



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102016030353-2 A2

(22) Data do Depósito: 22/12/2016

(43) Data da Publicação: 17/07/2018



* B R 1 0 2 0 1 6 0 3 0 3 5 3 A

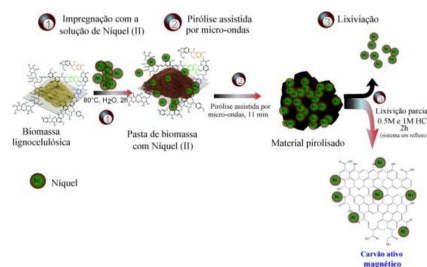
(54) **Título:** CARVÃO ATIVADO MAGNÉTICO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E APLICAÇÃO DO MESMO

(51) **Int. Cl.:** C01B 32/318; C02F 1/28; C02F 101/30; C02F 101/10

(73) **Titular(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

(72) **Inventor(es):** ÉDER CLAÚDIO LIMA; PASCAL SILAS THUE; JÚLIO CÉSAR PACHECO VAGHETTI; SILVIO LUIS PEREIRA DIAS

(57) **Resumo:** CARVÃO ATIVADO MAGNÉTICO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E APLICAÇÃO DO MESMO. A presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente, um carvão ativado magnético. O carvão ativado magnético é produzido em uma única etapa por um processo de pirólise assistida por irradiação de micro-ondas a partir de biomassa vegetal lignocelulósica (serragem de madeira). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois materiais: biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado magnético e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos de efluentes líquidos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental e Tratamento de Águas.



Relatório Descritivo de Pedido de Patente de Invenção

CARVÃO ATIVADO MAGNÉTICO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E APLICAÇÃO DO MESMO

Campo da Invenção

A presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente, um carvão ativado magnético. O carvão ativado magnético é produzido em uma única etapa por um processo de pirólise assistida por irradiação de micro-ondas a partir de biomassa vegetal lignocelulósica (serragem de madeira). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois materiais: biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado magnético e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos de efluentes líquidos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental e Tratamento de Águas.

Antecedentes da Invenção

[1] Tradicionalmente, carvões ativados oriundos de biomassa vegetal são usualmente preparados por métodos físicos ou químicos utilizando forno térmico convencional. Nesses métodos, o calor é transferido por mecanismos de condução ou convecção em que a alta taxa de aquecimento conduz a formação de materiais com microestruturas não homogêneas. Como um método de preparação alternativo, irradiação micro-ondas tem atraído considerável atenção e crescente pesquisa nos anos recentes.

[2] A busca na literatura científica e patentária apontaram alguns documentos relevantes para a presente invenção, os quais serão descritos a seguir.

[3] O documento CN 103316636 apresenta um método de preparação de carvão ativado magnético a partir de biomassa vegetal. De acordo com o método, o carvão ativado preparado a partir de biomassa é misturado com solução magnética para obter um carvão ativado magnético a partir de

biomassa. O carvão ativado é preparado por métodos físicos e químicos, o fluído magnético constituído de óxido de ferro em dimensão nanométrica é obtido por método de coprecipitação ou por método catalítico. O carvão ativado magnético é obtido a partir da mistura do carvão ativado com um agente magnético contendo óxido de ferro em dimensão nanométrica, seguido da adsorção de óxido de ferro (magnetita) ao carvão ativado resultando em um carvão ativado magnético e, finalmente, ocorre um tratamento térmico do material resultante em forno de micro-ondas sob atmosfera de gás nitrogênio.

[4] O documento CN 105709691 apresenta um método de produção de carvão ativado magnético que compreende as seguintes etapas: 1) mistura de aparas de bambu com ácido láurico, K_2CO_3 , $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, H_2O_2 e água nas proporções 1: 0.1-0.5: 10-50: 10-50: 10-50: 100-500, impregnação de 12-24 horas, imersão em banho ultrassônico por 0,5-2 horas, secagem para obter a mistura A. Em seguida, a mistura A é colocada em reator de autoclave sob pressão de 0,01-0,05 MPa, com posterior colocação do reator em um micro-ondas com potência de 200-1000W, aquecimento de 60-200 segundos, para obter a mistura B. Finalmente, na etapa de filtração e secagem, a mistura B é colocada em um sistema de filtração contendo uma película de 0,2 μm PTFE, o conjunto material resultante e película foi colocado para secar à temperatura de 80-150°C por 20-200 minutos para obter o carbono ativado magnético.

[5] O documento CN205328710U apresenta um sistema de tratamento de águas residuais que contém compostos fenólicos e o sistema é constituído por bomba peristáltica BT 100L, tanque de estocagem de águas residuais, gerador de irradiação de micro-ondas, tanque de estocagem contendo carvão ativado magnético com enzima catalítica adsorvida e imobilizada e sistema de filtração. O sistema utiliza carvão ativado magnético contendo enzimas imobilizadas que catalisam a degradação do material fenólico sólido presente no sistema de águas residuais industriais que simultaneamente introduz radiação de microondas para acelerar a degradação dos produtos intermediários. O documento descreve a preparação do carvão ativado magnético denominado

de material adsorvente compósito magnético obtido a partir de um carvão ativado pré-processado com soluções de íons ferro(II) e íons ferro(III), mistura do material resultante com ferro em uma relação massa/massa de cerca de 4:3, aquecimento a 70°C, gotejamento de 25 mL de solução de hidróxido de sódio 5 mol/L sob agitação mecânica, lavagem até solução neutra e secagem do material resultantes à 105°C. O documento descreve também o método de imobilização das enzimas catalíticas HRP.

[6] O documento CN104028221 descreve a preparação de um carvão ativado magnético a partir das seguintes matérias primas em partes por peso (massa/massa): 20-30 partes de esterco de vaca, 10-20 partes de lodo, 60-80 partes de cultura de palha, 20-40 partes de carvão em pó e 20-30 partes de materiais magnéticos. O método de preparação compreende as seguintes etapas: limpeza, filtragem e secagem do estrume de vaca e olamas; pesagem e misturadas matérias-primas em partes por peso embebidas em solução de KOH; lavagem das matérias-primas com água destilada até solução neutra. O carvão ativado magnético é então preparado em duas etapas: o material é ativado com uma potência de 800W por 15 minutos, seguida de uma segunda ativação com uma potência de 900W por 10 minutos.

[7] O documento CN104437369 descreve um método para a preparação de carvão ativado contendo ferro em uma única etapa de ativação a partir da planta aquática *iristectorummaxim*. O método compreende os seguintes passos: a) secagem ao sol da planta aquática utilizada como precursor de carbono, descontaminação, pulverização e peneiração de 60 mesh; b) preparação de um mistura de 40 % m/m de solução de ácido fosfórico e nitrato de ferro em determinada proporção molar, imersão da planta aquática *iristectorummaxim* na solução preparada por 12 horas à temperatura ambiente com agitação por 2-3 horas; c) transferência de um pó ativado de *iristectorummaxim* para um forno de micro-ondas, aquecimento e carbonização sob atmosfera de nitrogênio e oxigênio em condições separadas.

[8] Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção.

Sumário da Invenção

[9] A presente invenção tem por objetivo resolver os problemas constantes no estado da técnica a partir do desenvolvimento de um carvão ativado magnético a base de biomassa vegetal (serragem de madeira) combinada com cloreto de níquel(II), em quantidades e associações não descritas no estado da técnica, além de apresentar o processo para obtenção do referido carvão ativado magnético em uma única etapa por pirólise assistida em forno de micro-ondas e também um carvão ativado magnético formado a partir do material acima citado.

[10] A obtenção de carvões ativados magnéticos a partir de biomassa vegetal lignocelulósica utilizando pirólise assistida por irradiação de micro-ondas em uma única etapa ainda não foi relatada em trabalhos publicados na comunidade científica.

[11] Os documentos de patentes citados diferem da presente invenção fundamentalmente devido aos protocolos ou procedimentos mais laboriosos e complicados para a preparação de carvão ativado magnético requerendo, usualmente, materiais de partida com propriedades magnéticas, como por exemplo, soluções ou agentes magnéticos; misturas de partida complexas utilizando dois ou mais reagentes; adição de NaOH ou KOH para ajuste de pH e precipitação de espécies com propriedades magnéticas; carvões ativos comerciais preparados industrialmente.

[12] O que torna a presente invenção altamente atraente é a possibilidade de aplicação do protocolo ou metodologia desenvolvida a qualquer biomassa lignocelulósica disponível na natureza cuja fonte é renovável, de baixo custo e que não causa danos ao meio ambiente. Sais inorgânicos de cloreto de níquel(II) também são considerados reagentes de baixo custo e altamente

solúveis em água, o que diminui bastante os custos de sua utilização e aplicação.

[13] Além disso, os carvões ativados magnéticos preparados apresentam vantagens adicionais tais como alta área superficial específica e volume de poros, excelentes propriedades de adsorção, tornando-o um material adequado para ser preparado em escala industrial e ser utilizado em processos de tratamento de efluentes industriais para a remoção de contaminantes tóxicos de águas. Esses materiais também podem ser utilizados industrialmente como catalisadores. Por fim, a presente invenção é vantajosa, pois o carvão ativado magnético é obtido a partir de apenas dois materiais de partida: biomassa lignocelulósica (serragem de madeira) e solução aquosa de cloreto de níquel(II) misturados por agitação mecânica em proporções definidas para a formação de uma pasta, possibilidade de redução das quantidades dos materiais utilizados, facilidade de preparação da pasta; rapidez de produção em qualquer quantidade bem como obtenção do carvão ativado magnético durante a pirólise assistida por irradiação em forno de micro-ondas em uma única etapa.

[14] A presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente, um carvão ativado magnético. O carvão ativado magnético é produzido em uma única etapa por um processo de pirólise assistida por irradiação de micro-ondas a partir de biomassa vegetal lignocelulósica (serragem de madeira). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois materiais: biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado magnético e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos de efluentes líquidos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental e Tratamento de Águas.

[15] Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um carvão ativado magnético a partir de biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II).

[16] Em um segundo objeto a presente invenção apresenta um processo de obtenção do carvão ativado magnético a partir de biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II).

[17] Em um terceiro objeto a presente invenção apresenta a utilização do carvão ativado obtido pelo processo descrito como material adsorvente de contaminantes tóxicos (corantes, fármacos, hormônios, fenóis, cátions metálicos, pesticidas, entre outros), em sistemas de tratamento de efluentes e na descoloração de águas potáveis.

[18] Ainda, o conceito inventivo comum a todos os contextos de proteção reivindicados é o processo de obtenção de carvão ativado magnético a partir de biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II) e sua aplicação em sistemas de tratamento de água.

[19] Este e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte e pelas empresas com interesses no segmento, e serão descritos em detalhes suficientes para sua reprodução na descrição a seguir.

Breve Descrição das Figuras

[20] Com o intuito de melhor definir e esclarecer o conteúdo do presente pedido de patente, são apresentadas as presentes figuras:

[21] A Figura 1 mostra o esquema geral da preparação dos carvões ativados magnéticos designados de MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

[22] A Figura 2 mostra as curvas de saturação magnética dos dois carvões ativados magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

[23] A Figura 3 mostra o espectro vibracional na região do infra-vermelho para os dois carvões ativados magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

[24] A Figura 4 mostra as curvas de adsorção e dessorção de N₂ para as amostras de carvões ativados magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

[25] A Figura 5 mostra as curvas de análise termogravimétrica para TGA para as amostras de carvões ativados magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

Descrição Detalhada da Invenção

[26] O presente pedido de patente refere-se ao desenvolvimento de um carbono ativado magnético preparado a partir de biomassa lignocelulósica impregnada com cloreto de níquel(II), denominados de NiMC-0,5 e NiMC-1,0, foram desenvolvidos para serem utilizados como materiais adsorventes de contaminantes tóxicos (corantes, fármacos, hormônios, fenóis, cátions metálicos, pesticidas, entre outros), em sistemas de tratamento de efluentes e na descoloração de águas potáveis.

[27] O método de preparação dos respectivos materiais consiste de um processo de três etapas (Figura1):

- impregnação da biomassa lignocelulósica com a solução de cloreto de níquel(II) formando uma pasta;
- pirólise da pasta assistida por irradiação micro-ondas;
- lixiviação parcial dos compostos de níquel(II) com soluções HCl 0,5 mol/L ou 1,0 mol/L.

[28] Durante a fase de impregnação, a biomassa lignocelulósica deve ser misturada continuamente com uma solução de cloreto de níquel(II) de concentração conhecida para a obtenção de uma pasta à 80°C por 120 minutos, a fim de superar a resistência natural da biomassa lignocelulósica bem como para assegurar uma completa reação entre a biomassa lignocelulósica e o cátion metálico níquel(II). Essa condição permite uma interação forte entre o metal e o material lignocelulósico.

[29] O composto contendo níquel(II) tem a função de desenvolver material carvão ativo com alta porosidade e propriedades magnéticas e ainda possibilita a transferência de calor durante a pirólise assistida por micro-ondas. O níquel geralmente exibe uma taxa de condução de calor relativamente alta ($90 \text{ W m}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$). De fato, durante a etapa de pirólise ocorrem diversas reações entre a matriz lignocelulósica e o cátion metálico níquel(II). Isso explica o fato do material pirolisado ser mais magnético ($M_s = 12,56 \text{ emu g}^{-1}$) quando comparado

ao carvão ativo final obtido após a lixiviação parcial com HCl ($M_s = 3,86$ e $4,22$ em g^{-1} para NiMC-0,5 e NiMC-1,0 respectivamente).

[30] Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um carvão ativado magnético compreendendo pelo menos uma biomassa lignocelulósica e pelo menos um cloreto de níquel(II).

[31] Em uma concretização o carvão ativado magnético possui porosidade na faixa de 2,5 a 2,7 nm.

[32] Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta um processo de obtenção de carvão ativado magnético em uma única etapa compreendendo as etapas de:

- a) trituração, moagem e peneiração de biomassa lignocelulósica;
- b) adição de solução aquosa de cloreto de níquel(II) à biomassa lignocelulósica (a);
- c) agitação mecânica da mistura das etapas (a) e (b) para a obtenção de uma pasta;
- d) secagem da pasta formada na etapa (c);
- e) pirólise da pasta colocada em um tubo de quartzo inserido em um forno micro-ondas;
- f) lixiviação parcial do carvão ativado magnético formado na etapa (e);
- g) filtração e lavagem do carvão ativado magnético;
- h) secagem do carvão ativado magnético;
- i) peneiração do carvão ativado magnético.

[33] Em uma concretização do processo, a biomassa lignocelulósica da etapa (a) é peneirada a 300 micrometros.

[34] Em uma concretização do processo, a massa de sal cloreto de níquel(II) : biomassa lignocelulósica está na faixa de 0,5:1 a 1:1.

[35] Em uma concretização do processo, a agitação mecânica da etapa (c) ocorre à 70-90°C por 120-150 minutos.

[36] Em uma concretização do processo, a etapa de secagem (d) ocorre em estufa à 70-90°C por 360-720 minutos.

[37] Em uma concretização do processo, a pirólise da pasta da etapa (e) ocorrer a uma potência de 1000-1200W por 5,0-10,0 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 150-200 mL/min.

[38] Em uma concretização, o processo compreende o tempo total de pirólise para um ciclo completo menor do que 11-20 minutos incluindo os 5-10 minutos de resfriamento sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 50-100 mL/min.

[39] Em uma concretização do processo, a lixiviação parcial do carvão ativado magnético da etapa (f) é realizada com HCl na faixa de concentração entre 0,5 à 1,0 mol/L sob refluxo por 2-4 horas.

[40] Em uma concretização do processo, a filtragem e lavagem do carvão ativado magnético da etapa (g) ocorre com água destilada até o pH estar na faixa entre 6 e 7.

[41] Em uma concretização do processo, a secagem do carvão ativado magnético da etapa (h) ocorre à 95-105 °C por 12-24 horas.

[42] Em uma concretização do processo, a peneiração do carvão ativado magnético da etapa (i) ocorre em peneira de 53 micromêtros.

[43] Em uma concretização do processo, a biomassa lignocelulósica da etapa (a) é serragem de madeira e resíduos vegetais.

[44] Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta um uso do dito carvão ativado magnético por ser aplicado como material adsorvente de contaminantes tóxicos (corantes, fármacos, hormônios, fenóis, cátions metálicos, pesticidas, entre outros), em sistemas de tratamento de efluentes.

[45] Em uma concretização do uso, o dito carvão ativado magnético obtido é aplicado na descoloração de águas potáveis.

Exemplos - Concretizações

Exemplo 1: Realização preferencial

[46] Uma quantidade fixa de biomassa lignocelulósica (serragem de madeira) de 100,0 gramas com dimensões menores que 300 µm (micromêtros) foi

adicionada em uma solução aquosa de quantidade conhecida de sal inorgânico, cloreto de níquel(II), considerando as seguintes proporções em massa de sal cloreto de níquel(II) : biomassa lignocelulósica (serragem de madeira): 0,5:1 e 1:1 (m/m). O sistema reacional foi misturado sob agitação mecânica à 80°C por 120 minutos para a obtenção de uma pasta com impregnação completa do metal de transição na biomassa lignocelulósica. Essa pasta foi seca em estufa à 90°C por 720 minutos, depois foi colocada dentro de um tubo de quartzo que foi inserido em um forno de micro-ondas para pirólise da pasta. O carvão ativado magnético foi obtido após aplicação de uma potência de 1200W por 5,3 minutos. Em seguida, o carvão ativado magnético foi lixiviado parcialmente com HCl 0,5 mol/L e/ou HCl 1,0 mol/L para completar o processo de ativação química, filtrado e lavado com água destilada até pH aproximadamente 6-7. Finalmente, o carvão ativado magnético foi seco à 105°C por 24 horas e peneirado em peneira de 53 µm para redução das dimensões abaixo 53 µm (micrometros).

[47] A Figura 2 apresenta curvas de saturação magnética dos carvões ativos obtidos. As curvas de magnetização foram obtidas à temperatura ambiente. Os resultados das curvas de magnetização indicaram que o carvão ativo apresentou índices de coercitividade quase nulas ($H_c = 76,905$ e $113,582$ Oe) e de remanescência ($M_r = 1,27$ e $1,34$ emu g⁻¹), sugerindo que os carvões ativos são materiais super-paramagnéticos. A alça de histerese magnética pode ser observada e a saturação de magnetização alcançou valores de 3,56 e 4,22 emu g⁻¹ para NiMC-0,5 e NiMC-1,0 respectivamente. Esses valores estão compatíveis com trabalhos apresentados na literatura “Magnetic modification of microporous carbon for dye adsorption” de KYZAS et al, (Journal of Colloid and Interface Science, 430 (2014) 166-173; Zhu et al, “Novel and high-performance magnetic carbon composite prepared from waste hydrochar for dye removal” (ACS Sustain. Chem. Eng. 2 (2014) 969-977); de SHI et al “Removal of diethyl phthalate from aqueous solution using magnetic iron-carbon composite prepared from waste anion exchange resin” (J. Taiwan Inst. Chem. Eng. 45

(2014) 2488-2493, de cujo processo de preparação inclui ativação e carbonização sequencial em forno convencional, utilizando alguns sais de ferro como agentes ativadores na primeira etapa de ativação.

[48] A Figura 3 apresenta um espectro de Infra-vermelho com transformada de Fourier (FTIR) para a caracterização química dos grupos funcionais na superfície dos carvões ativados magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0. De uma forma geral, os espectros vibracionais na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) apresentam praticamente os mesmos grupos funcionais em ambos os carvões ativos magnéticos independente da razão biomassa vegetal: cloreto de níquel(II) utilizada na preparação. As bandas largas em torno de 3432 cm^{-1} são atribuídas aos grupamentos OH ou a vibração -NH . A banda em 2923 cm^{-1} é atribuída ao estiramento C-H e a banda em 2856 cm^{-1} pode ser atribuída ao estiramento C-H de grupo metoxila (O-CH_3). As bandas entre $1592\text{-}1580\text{ cm}^{-1}$ correspondem aos modos vibracionais do anel aromático; a banda em 1386 cm^{-1} corresponde à vibração de deformação do grupo metila (-CH_3) ligado em anel aromático; as bandas entre $1117\text{-}1113\text{ cm}^{-1}$ corresponde a banda C-O de éter; as bandas em 1253 cm^{-1} podem ser atribuídas a bandas de estiramento C-O de fenóis ou C-H de amidas. As bandas de estiramento C-O de álcoois apareceram no intervalo de $1155\text{ à }1113\text{ cm}^{-1}$ e as bandas de deformação de -N-H de aminas ou de deformação C-H fora do plano de anéis aromáticos apareceram no intervalo de $803\text{ à }722\text{ cm}^{-1}$. As bandas na região de $604\text{-}550\text{ cm}^{-1}$ ou em 465 cm^{-1} podem ser atribuídas a vibração de estiramento Ni-O.

[49] Os parâmetros de textura dos dois carvões ativos magnéticos obtidos apresentam grande área superficial e alta porosidade são mostrados na Tabela 1. Além disso, na Figura 4 é apresentada a curva de adsorção e dessorção de N_2 das amostras do carvão ativado magnético previamente lixiviado com HCl 0,5 mol/L (Ni-MC-0,5) e com HCl 1,0 mol/L (Ni-MC-1,0). As isotermas de adsorção de N_2 mostram ser uma combinação das isotermas de adsorção do tipo I e do tipo II mostrando um aumento significativo na adsorção para baixos

valores de P/P_0 values (<0.1), um largo Joelho e um longo patamar para $P/P_0 \approx 1.0$ e uma cauda estendida. De acordo com a classificação da IUPAC, esse comportamento de adsorção implica que as amostras dos carvões ativos magnéticos Ni-MC apresentam estruturas porosas formadas por microporos e mesoporos e uma área superficial externa relativamente pequena. Os diâmetros médios dos poros (D_p) foram 2,5 e 2,7 nm para NiMC-0,5 e NiMC-1,0 respectivamente, que confirmam que esses materiais carbonados podem ser classificados como uma mistura de materiais micro e mesoporosos.

Tabela 1: Propriedades de textura dos dois carvões magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

| Amostra | S_{BET} ($m^2 g^{-1}$) | S_{micro} ($m^2 g^{-1}$) | S_{ext} ($m^2 g^{-1}$) | S_{mic} / S_{BET} (%) | V_{tot} ($cm^3 g^{-1}$) | V_{mic} ($cm^3 g^{-1}$) | V_{mes} ($cm^3 g^{-1}$) | D_p (nm) |
|----------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------|
| NiMC-0.5 | 405 | 277 | 128 | 68.4 | 0.257 | 0.130 | 0.127 | 2.5 |
| NiMC-1.0 | 334 | 247 | 87 | 74.0 | 0.226 | 0.113 | 0.113 | 2.7 |

[50] A Figura 5 apresenta as curvas de TGA para os carvões ativados magnéticos. As análises foram realizadas sob atmosfera de N_2 . Pode ser observado que os carvões magnéticos são muito estáveis a elevadas temperaturas. Foi observado uma perda de massa de aproximadamente apenas 18,4% e 16,15% para Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0, respectivamente, quando a temperatura foi variada entre 360°C e 800°C, sob atmosfera de N_2 . A perda total de massa até 1000°C sob atmosfera de N_2 foi de 37,38% e 31,26% para Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0, respectivamente. Observa-se na Figura 5 que até aproximadamente 260-270°C, ocorre apenas perda de umidade desses carvões ativos, mostrando ser termicamente estáveis em elevadas temperaturas.

[51] Exemplo 2: Teste de adsorção

[52] No intuito de avaliar a eficiência dos dois carvões magnéticos, preparados por irradiação de micro-ondas, NiMC-0,5 e NiMC-1,0, foi realizado um teste de adsorção de vários fenóis e fármacos que podem estar presentes em efluentes

aquosos. A Tabela 2 apresenta os testes de adsorção de fenóis e fármacos com os dois carvões magnéticos preparados. Podem se perceber uma alta capacidade de remoção dos compostos orgânicos, tanto pelo material tratado com HCl 0,5 mol/L bem como o tratado com HCl 1,0 mol/L, fazendo deles excelentes candidatos para futuras aplicações em tratamentos de água e efluentes industriais.

Tabela 2: Testes de adsorção de compostos fenólicos e fármacos com os dois carvões magnéticos Ni-MC-0,5 e Ni-MC-1,0.

| | Pirocat ecol | 2- Cresol | 2- aminofe nol | 4- Nitrofen ol | 3- aminofe nol | Resorci nol | 2- Nitrofen ol | hidroqui nona | Nimesul ida |
|------------------|-----------------|--------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------|----------------------|------------------|----------------|
| Ni-MC-0.5 | 195.4 | 160.9 | 216.9 | 156.4 | 197.8 | 170.4 | 173.9 | 209.6 | 17.62 |
| Ni-MC-1.0 | 224.6 | 145.0 | 237.0 | 170.5 | 205.8 | 196.2 | 275.4 | 241.5 | 55.1 |

Exemplo 3: Aplicação preferencial

[53] Utilização do carvão ativado obtido pelo processo anteriormente como material adsorvente de contaminantes tóxicos (corantes, fármacos, hormônios, fenóis, cátions metálicos, pesticidas, entre outros), em sistemas de tratamento de efluentes e na descoloração de águas potáveis.

Reivindicações

1. Carvão ativado magnético, **caracterizado** por compreender:
 - pelo menos uma biomassa lignocelulósica; e
 - pelo menos um cloreto de níquel(II).
2. Carvão ativado magnético de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por possuir porosidade na faixa de 2,5 a 2,7 nm.
3. Processo de obtenção de carvão ativado magnético, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, em uma única etapa **caracterizado** por compreender as etapas de:
 - a) trituração, moagem e peneiração de biomassa lignocelulósica;
 - b) adição de solução aquosa de cloreto de níquel(II) à biomassa lignocelulósica (a);
 - c) agitação mecânica da mistura das etapas (a) e (b) para a obtenção de uma pasta;
 - d) secagem da pasta formada na etapa (c);
 - e) pirólise da pasta colocada em um tubo de quartzo inserido em um forno micro-ondas;
 - f) lixiviação parcial do carvão ativado magnético formado na etapa (e);
 - g) filtragem e lavagem do carvão ativado magnético;
 - h) secagem do carvão ativado magnético;
 - i) peneiração do carvão ativado magnético.
4. Processo de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela biomassa lignocelulósica da etapa (a) ser peneirada a 300 micromêtros.
5. Processo de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pela massa de sal cloreto de níquel(II) : biomassa lignocelulósica estar na faixa de 0.5:1 até 1:1.
6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 5, **caracterizado** pela agitação mecânica da etapa (c) ocorrer a 70-90°C por 120-150 minutos.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 6, **caracterizado** pela etapa de secagem (d) ocorrer em estufa à 70-90°C por 360-720 minutos.
8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 7, **caracterizado** pela pirólise da pasta da etapa (e) ocorrer a uma potência de 1000-1200W por 5,0-10,0 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 150-200mL/min.
9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 8, **caracterizado** por compreender o tempo total de pirólise para um ciclo completo menor do que 11-20 minutos incluindo os 5-10 minutos de resfriamento sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 50-100 mL/min.
10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 9, **caracterizado** pela lixiviação parcial do carvão ativado magnético da etapa (f) ser realizada com HCl na faixa de concentração entre 0,5 a 1,0 mol/L sob refluxo por 2-4 horas.
11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 10, **caracterizado** pela filtragem e lavagem do carvão ativado magnético da etapa (g) ocorrer com água destilada até o pH estar na faixa entre 6 e 7.
12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 11, **caracterizado** pela secagem do carvão ativado magnético da etapa (h) ocorrerá à 95-105°C por 12-24 horas.
13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 12, **caracterizado** peneiração do carvão ativado magnético da etapa (i) ocorrer em peneira de 53 micromêtros.
14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 13, **caracterizado** pela biomassa lignocelulósica da etapa (a) ser serragem de madeira e resíduos vegetais.
15. Uso do carvão ativado magnético obtido conforme definido em qualquer uma das reivindicações 3 a 14, **caracterizado** por ser aplicado como material adsorvente de contaminantes tóxicos (corantes, fármacos, hormônios, fenóis,

cátions metálicos, pesticidas, entre outros), em sistemas de tratamento de efluentes.

16. Uso do carvão ativado magnético obtido conforme definido em qualquer uma das reivindicações 3 a 14, **caracterizado** por ser aplicado na descoloração de águas potáveis.

FIGURAS

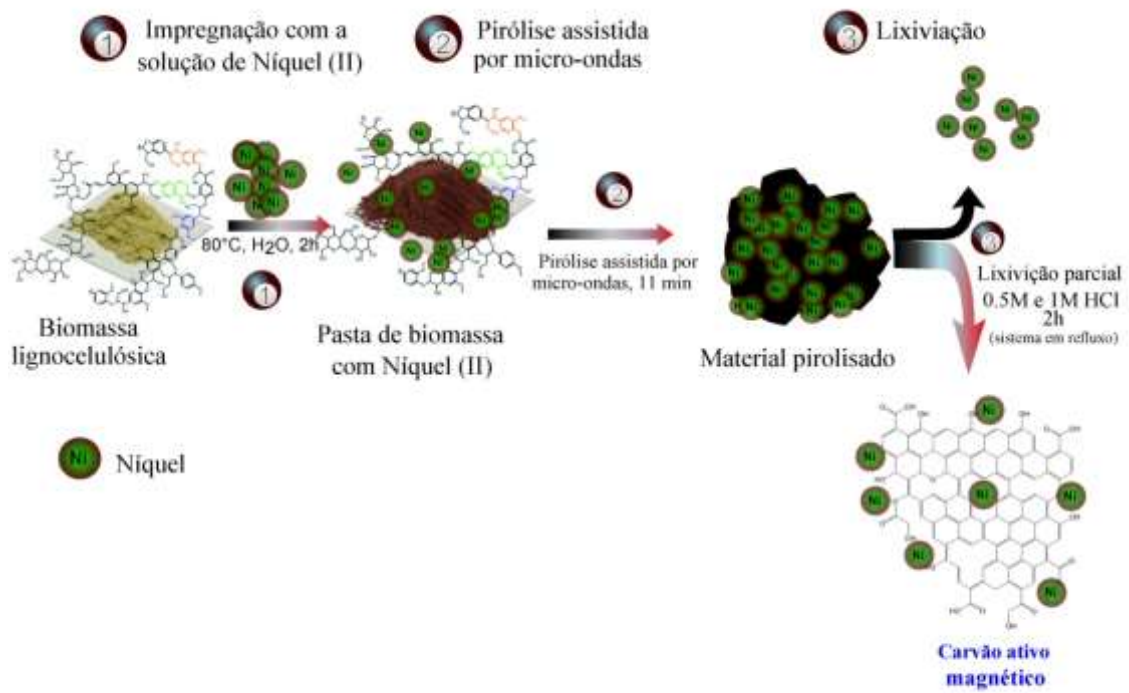


Figura 1

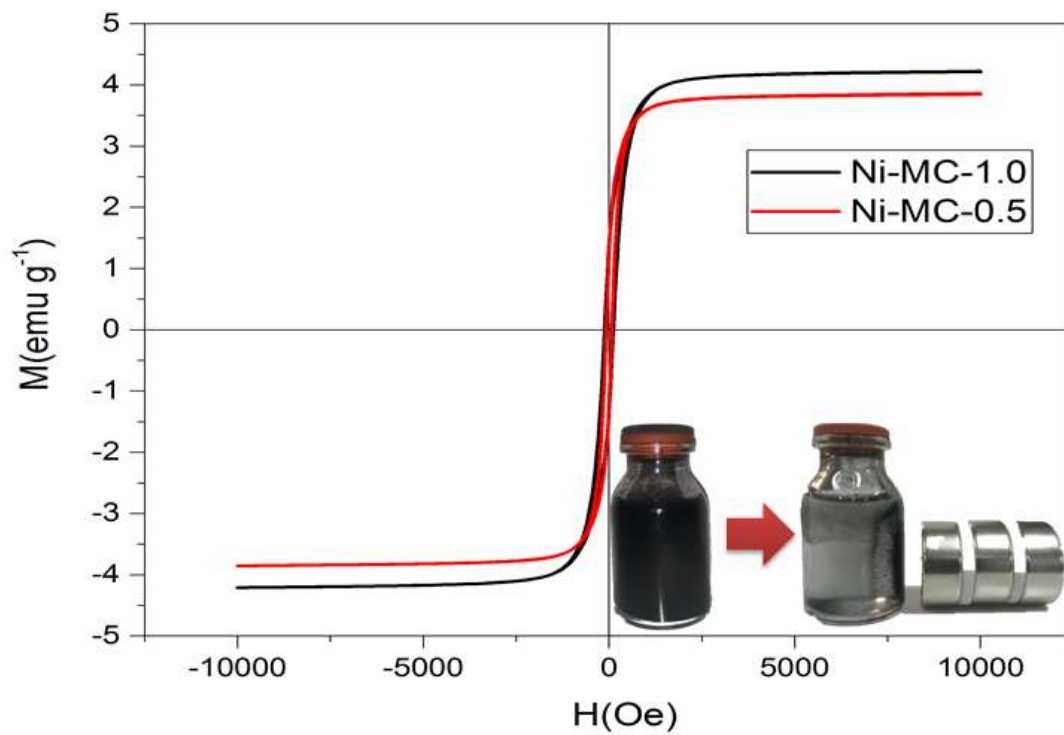


Figura 2

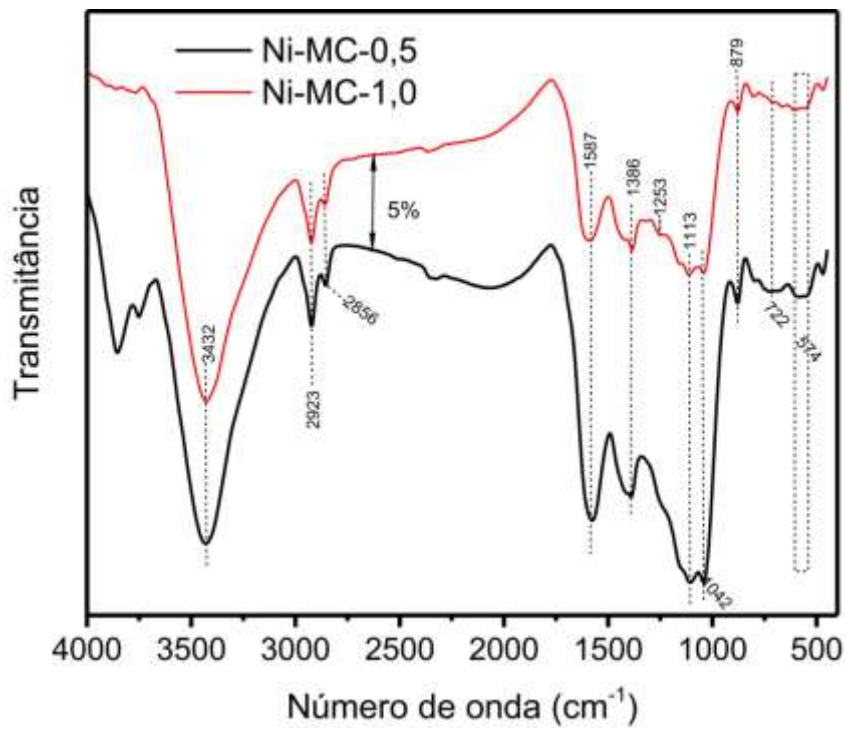


Figura 3

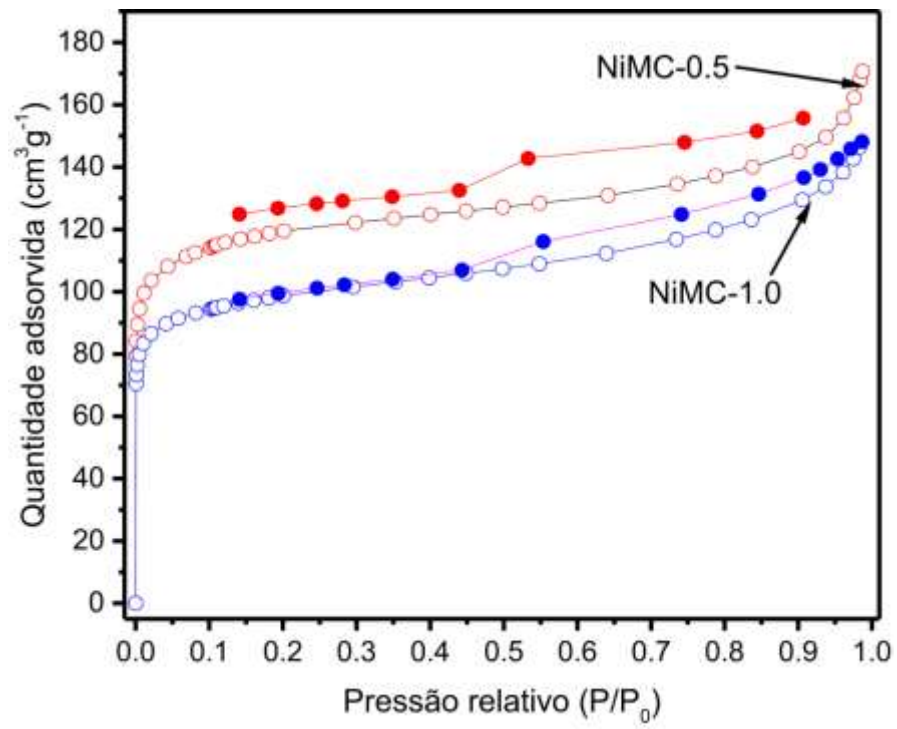


Figura 4

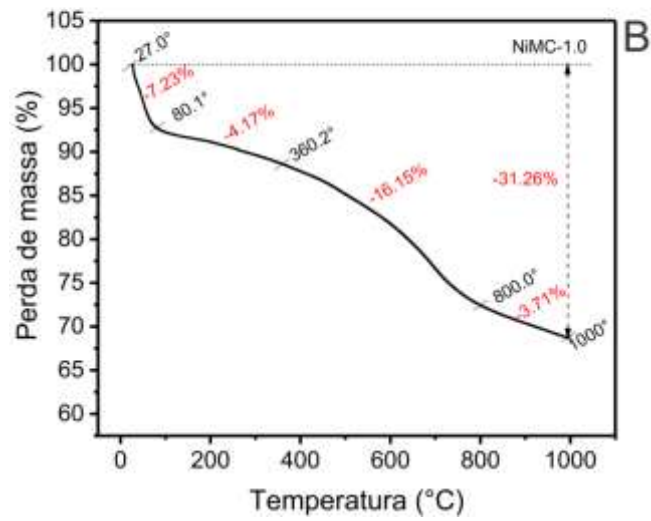
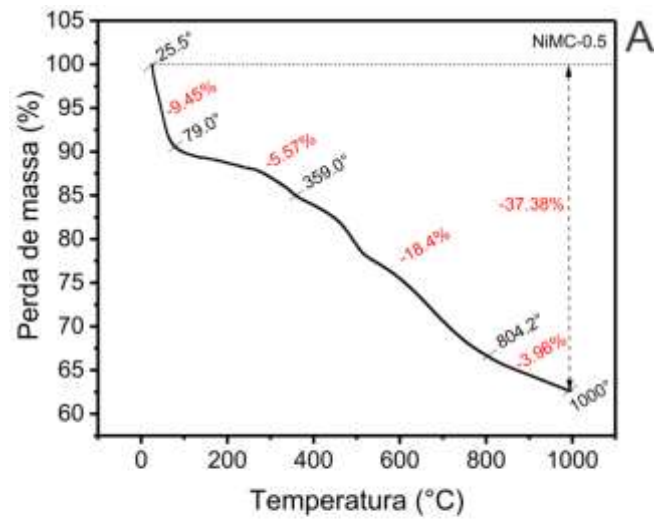


Figura 5

Resumo**CARVÃO ATIVADO MAGNÉTICO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E APLICAÇÃO
DO MESMO**

A presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente, um carvão ativado magnético. O carvão ativado magnético é produzido em uma única etapa por um processo de pirólise assistida por irradiação de micro-ondas a partir de biomassa vegetal lignocelulósica (serragem de madeira). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois materiais: biomassa lignocelulósica e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado magnético e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos de efluentes líquidos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental e Tratamento de Águas.