 2022.

SOUSA, Jade Vieira de. **Industrialização e gestão de resíduos de arroz no Brasil**. Orientador: Vivian Consuelo Reolon Schmidt. 2019. 32 p. TCC (Graduação em Engenharia de Alimentos) - Graduação, Patos de Minas, 2019.

SOUSA, Jade Vieira. **Industrialização e gestão de resíduos de arroz no Brasil**. 2019. 32 p. TCC (Graduação em Engenharia de Alimentos) - Graduação, [S. l.], 2019.

SOUZA, Cíntia Máximo de; BERETTA, Adriana Sgarioni; BORGES, Daiane Pacheco; POSSAMAI, Gabriela; BÓ, Marcelo Dal. Estudo da cinética de adsorção do azul de metileno usando diferentes tipos de resíduos como adsorventes. **7º Simpósio de Integração Científica e Tecnológica do Sul Catarinense (SICT-Sul)**, ARARANGUÁ, p. 402-407, 2018. Disponível em: <http://criciuma.ifsc.edu.br/anais-sict-sul/edicoes-anteriores-2/anais-sict-sul-2018/>. Acesso em: 4 mar. 2022.

TARNAPOLSKY, Fabio. Pesquisadores japoneses surpreendem ao criar LEDs de pontos quânticos usando cascas de arroz. *In*: **Pesquisadores japoneses surpreendem ao criar LEDs de pontos quânticos usando cascas de arroz**. [S. l.], 15 abr. 2022. Disponível em: <https://mundoconectado.com.br/noticias/v/24644/pesquisadores-japoneses->



surpreendem-ao-criar-leds-de-pontos-quanticos-usando-cascas-de-arroz#:~:text=Os%20japoneses%20conseguem!,Saitow%2C%20da%20Universidad e%20de%20Hiroshima. Acesso em: 19 maio 2022.

TEIXEIRA, Josué da Luz. **Obtenção e caracterização de carvão ativado a partir da casca de coco verde**. Orientador: Annelise Kopp Alves. 2020. 88 p. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia) - Mestrado, Porto Alegre, 2020.

TERADA, Shiho; UEDA, Honoka; ONO, Taisei; SAITOW, Ken-ichi. Orange-Red Si Quantum Dot LEDs from Recycled Rice Husks. **Sustainable Chemistry & Engineering**, [S. l.], v. 10, n. 5, p. 1765-1776, 28 jan. 2022. DOI <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.1c04985>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acssuschemeng.1c04985>. Acesso em: 10 maio 2022.

TRINDADE, Nadson de Jesus da Silva. **Produzir e caracterizar carvão ativado em processamento termodinâmico da biomassa do coco babaçu via radiação micro-ondas**. Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria de Fátima Salgado. 2020. 54 p. TCC (Graduação em Licenciatura em Física) - Graduação, Caxias, 2020.

TSAI, M. H.; BERKUTE, A. K.; TSAI, YuWei; LIN, KunYi; YU, KuoPin. Removal of benzophenone aerosols by a rice straw-based activated carbon filter combined with a negative air ionizer. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, Taiwan, ano 2021, v. 9, p. 1-9, 29 jan. 2021. DOI <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105141>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2213343721001196?via%3Dihub>. Acesso em: 5 mar. 2022.

VAHDATI-KHAJEH, Saleh; ZIRAK, Maryam; TEJRAG, Roghaye Zooghi; FATHI, Asra; LAMEI, Kamran; EFTEKHARI-SIS, Bagher. Biocompatible magnetic N-rich activated carbon from egg white biomass and sucrose: Preparation, characterization and investigation of dye adsorption capacity from aqueous solution. **Surfaces and Interfaces**, [S. l.], v. 15, p. 157-165, 9 jun. 2019. DOI <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2019.03.003>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S2468023018304735>. Acesso em: 8 fev. 2022.

VIEIRA, Maria Eduarda Martins; SILVA, Mariana Leite Simões e; OLIVEIRA, Luiz Fernando Cappa de; PERRONE, Ítalo Tuler; STEPHANI, Rodrigo. Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) acoplada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV): fundamentos e aplicações em produtos lácteos. **Research, Society and Development**, [S. l.], v. 10, p. 01-13, 10 ago. 2021. DOI <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i10.18622>. Disponível em: <https://rsdjournal.org/index.php/rsd/article/view/18622>. Acesso em: 5 maio 2022.

WANDER, A. E.; SILVA, O. F. da. **Rentabilidade da produção de arroz no Brasil**. In: SUSTENTABILIDADE e sustentação da produção de alimentos: o desafio da rentabilidade na produção. Brasília: Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 2019. v. 2, cap. 05, p. 117-133. Disponível em: <http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/124650/1/Alcido-cap-5.pdf>. Acesso em: 10 jan. 2021.

XIAO, Wei; GARBA, Zaharaddeen N.; SUN, Shichang; LAWAN, Ibrahim; WANG, Liwei; LIN, Ming; YUAN, Zhanhui. Preparation and evaluation of an effective activated carbon from white sugar for the adsorption of rhodamine B dye. **Journal of Cleaner Production**, [S. l.], v. 253, p. 119989, 20 maio 2020. DOI <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.119989>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0959652620300366>. Acesso em: 2 abr. 2022.

YAHYA, Mohd Adib; AL-QODAH, Z.; NGAH, C. W. Zanariah. Agricultural bio-waste materials as potential sustainable precursors used for activated carbon production: A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, [S. l.], p. 218-235, 5 jun. 2015. DOI <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.02.051>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032115001392>. Acesso em: 2 fev. 2022.

YU, Ying; YU, Junqing; SUN, Bing; YAN, Zhiyu. Influence of catalyst types on the microwave-induced pyrolysis of sewage sludge. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, [S. l.], v. 106, p. 89-91, 9 abr. 2014. DOI <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2014.01.003>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0165237014000059>. Acesso em: 2 fev. 2022.

ZHOU, Guoshun; HUANG, Qunxing; YU, Ben; TONG, Hui; CHI, Yong; YAN, Jianhua. Effect of industrial microwave irradiation on the physicochemical properties and pyrolysis characteristics of lignite. **Chinese Journal of Chemical Engineering**, [S. l.], v. 26, n. 05, p. 1171-1178, 5 maio 2018. DOI <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2017.11.002>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1004954117304792#:~:text=Conclusions,and%20pyrolysis%20characteristics%20of%20lignite>. Acesso em: 22 mar. 2022.

APÊNDICE

## APÊNDICE A: Modificação do Forno Micro-ondas

Para fazer os carvões, foi necessário modificar um forno de micro-ondas, que pode ser de qualquer modelo ou marca. No entanto, foi adquirido o equipamento de esmalte cerâmico da marca Samsung analógico ME711K / XTC, com capacidade de 20 litros, potência máxima de 800 watts, peso líquido de 10,5 kg, peso total de 12 kg e fonte de alimentação de 220 V / 60 Hz. Na Figura 01 é mostrado o forno micro-ondas.

**Figura 01:** Forno micro-ondas doméstico utilizado na pesquisa.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A modificação do forno micro-ondas foi um processo demorado, havendo um técnico para realizações dos cortes na parte superior com circunferência de raio de 8 cm e inferior de raio de 3 cm. Já a tampa branca realizou-se uma abertura quadrada de 12 cm cada lado. Essa mesma pessoa ajudou na conexão elétrica do forno e controlador. Foi feito um suporte para colocar o forno e feito uma abertura circular de diâmetro 6 cm, facilitando a instalação do reator e a mangueira para entrada de gás. Nas Figuras 02 A, B e C mostram os cortes circulares nas áreas informadas do forno em um lugar estratégico para ser colocar o equipamento de vidro e suporte adaptado.

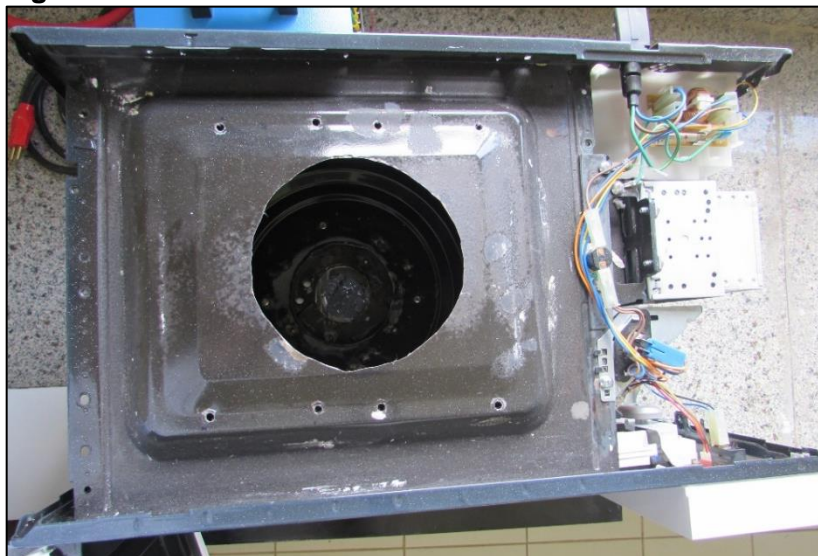
**Figura 02:** Em A, B e C Modificação do forno micro-ondas, cortes realizados e suporte.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2020.

Foram realizados oito furos de uma ajuda a furadeira na carcaça superior do forno micro-onda, com finalidade de parafusar as chapas de Chumbo como mostrado no Figura 03. no forno modificado.

**Figura 03:** Furos realizados no forno micro-ondas modificados.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2020.

## APÊNDICE B: Equipamentos para produção dos carvões

Vários equipamentos foram necessários para ligar o forno micro-ondas e atingir as temperaturas desejadas para produzir os carvões. Como: reator de vidro com tampas inferior e superior, lugar onde é colocado a biomassa e na parte de baixo tem uma malha de aço. As tampas do reator por baixo existe uma tubulação para conectar a mangueira dos gases. Já a superior têm três saídas, sendo duas para retirada dos gases tóxicos (fumaça) e a do centro para colocar o equipamento de detecção de temperatura. Na Figura 04 é visto o reator por completo.

**Figura 04:** Reator de vidro com tampas inferior com um saída e superior com três saídas.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

A cobertura inferior do reator tem a finalidade de entrada dos gases, deixando o ambiente com atmosfera controlada. A mangueira do sistema de gases junto ao cano de alumínio, facilita a união. Ambos foi colocado uma tampa de rolha usada para selar garrafas de vinho. Na Figura 05 A e B mostram-se os equipamentos relatados juntos.

**Figura 05:** Tampa do reator inferior conectado com sistema de gases em A e B



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Na tampa de vidro superior do reator encontra-se três canais de saída, às duas que ficam nas laterais como já falado anteriormente para evasão da fumaça, mas uma delas esta conectada a mangueira da capela do exaustão de gases Lucadema, que é constituída em fibra de vidro laminado com reforços, formato aerodinâmico de exaustão com porta em acrílico, de fácil visualização do interior, resistente a solventes com deslçamento vertical tipo guilhotina e sistema de peso e contrapeso para ajuste em qualquer posição. Existindo um painel com interruptores para exaustão e iluminação com lâmpada piloto. Exaustor laminado em fibra de vidro com turbina em material resistente aos gases corrosivos e tubo de saída com diâmetro de 100 mm. Pode ser direcionado para qualquer lado no sentido horizontal. Na Figura 06 é visualizado descrito.

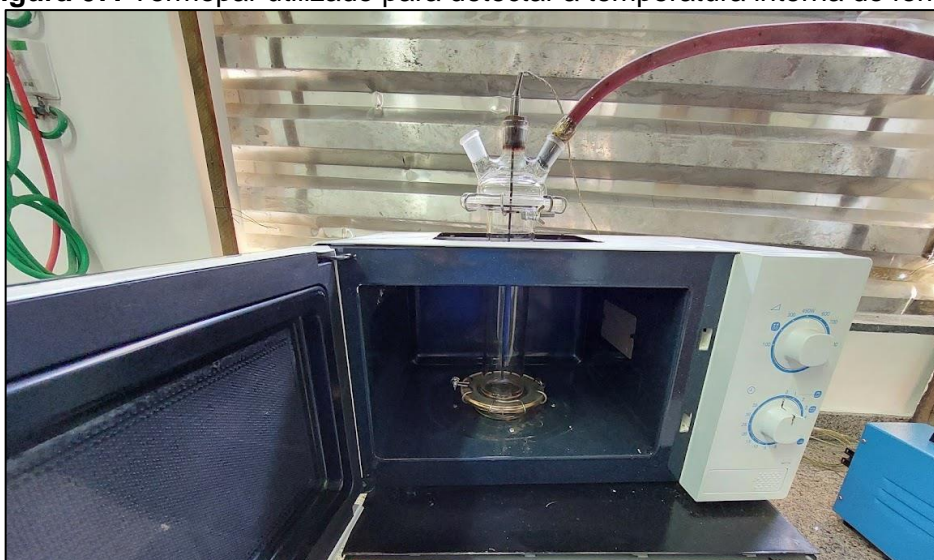
**Figura 06:** Tampa superior do reator junto com a capela de exastor.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Por fim, a tampa superior onde tem a saída de escape do meio (centro) é colocado o termopar (ou par termoeletricos que registra até 1200°C) é um sensor de temperatura simples, robusto e baixo custo, apresenta sensores mais adequados para a medição de temperatura desde algumas dezenas negativas até milhares de graus Celsius. Constituído por dois metais distintos, unidos na suas extremidades e conectados a um termômetro termopar, formam um circuito fechado que gera uma força eletromotriz quando as duas junções são mantidas a temperaturas diferentes. O equipamento é mostrado na Figura 07.

**Figura 07:** Termopar utilizado para detectar a temperatura interna do forno.

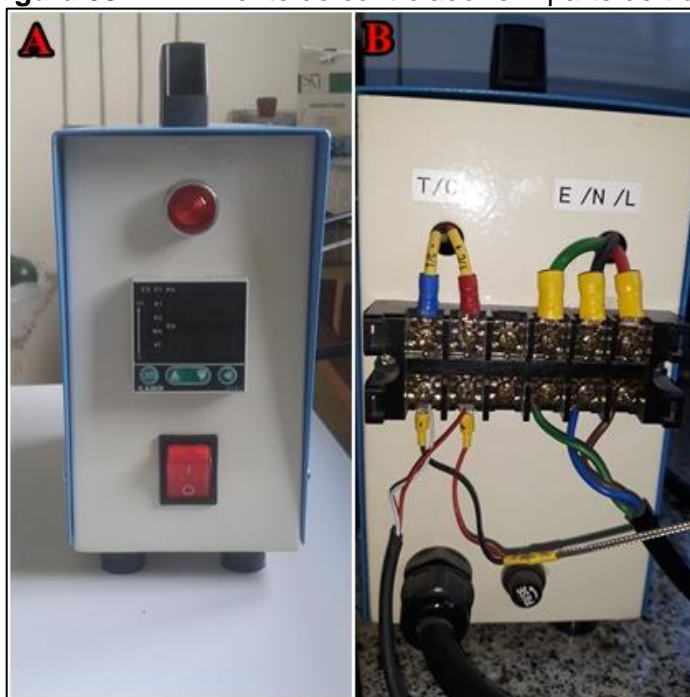


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Outro item importante foi o controlador, encarregado de comandar o forno micro-ondas em ligar, programar as rampas de temperaturas, tempo e entre outras configurações. Nesse aparelho existem duas rampas de aquecimento, sendo a primeira configuração: Tempo do forno ligado até atingir a temperatura desejada, também o tempo necessário para essa temperatura permanecer e a segunda rampa o mesmo raciocínio. A seguir na Figura 08 A e B mostra o equipamento de uso da pesquisa.



**Figura 08:** Em A frente do controlador e B parte de trás.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

O controlador ligado e conectado ao termopar, pode mostrar a temperatura do ambiente no LCD compacto, mas registrar temperatura em todo processo da pirólise da biomassa, utilizou-se o hardware Pico TC-08 USB Termopar Data Logger e um computador com software PicoLog Recorder. Assim facilitando salvar todas as produções dos carvões e na Figura 09 mostra-se os itens já relatados.

**Figura 09:** Teste do funcionamento do controlador, termopar, Data Logger e PicoLog.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

## APÊNDICE C: Instalação do sistema de cilindros de gases

Para instalação do sistema de cilindros de gases foi preciso fazer parceria com o Serviço Nacional Aprendizagem Industrial – SENAI. A empresa destinou-se um profissional da área específica e, foi elaborado um projeto de instalação do sistema de gases de título “Instalação de Gases Especiais nas Instalações do Laboratório de Materiais da UEMA (Caxias-Ma)” de Maio de 2017.

Onde encontra-se no documento o objetivo e campo de aplicação: as instalações de gases Argônio, Gás Carbônico, Ar Sintético e Nitrogênio serão realizadas pelas tubulações de aço inoxidável para ser utilizados nos fornos. O projeto, a instalação e a manutenção das instalações externas em objeto são de exclusiva competência de profissionais qualificados.

Na etapa seguinte da implantação do sistema de gases, foi preciso fazer uma Anotação de Responsabilidade Técnica – ART do Conselho Regional de Engenharia e Agronomia do Maranhão Lei nº 6.496, de 7 de dezembro de 1977. O responsável técnico foi um engenheiro Mecânico. Na Figura 10 é mostrado área interna do LabMat.

**Figura 10:** Realizada a instalação interno do sistema de tubulação do LabMat.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Na área externa, encontra-se os cilindros de gases, para seu manuseio é preciso o uso de Equipamentos de Proteção Individual – EPI e uma orientação técnica para desenvolver as atividades com segurança. Na Figura 11 é apresentado os quatro cilindros.

**Figura 11:** Instalação dos cilindros na área externa.

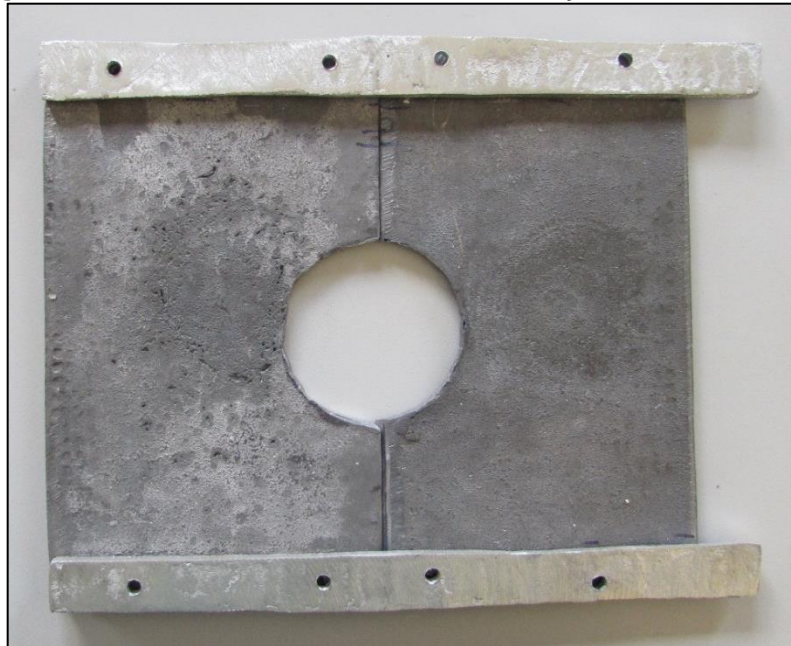


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

## APÊNDICE D: Proteção Radiológica na pesquisa

No ato da modificação do forno, é inevitável o vazamento das radiações micro-ondas trazendo sequelas aos seres vivos. Como medida de segurança foram feitas placas de chumbo com duas artes de alumínio com furos estratégicos, como visualizado no na Figura 12.

**Figura 12:** Placas de chumbo minizar a radiação de micro-ondas.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Antes de liga o forno micro-ondas é preciso parafusar na área superior as placas de chumbo com as artes, minimizando o vazamento das ondas. Na Figura 13 tal procedimento de segurança quando todas as vezes que utilizar o aparelho doméstico. Nesta mesma figura do lado direito a manta térmica (Manta de fibra cerâmica) para proteger o sistema elétrico que suporta a temperatura de 1100°C (2012°F). Lã cerâmica resistente, leve e flexível, cujas fibras são multidirecionadas e entrelaçadas, em um processo contínuo de agulhamento.

**Figura 13:** Placas de chumbo fixa no forno micro-ondas.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Mesmo sendo inserido as placas de chumbo, houve a necessidade de revestir um isopor (Poliestireno) em papel alumínio para ser refletido as ondas eletromagnéticas e quando colocado em cima do forno micro-ondas, pois será preciso colocar dois tijolos em lugares estratégicos, visualizado na Figura 14.

**Figura 14:** Papel alumínio revestido em um isopor.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Para saber o nível de radiação foi usado o medidor de radiação Digital LCD portátil com retro iluminação, fácil para leitura. Sirene de vazamento em zonas perigosas soará "bip" e um LED vermelho. Design portátil, conveniente e rápida para uso. Nunca precisa re-calibração. Alta sensibilidade, dados e exibição de dados

MIN/MAX função hold. excelente confiabilidade e alta precisão. Testando o forno micro-ondas, a radiação oscilava entre  $0,4 \text{ mW/cm}^2$   $1 \text{ mW/cm}^2$  e fora da sala do laboratório indicava a medição zero  $\text{mW/cm}^2$ . O aparelho é mostrado na Figura 15.

**Figura 15:** Aparelho medidor de radiação em forno micro-ondas portátil ( $\text{mW/cm}^2$ ).



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Fazendo todos os procedimentos anteriormente como medida de segurança para evitar sequelas das radiações geradas pelo magnetron. Após ligar o forno micro-ondas de imediato manteve-se distância dos aparelhos funcionando no mínimo 3 metros e em mãos o detector de micro-ondas. Na Figura 16 é colocado em práticas as medidas de segurança.

**Figura 16:** Executando todas as etapas de proteção radiológica.

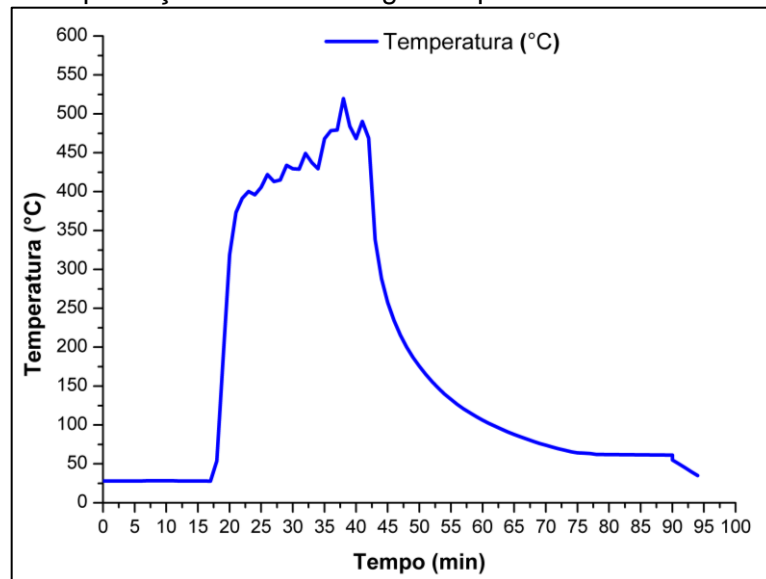


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

## APÊNDICE E: Testes de aperfeiçoamento das produções dos carvões

Na primeira produção de carvão vegetal foi colocado no reator 50,0025 g de casca de arroz e 25,0085 g de carvão ativado industrial. O controlador foi programado na primeira rampa com temperatura máxima de 500°C permanecendo 25 min. Na Figura 17 é mostrado as oscilações de temperatura em função do tempo.

**Figura 17:** Primeira produção de carvão vegetal a partir da biomassa da casca de arroz.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

A massa da casca de arroz ocupou muito espaço reator e o carvão ativado ficando na área inferior, mesmo registrando a temperatura programada com o tempo desejado, a carbonização não foi completa, como mostrado na Figura 18.

**Figura 18:** Atingindo a temperatura desejada, mas não houve pirólise completa.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Após a pirólise da casca de arroz ou quando produzir o carvão ativado, todas às vezes ocorrem limpeza do reator, utilizando palha de aço, artes de madeiras de 20 cm de comprimento e um borrifador com uma solução composta de vinagre e sabão líquido, assim facilitando a retirada de todas as impurezas. Na Figura 19 A é mostrado o reator depois da produção e em B os utensílios para limpeza.

**Figura 19:** Em A o reator após produzido carvão e B utensílios para limpeza.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Já na Figura 20 mostra-se casca de arroz carbonizado parcialmente devido ao grande volume ocupado pela biomassa e devido o carvão ativado estava na região inferior do reator.

**Figura 20:** Resultado da pirólise da biomassa do primeiro teste.



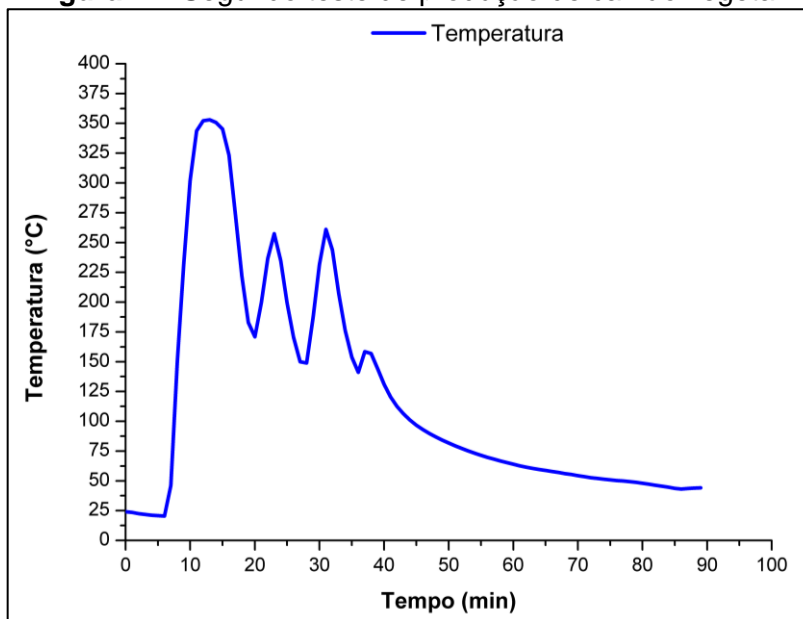
**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

No segundo teste de produção de carvão foi programado a primeira rampa com 600°C, ficando o forno ligado por 40 min. A massa da casca de arroz sendo



10,0190 e não foi colocado carvão ativado industrial. Na Figura 21 mostra a variação de temperatura com o passar do tempo do forno ligado. Percebe-se que a temperatura máxima de 350 °C permanecendo por alguns minutos e teve dois picos de 250°C.

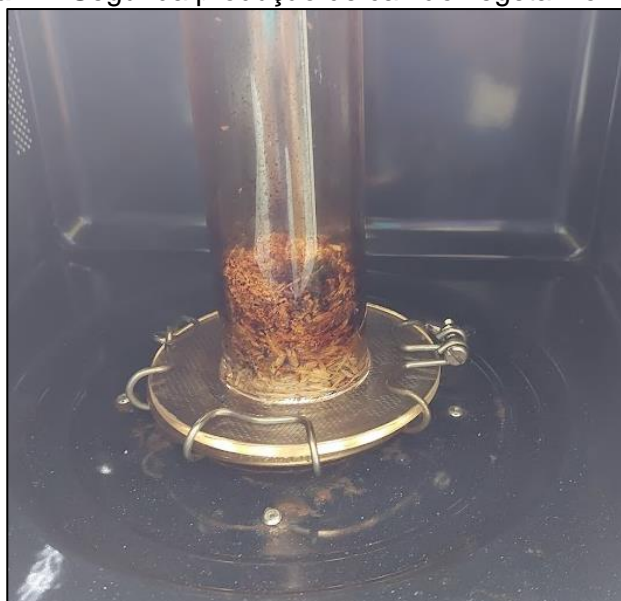
**Figura 21:** Segundo teste de produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Devido a redução da massa da casca de arroz, como mostrado na Figura 22, e ausência do carvão ativado, alcançou a carbonização incompleta. Concentrando boa parte da queima na região superior do amontoado do resíduo sólido.

**Figura 22:** Segunda produção de carvão vegetal no LabMat.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Na Figura 23, é mostrado de perto o resultado do segundo teste de produção, é visualizado como hipótese a necessidade de aumentar o tempo de forno ligado para chegar a pirólise completa.

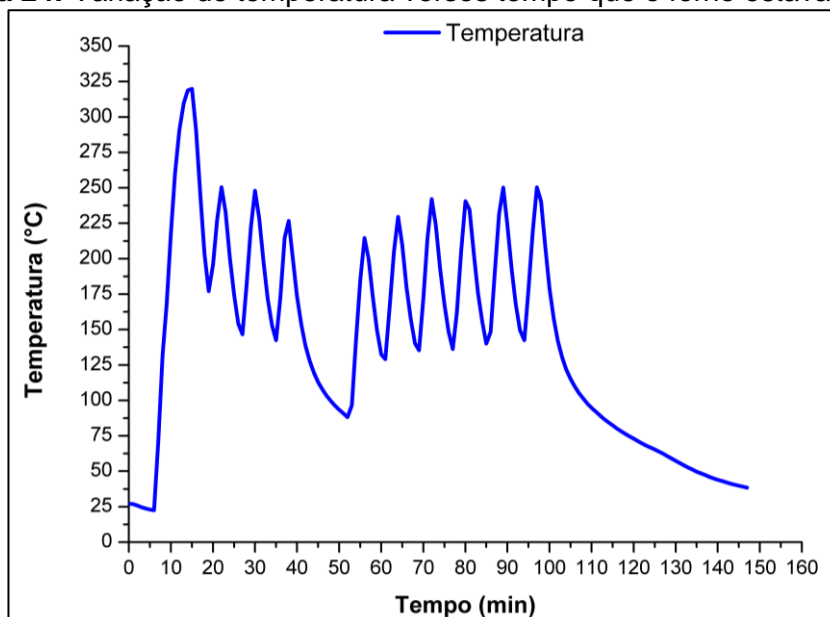
**Figura 23:** Visualização de perto da casca carbonizada.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

No terceiro teste com massa de casca de arroz 10,0022 g e sem carvão ativado e sem alterar as configurações do controlador. O forno micro-ondas ficou ligado por 90 min. Na Figura 24 é mostrado as grandes oscilações de temperatura, havendo a temperatura máxima de 325°C.

**Figura 24:** Variação de temperatura versus tempo que o forno estava ligado.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Com o tempo de 30 min a mais, não ocorreu queima completa, pode-se observar na figura 25 quase os mesmos resultados encontrados na produção anterior.

**Figura 25:** Visualização interna do terceiro teste de produção.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Já na Figura 26, mostra de perto a carbonização que comprando ao anterior, é visto o nível maior de queima. Assim o carvão ativado industrial ajudará permanecer a temperatura constante desejada.

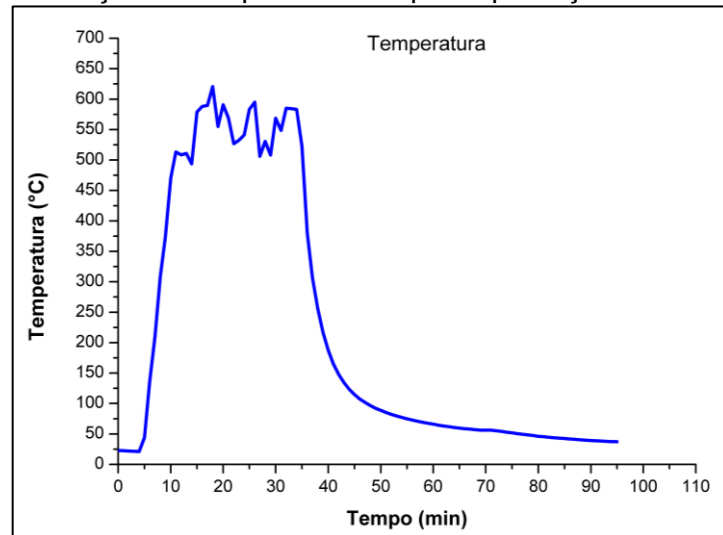
**Figura 26:** Terceiro teste de produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

No quarto teste foi usado 10,0058 g de casca de arroz e 5,0028 g de carvão ativado industrial. Ficando o carvão ativado na região inferior e a casca na superior. O controlador permaneceu com as configurações anterior (rampa 1 com 600°C) e o forno ligado com o tempo de 30 min. Na figura 27 é mostrado poucas oscilações de temperaturas atingidas com função do tempo.

**Figura 27:** Variação de temperatura da quarta produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Depois do forno desligado, foi encontrado significativamente carbonização quase completa. Na Figura 28 é mostrado o primeiro contato com amostra da experimentação.

**Figura 28:** Resultado da quarta experimentação na produção do carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

A seguir, na Figura 29 é visualizado o carvão vegetal produzido junto com o ativado, nota-se que as cascas não queimadas são localizadas nas extremidades superior no reator.

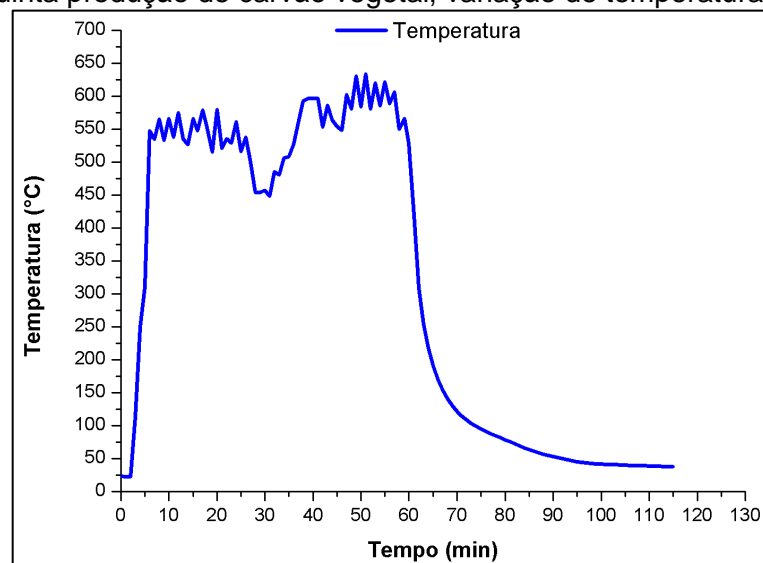
**Figura 29:** Carvão vegetal produzido com algumas falhas.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

No quinto teste foi colocado no reator 10,0027 g de casca de arroz e 5,0009 g de carvão ativado, sem mudar a configuração do controlado (máximo 600°C na primeira rampa) e forno micro-ondas ficou ligado por 60 min. Na Figura 30 é exposto todo o processo de temperatura versos tempo.

**Figura 30:** Quinta produção de carvão vegetal, variação de temperatura versos tempo.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

O nível de carbonização das cascas de arroz sendo maior do que as anteriores, a Figura anterior é vista que é ultrapassado a temperatura de 600°C, mas

como tem uma programação, essas temperaturas altas são de curto tempo. Assim ficando várias variações de temperatura entre 550°C a 600°C. Na Figura 31 é exibido o carvão produzido com poucas cascas sem queima junto com o carvão ativado industrial.

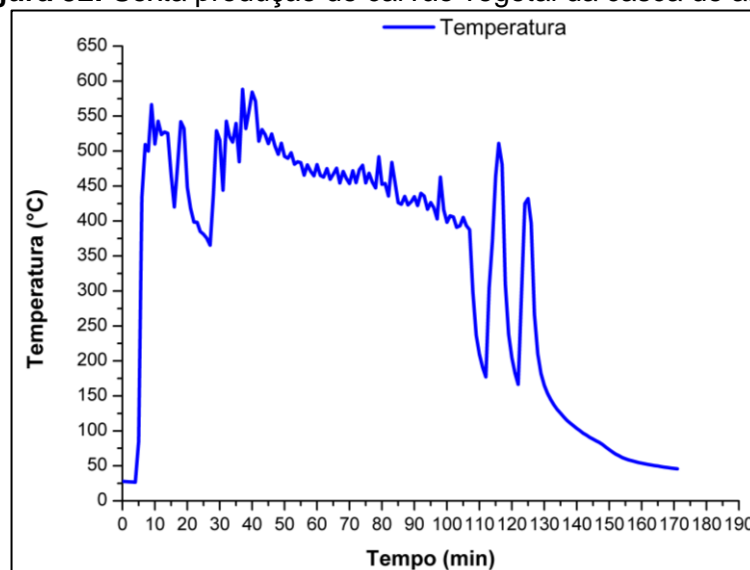
**Figura 31:** Quinto teste de produção de carvão vegetal da casca de arroz.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Na sexta produção de carvão vegetal foi colocado 10,0061 g de casca de arroz e 5,0040 g de carvão ativado industrial no reator. Foi permanecido as mesmas configurações do controlador e o forno permaneceu ligado por 120 min. A Figura 33 é apresentado bastantes oscilações de temperaturas, existindo a máxima de 600°C em dois picos e surgindo alguns decaimentos abaixo de 350°C.

**Figura 32:** Sexta produção de carvão vegetal da casca de arroz.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Depois do forno desligado foi observado carbonização completa, mas alguns fragmentos impregnados no reator parcialmente queimados, como mostrado na figura 34.

**Figura 33:** Primeiro contato com a sexta produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Devido ao forno operando por 2 h surgiram um excesso de cinzas das cascas, reduzindo ainda mais sua massa. O carvão feito é apresentado na Figura 34

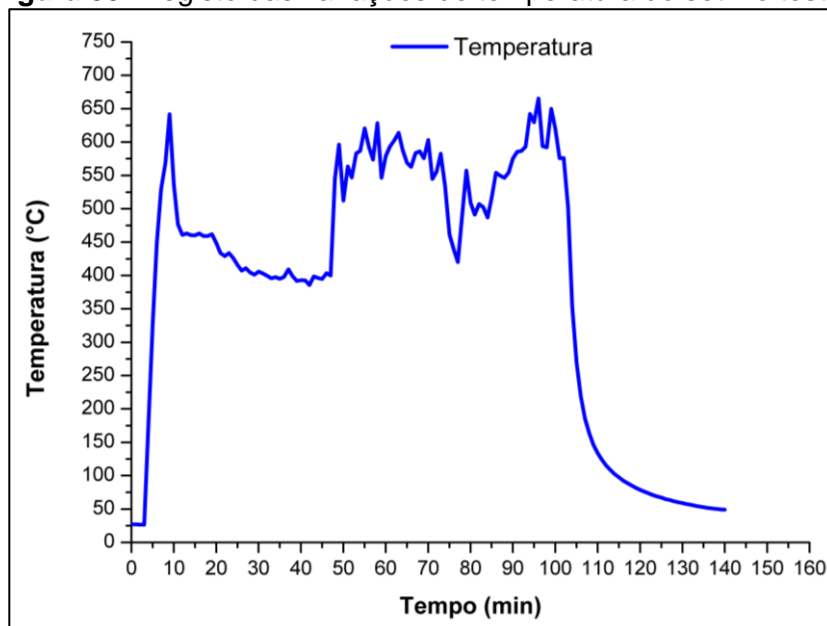
**Figura 34:** Sexto teste produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

O sétimo teste utilizou 10,0028 g de casca de arroz e 5,0020 g de carvão ativado, mantendo-se a configuração anterior do controlador. O forno ficou funcionando por 100 min, percebendo altos e baixos da temperatura entre 400°C a 600°C e a temperatura máxima registrado de 650°C, como é exposto na Figura 35.

**Figura 35:** Registo das variações de temperatura do sétimo teste.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Apesar do forno ligado por muito tempo e em altas temperaturas, algumas cascas impregnadas no vidro não sofreram pirólise, por completo, mas não significando muito. Na Figura 36 é exposto o primeiro contato da produção.

**Figura 36:** Primeiro contato da sétima produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.



O carvão vegetal preparado desse teste obteve cinzas, mas reduzidas, se comparadas com o preparo anterior. Na Figura 37 é visualizado o produto final do carvão.

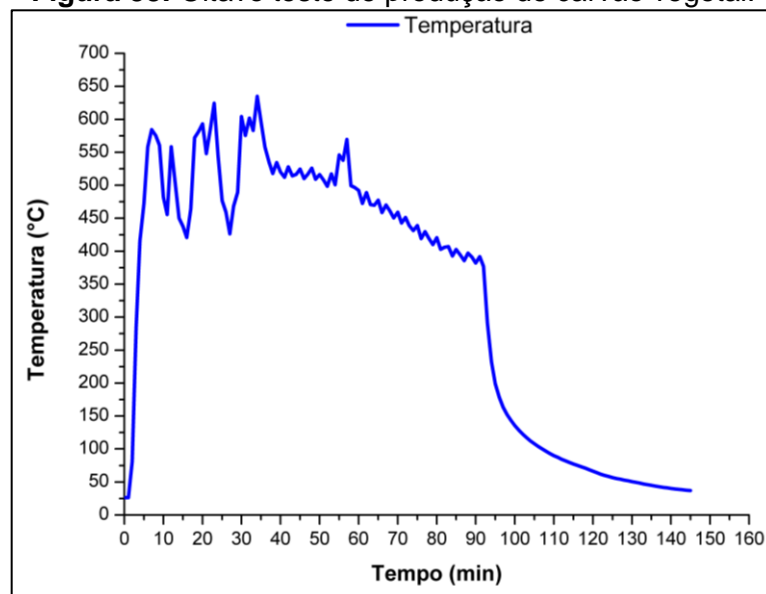
**Figura 37:** Feito carvão vegetal da sétima tentativa de padronização.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

No oitavo teste em busca de uma padronização, com quantidade de 10,0038 g de casca de arroz e 5,0013 g de carvão ativado, permanecendo o controlador com configurações anteriores. O forno ficou funcionando por 90 min, atingindo uma temperatura máxima de 620°C em dois picos e oscilações entre 410°C a 550°C, como é mostrado na Figura 38.

**Figura 38:** Oitavo teste de produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Em todos os testes o reator após a produção manteve-se sujo com um óleo de cheiro forte irritante e denso. Na figura 39 é visualizado o vidro impregnado com o resultando da queima da biomassa.

**Figura 39:** Reator sujo com óleo resultante da queima da casca de arroz.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Já na Figura 40 é apresentado o carvão vegetal feito com poucas quantidades pouca de cinzas e algumas cascas quase carbonizadas por completo.

**Figura 40:** Carvão vegetal feito no oitavo teste.

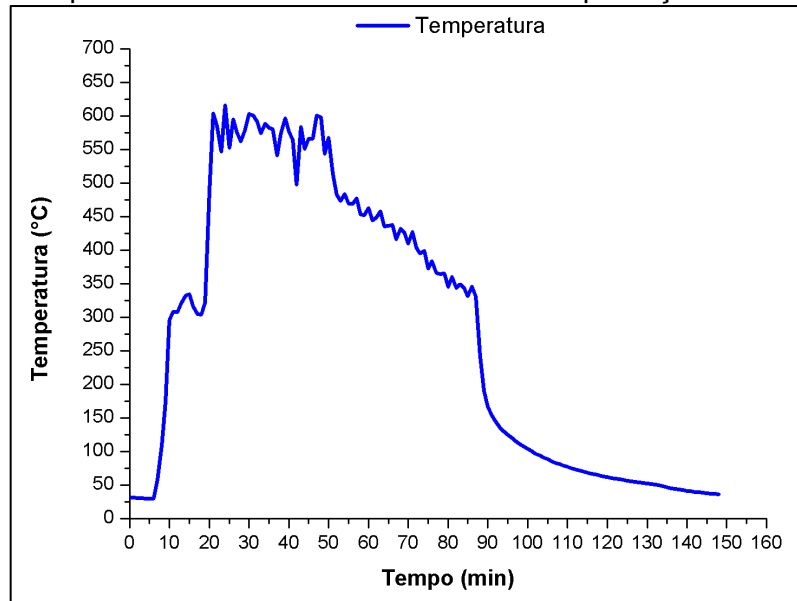


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Chegando perto da padronização para produzir carvão vegetal, no nono teste usando as mesmas configurações do controlador, massa de 10,0031 g de casca de arroz, 5,0017 g de carvão ativado. Deixando o forno operando por 80 min. A

temperatura máxima encontrado de 600°C e permanecendo entre 550°C a 580°C no tempo de 25 min. Na Figura 41 é mostrado as diversas temperaturas no percorrer do teste.

**Figura 41:** Temperatura encontradas no nono teste de produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Ao esfriar o forno, em seguida é visualizado o reator para verificação de carbonização completa, de que forma a Figura 42 apresenta o primeiro contato com o resultado do experimento.

**Figura 42:** Primeiro contato com o nono teste de produção de carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Observado de perto o carvão vegetal feito, apresentou cinzas e somente algumas cascas impregnadas no reator na região superior queima incompleta.

Nessa fabricação do carvão, antes de ligar todos os aparelhos foi compactado casca de arroz no reator, isso ajudou na carbonização uniforme, como mostrado na Figura 43.

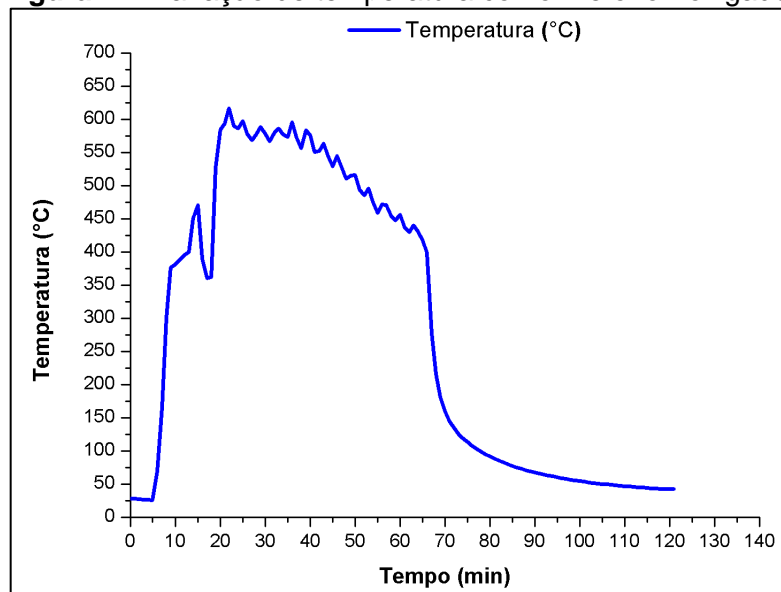
**Figura 43:** Nono teste de aperfeiçoamento na produção de Carvão vegetal.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

No décimo teste foi utilizando as mesmas condições da produção anterior de massa de 10,0049 g de casca de arroz, 5,0018 g de carvão ativado, mas foi reduzindo o tempo dos aparelhos funcionando por 60 min. A temperatura máxima encontrado de 620°C e em certo momento a temperatura permaneceu oscilando entre 550°C a 580°C por 18 min, de que modo mostra na Figura 44.

**Figura 44:** Variação de temperatura conforme o forno ligado.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

Nesse último teste, teve-se um carvão de boas condições, dessa forma, será utilizado essas etapas para produções dos carvões do forno micro-ondas. Na Figura 45 o carvão feito.

**Figura 45:** Carvão vegetal produzido no décimo teste.

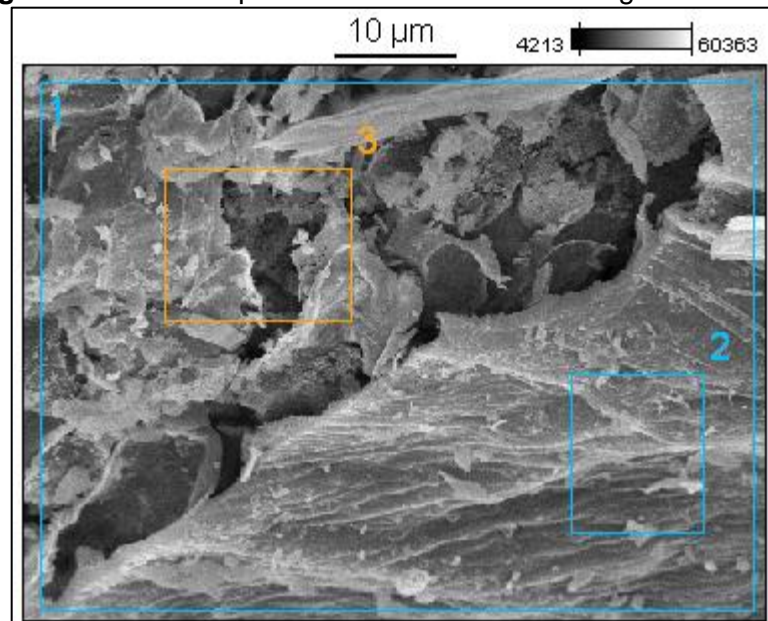


**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2021.

## APÊNDICE F: MEV e EDS do carvão vegetal da região 2 e 3

Nos Resultados e Discussão, foi somente mostrado a região 1 da análise de Espectrometria de Energia Dispersiva – EDS na ampliação de 2000x do carvão vegetal, mas a seguir será mostrado as demais regiões. Na Figura 46 são mostrados os lugares de observações.

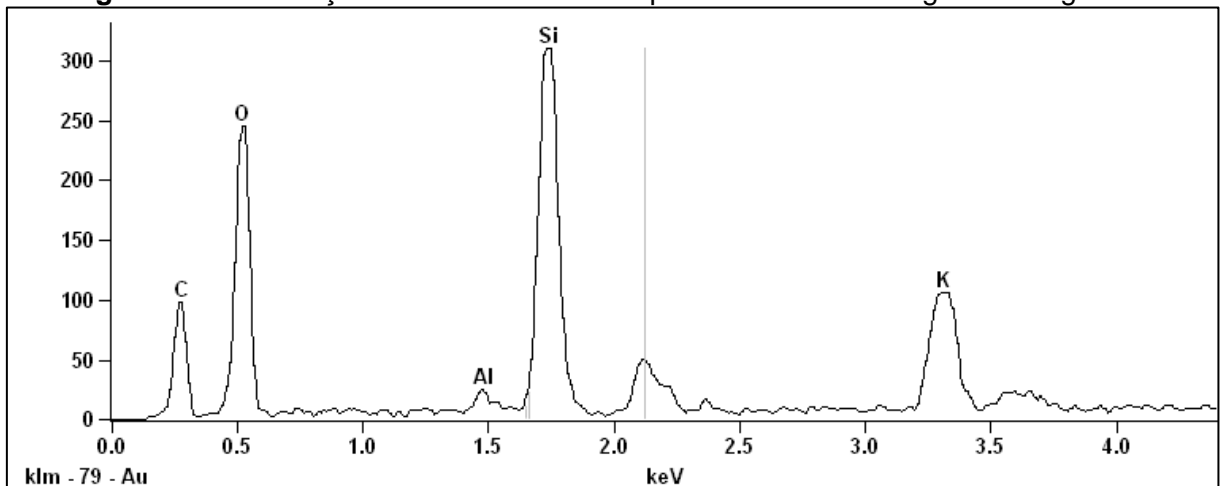
**Figura 46:** MEV acoplado com EDS do carvão vegetal de 2000x.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A região 2, sendo avistado cinco elementos químicos, como: Carbono (C), Oxigênio (O), Alumínio (Al), Silício (Si) e Potássio (K). Na Figura 47 observa-se os picos característicos de cada elemento.

**Figura 47:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão vegetal na região 2.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Tabela 01, situa-se o resultado EDS dos elementos e pertencentes as porcentagens de massa e átomos. O Oxigênio é o elemento predominante do carvão vegetal da região 2, com mais de 46% de massa e mais de 54% de átomos.

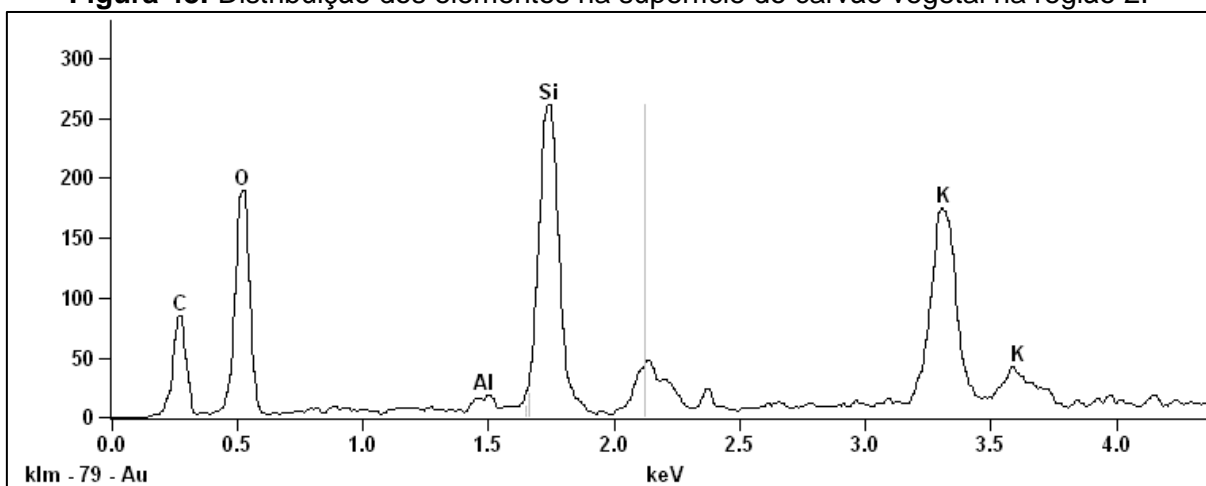
**Tabela 01:** EDS da região 2 de estudos do carvão vegetal.

Elementos	Massa (%)	Átomos (%)
C	13,73	21,62
O	46,07	54,47
Al	1,03	0,72
Si	22,29	15,01
K	16,89	8,17
<b>Total (%)</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na região 3 foram achados os mesmos elementos da região 2, mas redução dos tamanhos dos picos. Na Figura 48 são identificados componentes do carvão.

**Figura 48:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão vegetal na região 2.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na Tabela 02, pode-se ver os resultados EDS dos elementos e suas respectivas porcentagens de massa e átomos. O Oxigênio novamente é o elemento predominante do carvão vegetal da região 3, com mais de 43% de massa e mais de 53% de átomos.

**Tabela 02:** EDS da região 3 de estudos do carvão vegetal.

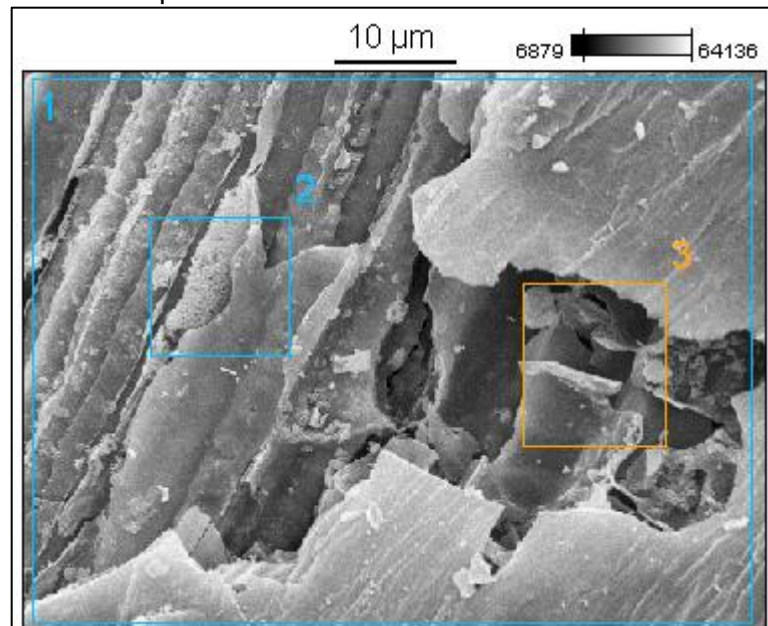
Elementos	Massa (%)	Átomos (%)
C	11,99	19,80
O	43,02	53,34
Al	0,82	0,60
Si	19,34	13,66
K	24,84	12,60
<b>Total (%)</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

## APÊNDICE G: MEV e EDS do carvão ativado-fisicamente da região 1 e 2

Os Resultados e Discussão, apenas a análise da região 3 da Espectrometria de Energia Dispersiva – EDS é mostrada do carvão ativado-fisicamente na ampliação de 2000x, mas outras regiões serão mostradas abaixo. As posições de visualizações são mostradas na Figura 49.

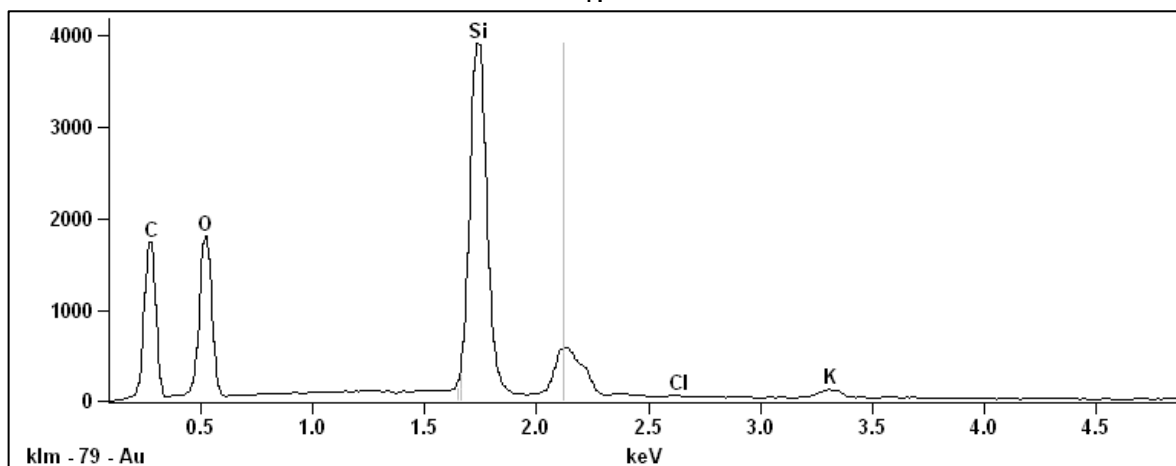
**Figura 49:** MEV acoplado com EDS do carvão ativado-fisicamente de 2000x.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Região 1, onde são vistos cinco elementos químicos, como: Carbono (C), Oxigênio (O), Silício (Si), Cloro (Cl) e Potássio (K). A Figura 50 mostra os picos característicos de cada elemento.

**Figura 50:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-fisicamente na região 1.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.



A Tabela 03 mostra os resultados de EDS para os elementos juntamente com a massa e porcentagens atômicas. O Silício é o elemento predominante no carvão da região 1, mais de 39% em massa e átomos de Carbono apresentou maior número de mais 43%.

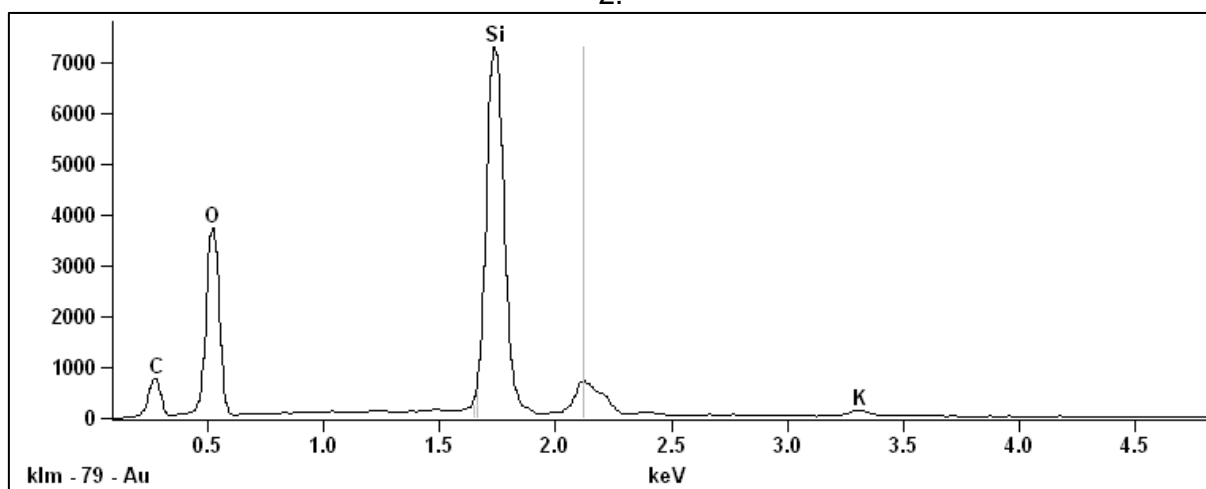
**Tabela 03:** EDS da região 1 de estudos do carvão ativado-fisicamente.

Elementos	Massa (%)	Átomos (%)
C	31,75	43,68
O	37,02	38,23
Si	39,68	17,37
Cl	0,20	0,09
K	1,51	0,64
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na região 2, foram encontrados os mesmos elementos da região 1, mas com ausência do Cloro, sendo percebido picos maiores mostrados na Figura 51.

**Figura 51:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-fisicamente na região 2.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

As porcentagens de massa e átomos dos resultados EDS são mostradas na Tabela 04. O Oxigênio foi o elemento predominante do carvão ativado-fisicamente da região 2, com mais de 45% de massa e mais de 52% de átomos.

**Tabela 04:** EDS da região 2 de estudos do carvão ativado-fisicamente.

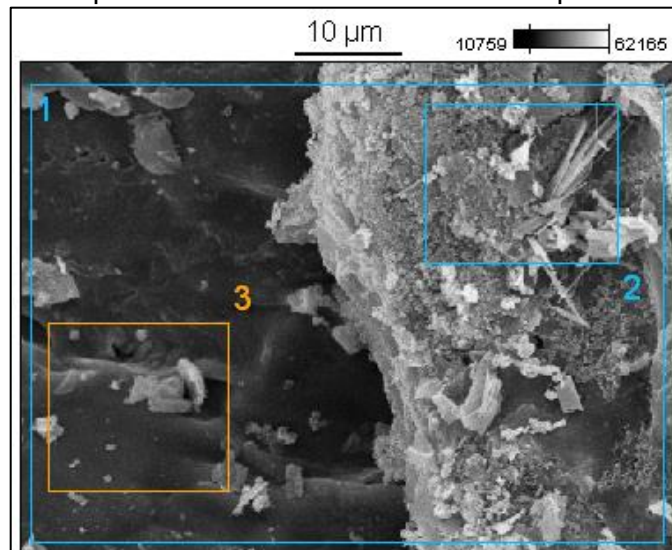
Elementos	Massa (%)	Átomos (%)
C	13,87	21,30
O	45,19	52,07
Si	39,68	26,04
K	1,26	0,59
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

## APÊNDICE H: MEV e EDS do carvão ativado-quimicamente da região 1 e 3

Nos Resultados e Discussão, apenas colocou análise da região 2 da Espectrometria de Energia Dispersiva – EDS do carvão ativado-quimicamente na ampliação de 2000x, mas outras regiões serão mostradas a seguir. As regiões de visualizações são mostradas na Figura 52.

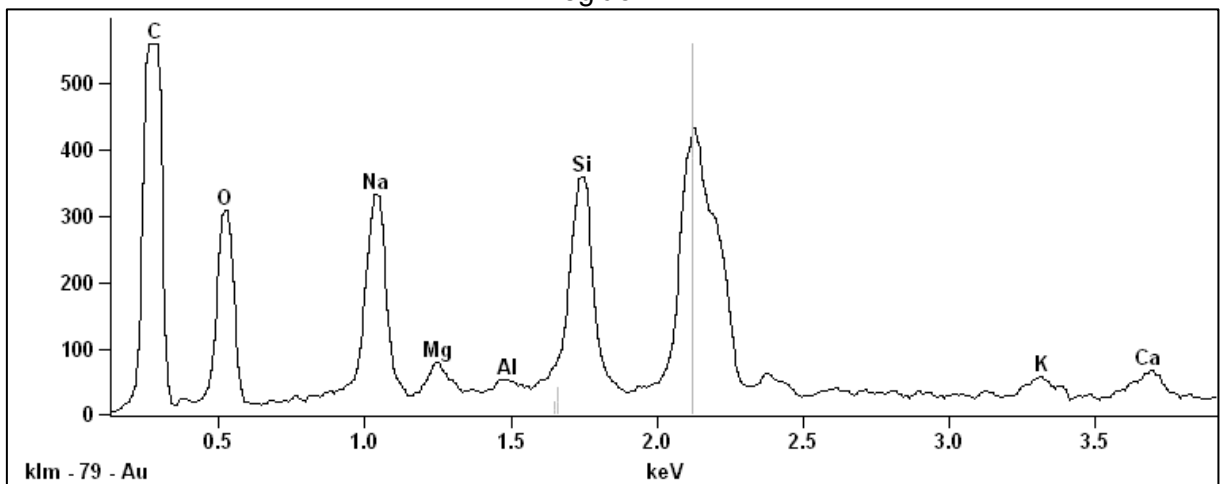
**Figura 52:** MEV acoplado com EDS do carvão ativado-quimicamente de 2000x.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Região 1, onde são vistos cinco elementos químicos, como: Carbono (C), Oxigênio (O), Sódio (Na), Magnésio (Mg), Alumínio (Al), Silício (Si), Potássio (K) e Cálcio (Ca). A Figura 53 mostra os picos característicos de cada elemento.

**Figura 53:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-quimicamente na região 1.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

A Tabela 05 mostra os resultados de EDS para os elementos juntamente com a massa e porcentagens atômicas. O Carbono é o elemento predominante no carvão da região 1, mais de 41% em massa e apresentando mais de 54% de átomos.

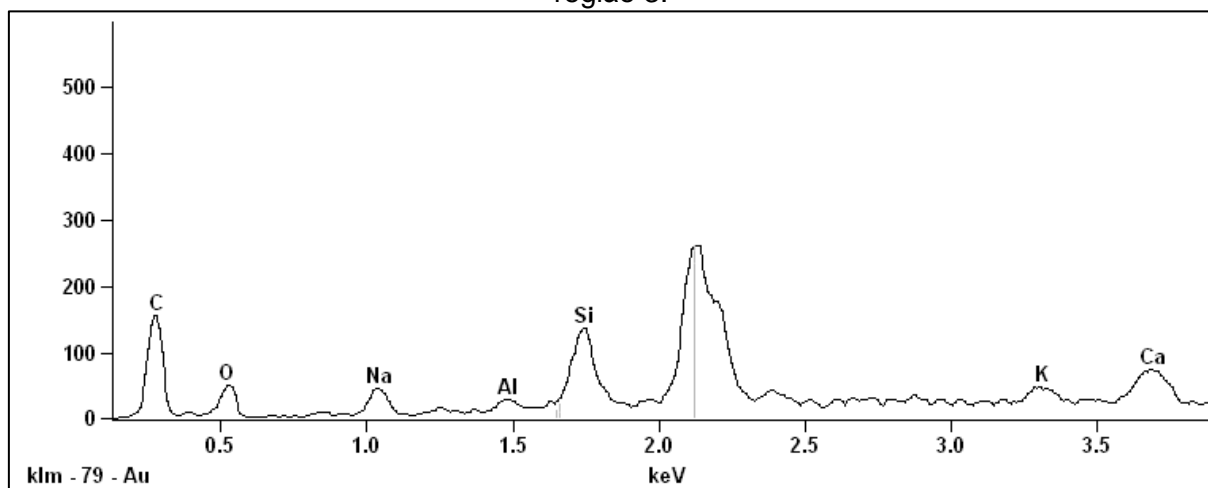
**Tabela 05:** EDS da região 1 de estudos do carvão ativado-quimicamente.

Elementos	Massa (%)	Átomos (%)
C	41,83	54,57
O	29,16	28,56
Na	10,75	7,33
Mg	1,46	0,94
Al	0,30	0,18
Si	11,69	6,52
K	1,91	0,76
Ca	2,90	1,13
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

Na região 3, foram encontrados os mesmos elementos da região 1, mas com ausência do Magnésio, sendo percebido picos menores e são mostrados na Figura 54.

**Figura 54:** Distribuição dos elementos na superfície do carvão ativado-quimicamente na região 3.



**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.

As porcentagens de massa e átomos dos resultados EDS são mostradas na Tabela 06. O carbono apresentou predominância do carvão ativado-quimicamente da região 3, com mais de 33% de massa e mais de 50% de átomos.

**Tabela 06:** EDS da região 1 de estudos do carvão ativado-quimicamente.

<b>Elementos</b>	<b>Massa (%)</b>	<b>Átomos (%)</b>
C	33,50	50,20
O	21,83	24,55
Na	4,68	3,66
Al	1,85	1,23
Si	16,55	10,60
K	5,00	2,30
Ca	16,59	7,45
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

**FONTE:** PRÓPRIO AUTOR, 2022.