



Serviço Público Federal
Ministério da Educação

Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Ambientais



AMANDA SILVEIRA DE FRANÇA

**ANÁLISE DA ADSORÇÃO DO CORANTES AZUL DE
METILENO ATRAVÉS DE CARVÕES
PRODUZIDOS ATRAVÉS DE FIBRA DE COCO.**

Campo Grande, MS
2024

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MATO GROSSO DO SUL
FACULDADE DE ENGENHARIAS E ARQUITETURA E URBANISMO E GEOGRAFIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIAS AMBIENTAIS

AMANDA SILVEIRA DE FRANÇA

**ANÁLISE DA ADSORÇÃO DO CORANTES AZUL DE
METILENO ATRAVÉS DE CARVÕES
PRODUZIDOS ATRAVÉS DE FIBRA DE COCO.**

Texto apresentado para defesa de Mestrado no Programa de
Pós-Graduação em Tecnologias Ambientais da Fundação
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, área de
concentração: *Saneamento Ambiental e Recursos Hídricos*.

Orientador: Prof. Dr. Fábio Veríssimo Gonçalves

Aprovada em:

Banca Examinadora

Prof. Dr. Fábio Veríssimo Gonçalves
Orientador PGTA - UFMS

Keila Roberta Ferreira de Oliveira
Coorientadora PGTA - UFMS

Prof. Dr. Carlos Nobuyoshi Ide
Universidade Federal de Mato Grosso do
Sul (UFMS)

Dr. Marcelo Campos
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
(UFMS)

Campo Grande, MS
Setembro/2024

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Sônia Regina Salles da Silveira de França e Jair de França, por sempre acreditarem em mim, e a minha irmã, Gabriela Silveira de França, por todo o companheirismo e incentivo.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, pelo milagre da vida e pelas inúmeras bênçãos que recebi ao longo da minha jornada.

Aos meus pais, Sonia Regina Salles da Silveira de França e Jair de França, expresso minha eterna gratidão por todo o empenho em minha criação, pelo amor incondicional e pelo carinho que me moldaram na pessoa que sou hoje.

À minha irmã, Gabriela Silveira de França, por toda a parceria, sou profundamente grata pela parceria, pela inspiração constante e por sempre me guiar e incentivar a ser uma pessoa melhor.

Ao Prof. Dr. Fábio Veríssimo e à Prof.^a Keila Roberta Ferreira de Oliveira agradeço por todo o apoio e toda a confiança depositados em mim, desde minha primeira iniciação científica até a conclusão deste trabalho.

Ao Dr. Marcelo Campos, expresso meu sincero agradecimento por me ajudar a encontrar soluções mesmo nos momentos mais desafiadores, pelo apoio contínuo e orientação desde o início de minha graduação.

À Dr.^a Karen Midori, agradeço profundamente pelo incentivo nos momentos mais difíceis e pela disposição em ajudar.

Minha gratidão se estende ao Professor Doutor Carlos Nobuyoshi Ide e aos técnicos do Laboratório de Qualidade Ambiental (LAQUA) Dr.^a Simone Reis, Dr.^a Thais Colman, M.e Rodrigo Pompeu, pelo empenho, apoio e amizade.

Aos meus amigos e companheiros de pós-graduação Amanda Negreli, Caique Morelo, Fábio Rocca, Gabriel Chiquito e Cintia dos Santos, sou imensamente grata pelo apoio, amizade e por disponibilizarem seus fins de semana disponibilizados para me ajudar e me acompanhar em inúmeras idas ao laboratório para que este trabalho fosse concluído.

Agradeço ao PGTA, Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Ambientais (PPGTA), da Faculdade de Engenharias, Arquitetura e Urbanismo (FAENG) da Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS).

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Finalmente, agradeço a todos que, de forma direta ou indireta, contribuíram para a realização deste trabalho.

“Tudo posso naquele que me fortalece”

Filipenses 4:13

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	6
2	OBJETIVOS.....	8
2.1	OBJETIVO GERAL.....	8
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	8
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
3.1	CORANTES – AZUL DE METILENO.....	9
3.1.1	Métodos de tratamento de corantes mais utilizados	9
3.2	Adsorção e Carvão Ativado.....	10
3.2.1	Carvão ativado a partir de fibra de coco.....	11
3.3	Equilíbrio de adsorção.....	12
3.3.1	Isoterma de Langmuir.....	14
3.3.2	Isoterma de Freundlich	14
3.4	Projeto experimental de Taguchi.....	15
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	16
4.1	EQUIPAMENTOS E REAGENTES	16
4.2	PREPARAÇÃO DO CARVÃO ATIVADO.....	17
4.3	DELIMITAÇÃO DE PARÂMETROS E LIMITES	19
4.4	ISOTERMAS DE ADSORÇÃO	20
4.5	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DE TAGUCHI.....	20
4.1	REMOÇÃO DE CORANTE, DQO E COT.....	23
4.2	TESTES DE ADSORÇÃO.....	23
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	25
5.1	ANÁLISE DAS ISOTERMAS	25
5.2	ANÁLISE DE REGRESSÃO MÚLTIPLA DAS RESPOSTAS - CFC.....	27
5.2.1	Remoção de Azul de Metileno	27

5.2.2	Remoção de DQO.....	31
5.2.3	Remoção de COT	35
5.2.4	Remoção de CIT	39
5.3	ANÁLISE DE REGRESSÃO MÚLTIPLA DAS RESPOSTAS - CFCA	43
5.3.1	Remoção de Azul de Metileno	43
5.3.2	Remoção de DQO.....	47
5.3.3	Remoção de COT	51
5.3.4	Remoção de CIT	55
5.4	SUPERFÍCIE DE RESPOSTA ENTRE VARIÁVEIS INDEPENDENTES	59
5.4.1	Remoção de AM - CFC	59
5.4.1	Remoção de AM – CFCA	63
5.4.2	Remoção de DQO - CFC.....	67
5.4.1	Remoção de DQO – CFCA	70
5.4.2	Remoção de COT – CFCA.....	76
5.4.3	Remoção de CIT - CFCA	83
5.5	DESEJABILIDADE DAS CONDIÇÕES OPERACIONAIS.....	86
5.5.1	Desejabilidade das condições operacionais - CFC	86
5.5.2	Desejabilidade das condições operacionais – CFCA	94
6	CONCLUSÃO.....	101
	REFERÊNCIAS	103

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.3-1 Isotermas de adsorção	13
Figura 4.1-1 Estrutura química do Azul de Metileno.	17
Figura 4.2-1 Processo de produção do CFC.	18
Figura 4.2-2 Processo de produção do CFCA.	19
Figura 5.1-1 Isotermas de Langmuir e Freundlich – CFC.....	26
Figura 5.1-2 Isotermas de Langmuir e Freundlich – CFCA.....	27
Figura 5.2-1 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de AM (%).	28
Figura 5.2-2 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de AM – CFC.	29
Figura 5.2-3 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de DQO (%).	32
Figura 5.2-4 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de CIT – CFC.	33
Figura 5.2-5 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de COT (%).	36
Figura 5.2-6 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de COT – CFC.	37
Figura 5.2-7 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de CIT (%).	40
Figura 5.2-8 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de DQO – CFC.....	41
Figura 5.3-1 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de AM (%) - CFCA.	44
Figura 5.3-2 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de AM (%) – CFCA.	45
Figura 5.3-3 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de DQO (%) - CFCA.	48
Figura 5.3-4 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de DQO (%) – CFCA....	49
Figura 5.3-5 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de COT (%) – CFCA.....	52
Figura 5.3-6 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de COT (%) – CFCA.....	53
Figura 5.3-7 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de CIT (%) – CFCA.....	56
Figura 5.3-8 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de CIT (%) – CFCA.	57
Figura 5.4-1 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, C0 e Tempo – CFC.	60

Figura 5.4-2 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFC.....	60
Figura 5.4-3 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFC.	61
Figura 5.4-4 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFC.....	61
Figura 5.4-5 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFC.....	62
Figura 5.4-6 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFC.....	62
Figura 5.4-7 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFCA.....	64
Figura 5.4-8 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFCA.....	64
Figura 5.4-9 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFCA.....	65
Figura 5.4-10 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFCA.....	65
Figura 5.4-11 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFCA.....	66
Figura 5.4-12 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFCA.	66
Figura 5.4-13 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFC.....	67
Figura 5.4-14 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFC.....	68
Figura 5.4-15 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFC.....	69
Figura 5.4-16 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFC.....	69
Figura 5.4-17 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFC.....	70

Figura 5.4-18 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFC.	70
Figura 5.4-19 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFCA.	71
Figura 5.4-20 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFCA.	71
Figura 5.4-21 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFCA.	72
Figura 5.4-22 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFCA.	72
Figura 5.4-23 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFCA.	73
Figura 5.4-24 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFCA.	73
Figura 5.4-25 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFC.	74
Figura 5.4-26 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFC.	74
Figura 5.4-27 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFC.	75
Figura 5.4-28 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFC.	75
Figura 5.4-29 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFC.	76
Figura 5.4-30 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFC.	76
Figura 5.4-31 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFCA.	77
Figura 5.4-32 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFCA.	78
Figura 5.4-33 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFCA.	78

Figura 5.4-34 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFCA.....	79
Figura 5.4-35 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFCA.....	79
Figura 5.4-36 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFCA.	80
Figura 5.4-37 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, C0e Tempo – CFC.....	80
Figura 5.4-38 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, C0e Tempo – CFC.....	81
Figura 5.4-39 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFC.....	81
Figura 5.4-40 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFC.....	81
Figura 5.4-41 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFC.....	82
Figura 5.4-42 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFC.	82
Figura 5.4-43 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, C0e Tempo – CFCA.....	83
Figura 5.4-44 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, C0e Tempo – CFCA.....	84
Figura 5.4-45 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFCA.....	84
Figura 5.4-46 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFCA.....	85
Figura 5.4-47 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFCA.....	85
Figura 5.4-48 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFCA.	86
Figura 5.5-1 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de AM (%) - CFC.....	88

Figura 5.5-2 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de DQO (%) - CFC.....	89
Figura 5.5-3 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de COT (%) - CFC.	90
Figura 5.5-4 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de CIT (%) - CFC.....	91
Figura 5.5-5 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de AM (%).	92
Figura 5.5-6 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de DQO (%).	92
Figura 5.5-7 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de COT (%).	93
Figura 5.5-8 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de CIT (%).	93
Figura 5.5-9 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de AM (%) - CFCA.....	95
Figura 5.5-10 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de DQO (%) - CFCA.....	96
Figura 5.5-11 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de COT (%) - CFCA.	97
Figura 5.5-12 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de CIT (%) - CFCA.....	97
Figura 5.5-13 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de AM (%).	98
Figura 5.5-14 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de DQO (%).	99
Figura 5.5-15 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de COT (%).	99
Figura 5.5-16 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de CIT (%).	100

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.5-1 Fatores de controle e variações de nível CFC.	21
Tabela 4.5-2 Fatores de controle e variações de nível CFCA.	21
Tabela 4.5-3 Planejamento experimental de Taguchi – CFC.	22
Tabela 4.5-4 Planejamento experimental de Taguchi – CFCA.	22
Tabela 5.1-1 Parâmetros dos isotermas de adsorção:	27
Tabela 5.2-1 Tabela Resposta para Médias – Remoção de AM – CFC:	29
Tabela 5.2-2 Análise de coeficientes em regressão múltipla:	30
Tabela 5.2-3 ANOVA Remoção de AM - CFC:	30
Tabela 5.2-4 Tabela Resposta para Médias – Remoção de DQO – CFC:	33
Tabela 5.2-5 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de DQO – CFC:	34
Tabela 5.2-6 ANOVA Remoção de DQO - CFC:	34
Tabela 5.2-7 Tabela Resposta para Médias – Remoção de COT – CFC:	37
Tabela 5.2-8 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de COT – CFC:	38
Tabela 5.2-9 ANOVA Remoção de COT - CFC:	38
Tabela 5.2-10 Tabela Resposta para Médias – Remoção de CIT – CFC:	41
Tabela 5.2-11 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de CIT– CFC:	42
Tabela 5.2-12 ANOVA Remoção de CIT - CFC:	42
Tabela 5.3-1 Tabela Resposta para Médias – Remoção de AM (%) – CFCA:	45
Tabela 5.3-2 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de AM (%) – CFCA:	46
Tabela 5.3-3 ANOVA Remoção de AM (%) - CFCA:	46
Tabela 5.3-4 Tabela Resposta para Médias – Remoção de DQO (%) – CFCA:	49
Tabela 5.3-5 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de DQO – CFCA: ...	50
Tabela 5.3-6 ANOVA Remoção de DQO (%) - CFCA:	50
Tabela 5.3-7 Tabela Resposta para Médias – Remoção de COT (%) – CFCA:	53
Tabela 5.3-8 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de COT (%) – CFCA:	54
Tabela 5.3-9 ANOVA Remoção de COT (%) - CFCA:	54
Tabela 5.3-10 Tabela Resposta para Médias – Remoção de CIT (%) – CFCA:	57
Tabela 5.3-11 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de CIT – CFCA: ...	58
Tabela 5.3-12 ANOVA Remoção de CIT (%) - CFCA:	58
Tabela 5.5-1 Condições operacionais otimizadas - CFC.....	86

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Equação de Langmuir	14
Equação 2: Equação de Freundlich	14
Equação 3: Remoção de AM	23
Equação 4: Remoção de DQO	23
Equação 5: Remoção de COT	23
Equação 6: Remoção de CIT	23
Equação 7: Regressão – Remoção de AM (%) - CFC	27
Equação 8: Regressão – Remoção de DQO (%) - CFC	31
Equação 9: Regressão – Remoção de COT (%) - CFC	35
Equação 10: Regressão – Remoção de CIT (%) - CFC	39
Equação 11: Regressão – Remoção de AM (%) – CFCA	43
Equação 12: Regressão – Remoção de DQO (%) – CFCA	47
Equação 13: Regressão – Remoção de COT (%) – CFCA	51
Equação 14: Regressão – Remoção de CIT (%) – CFCA	53

SIGLAS E ABREVIATURAS

AM – Azul de Metileno

COT – Carbono Orgânico Total

CIT – Carbono Inorgânico Total

DQO – Demanda Química de Oxigênio

CFC – Carvão de Fibra de Coco

CFCA – Carvão de Fibra de Coco Ativado

RESUMO GERAL

DE FRANÇA, A. S. (2024). Análise da adsorção do corante azul de metileno através de carvões ativados produzidos através de fibra de coco. 2024. 118 páginas. Dissertação – Programa de Pós-graduação em Tecnologias Ambientais. Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, Brasil.

Este estudo investigou a produção de carvões ativados a partir da biomassa fibra de coco para a remoção do corante Azul de Metileno em efluentes sintéticos. Foram produzidos dois carvões, sendo um deles apenas carbonizado em mufla em atmosfera ambiente (Carvão de Fibra de Coco) e outro carbonizado em mufla e ativado com Hidróxido de Potássio (KOH) (Carvão de Fibra de Coco Ativado). As Isotermas de Langmuir e Freundlich foram aplicadas para descrever o comportamento de adsorção. O CFC apresentou melhor ajuste ao modelo de Langmuir, sugerindo adsorção em monocamada, enquanto o CFCA não se ajustou bem a nenhum dos modelos. As eficiências dos carvões foram analisadas através do planejamento experimental de Taguchi, a partir do qual foram analisadas as variáveis pH, Massa de adsorvente, Tempo de agitação e Concentração inicial do efluente sintético. As respostas foram analisadas em termos de remoção de Azul de Metileno (AM), Demanda Química de Oxigênio (DQO), Carbono Orgânico Total (COT) E Carbono Inorgânico Total (CIT). O CFCA apresentou melhor desempenho, com eficiência de remoção de 100% para AM, 95,02% para DQO, 96,45% de COT e 87,07% de CIT. A aplicação do método de Taguchi foi eficaz na desejabilidade das condições operacionais, reduzindo custos e tempo experimental, além de demonstrar o potencial da fibra de coco como uma matéria-prima promissora para a produção de adsorventes sustentáveis. Por fim, ambos os carvões foram comparados com o Carvão Ativado P.A, com o CFCA destacando-se como uma alternativa sustentável a ser estudada.

Palavras-chaves: Carvão Ativado; Fibra de Coco; Modelo experimental de Taguchi.

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, uma das maiores problemáticas ambientais é a poluição causada por efluentes industriais. Com o crescimento exponencial da população nos grandes centros urbanos, a demanda por produtos e serviços industrializados também aumenta (ARLOSOROFF *et al.*, 1991). Visando atender essa demanda, o número de indústrias tem crescido continuamente. Entre os diversos componentes utilizados nesse processo, os corantes destacam-se como essenciais, estando presentes em uma ampla variedade de segmentos industriais, como o alimentício, o farmacêutico e o têxtil.

A presença de corantes nos efluentes líquidos é de fácil percepção, pois esses compostos conferem coloração visível ao efluente. Contudo, a preocupação com esses corantes vai além do aspecto visual, uma vez que são notoriamente difíceis de remover do meio devido à sua grande estabilidade e complexa degradação (CAMPOS *et al.*, 2023). Esses compostos comprometem diretamente a qualidade da água, interferindo em sua transparência e afetando a solubilidade de gases essenciais para a vida aquática (CAROLIN *et al.*, 2021; LIMA *et al.*, 2020). Sua resistência à fotodegradação e à biodegradação torna o tratamento dos efluentes um grande deságio, e a contaminação dos corpos hídricos que os recebem destaca a urgência de encontrar uma tecnologia eficiente e economicamente viável para sua remoção (SHARMA *et al.*, 2009).

Diversos tratamentos podem ser aplicados a efluentes contaminados com corantes, como a oxidação avançada, filtração por membranas e oxidação eletroquímica. No entanto, esses processos têm em comum elevado custo de execução. Já a oxidação química e a biodegradação possuem custos mais baixos, porém apresentam baixa eficiência (SHARMA *et al.*, 2009).

A adsorção é um método físico-químico amplamente utilizado para o tratamento de efluentes líquidos devido à sua fácil execução e alta eficácia, sendo especialmente eficaz na remoção de metais pesados (TAMIRU & BEKELE, 2020). No entanto, o carvão ativado P.A, material comumente utilizado neste processo, embora mais economicamente viável que metodologias mais refinadas, ainda possui alto custo, o que dificulta seu acesso.

O processo de adsorção é influenciado por diversos parâmetros que determinam sua eficácia na remoção de contaminantes, tais como a concentração inicial do efluente, tempo, temperatura, massa do adsorvente e pH (RAY *et al.*, 2020). Para alcançar maior eficiência na

remoção de corante, é necessário otimizar esses parâmetros, sendo a abordagem de Taguchi um método amplamente utilizado para otimizar condições multifatoriais.

Como alternativa a este desafio, busca-se pela produção de carvão ativado a partir de matérias-primas que apresente boa capacidade de remoção de contaminantes. Uma alternativa ecologicamente amigável é a utilização de resíduos orgânicos provenientes do consumo humano.

O *Cocos nucifera*, popularmente conhecido como Coco-da-Bahia, é amplamente cultivado e consumido em todo mundo. Sua água é rica em diversos nutrientes, e sua castanha é uma importante fonte alimentar, servindo de base para muitas receitas culinárias. O restante do fruto é frequentemente descartado, tornando-se um resíduo. No entanto, essas partes têm sido estudadas com afinco por pesquisadores, pois é possível aproveitar diversas partes para produção de carvão ativado, como seu mesocarpo (fibras), endocarpo (casca) e até mesmo as bainhas de suas flores, como demonstrado por Kamath *et al* (2021).

O endocarpo do coco, também conhecido como as fibras do coco, é a parte mais volumosa da fruta. Biomassas, como a fibra de coco, vem sendo utilizada como material de estudo por diversos pesquisadores devido à sua grande disponibilidade, baixo custo, alto teor de carbono e alta porosidade (QIN *et al.*, 2023).

Para a produção de carvão ativado a partir de uma biomassa, é comumente utilizado o processo de pirólise, no processo no qual a queima do material orgânico ocorre na ausência de oxigênio. Esse processo requer uma mufla específica, capaz de criar uma atmosfera de fluxo contínuo de nitrogênio e alcance elevadas temperaturas.

Com base no exposto, este estudo tem como objetivo desenvolver um carvão ativado a partir da fibra do coco e avaliar sua eficácia na remoção do corante Azul de Metileno. Além disso, busca-se explorar métodos alternativo à pirólise para a produção deste carvão, com a finalidade de tornar o processo mais acessível e ecologicamente sustentável.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Produzir um carvão ativado a partir da fibra de coco e analisar sua capacidade de adsorção do corante azul de metileno em efluentes sintéticos, utilizando o planejamento experimental de Taguchi.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar a remoção do corante Azul de Metileno em efluentes sintéticos por meio do processo de adsorção.
- Comparar a eficiência do carvão produzido a partir da queima em mufla sem ativação e com ativação com KOH.
- Comparar a eficácia dos carvões produzidos com a do carvão ativado P.A da marca Merck.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 CORANTES – AZUL DE METILENO

Os corantes são compostos que têm como objetivo conferir cor as substâncias, através da interação com superfície ou tecidos (Yagub *et al.*, 2014). Eles são amplamente utilizados nos mais diversos segmentos industriais, como nas indústrias têxteis, de cosméticos, de couro, farmacêutica e médica

O processo de tingimento na indústria têxtil é crucial para o sucesso comercial dos produtos, pois está diretamente relacionado à qualidade, beleza e durabilidade das peças. Em vista disso, inúmeros compostos químicos coloridos têm sido sintetizados e produzidos em escala industrial nos últimos 100 anos, sendo que no Brasil existem mais de oito mil corantes sintéticos disponíveis para o mercado têxtil (GUARATINI & ZANONI, 2000; OLIVEIRA *et al.*, 2006).

O Azul de Metileno é um corante catiônico tóxico amplamente utilizado em diversos setores industriais. Contudo, sua liberação em águas residuais representa riscos ambientais e à saúde consideráveis, devido à sua toxicidade, potencial carcinogênico e à dificuldade de ser removido (OLADOYE *et al.*, 2022).

Segundo Oladoye *et al.* (2022) inúmeros métodos de remoção de Azul de Metileno foram estudados, incluindo técnicas químicas, biológicas e de adsorção. Embora os métodos químicos possam gerar poluentes secundários e os métodos biológicos sejam sensíveis ao pH, a adsorção tem mostrado resultados promissores. De acordo com Hao *et al.* (2022), os carvões ativados têm se mostrado eficazes na remoção de Azul de Metileno, com mecanismos de adsorção dependentes das propriedades físico-químicas do carbono e de fatores como tempo de contato, temperatura e concentração.

3.1.1 Métodos de tratamento de corantes mais utilizados

Os efluentes industriais possuem grande variação em sua composição, o que torna a escolha do tratamento a ser utilizado um ponto a ser estudado em particular para cada efluente. Para a escolha do processo ideal, Silva (2004) afirma que devem ser analisados os seguintes fatores: características do efluente, qualidade após o tratamento, custo e a disponibilidade de área e de tecnológica.

Diversos processos podem ser utilizados no tratamento de efluentes com corantes. Entre eles, destacam-se os tratamentos físico-químicos, biológicos, oxidação, adsorção e biossorção.

Um processo físico-químico muito utilizado é o de coagulação-floculação por ser um tratamento de baixo custo e possuir um processo simples. Esse método ocorre por meio da adição de coagulantes que favorecem a formação de flocos, que posteriormente passam por processo de sedimentação, flotação e filtração. A desvantagem do uso dessa técnica é a grande quantidade de lodo produzido, composto por substâncias orgânicas que necessitam ser dispostas em aterros de resíduos industriais perigosos (ODY, 2014).

Os tratamentos biológicos podem ser realizados por via aeróbia ou anaeróbia, sendo utilizados métodos como lodos ativados, biodegradação, adsorção por biomassa microbiana, lagoas aeróbias, biodegradação, filtros biológicos, lagoas aeróbias e biodiscos (SILVA, 2004; ROYER, 2008). Esses tratamentos são amplamente utilizados para efluentes têxteis devido ao seu baixo custo e seus bons resultados, porém apresentam limitações, como a necessidade de grande área, sensibilidade a variações climáticas e toxicidade de certos produtos químicos (LUNARDI, 2014; ROYER, 2008).

A oxidação química por ozonização é frequentemente utilizada devido a seu simples manejo e alta eficácia do ozônio para rápida remoção de cor (FURLAN *et al.*, 2008). Segundo Solmaz *et al.* (2006), a oxidação por ozônio, ou quando combinada com radiação-UV ou H_2O_2 , são técnicas de grande interesse, porém, esses tratamentos possuem custos elevados, o que limita sua utilização.

A adsorção é uma operação de transferência de massa da fase fluida para a superfície do sólido. Os sólidos utilizados podem ser carvão ativado, sílica gel, bauxita, resinas de troca-iônica, derivados de celulose, bagaço de laranja, pó de cana-de-açúcar, serragem, entre outros (GUARATINI & ZANONI, 2000; SILVA 2004). A adsorção pode ser classificada entre química e física. A adsorção química resultada da interação química entre o sólido e a substância adsorvida, sendo um processo dificilmente reversível. Já a adsorção física é um processo reversível, resultante de forças intermoleculares de atração fracas (ROYER, 2008).

3.2 Adsorção e Carvão Ativado

A adsorção é um fenômeno de superfície em que átomos, íons ou moléculas de um fluido se acumulam na superfície de um sólido, formando uma camada adsorvida. Essa técnica

é altamente eficaz para remoção de metais pesados e outros poluentes de efluentes de águas residuais, como evidenciado por Burakov *et al.* (2018) em seu estudo.

O carvão ativado tem sido amplamente estudado como um adsorvente eficaz para a remoção de vários corantes de soluções aquosas e efluentes industriais. Pesquisadores como Popuri & Guttikonda (2015), Albroomi *et al.* (2014) e Dash (2010) compartilharam o objetivo de analisar a capacidade de remoção de diversos corantes de efluentes por meio da utilização do carvão ativado P.A, evidenciando sua alta capacidade de adsorção com resultados significativos de remoção de cor.

Além de corantes, o carvão ativado P.A é amplamente utilizado para remoção de metais pesados, como chumbo, cádmio, mercúrio e arsênio, que são altamente tóxicos. Esses metais podem ser eficientemente removidos por meio de adsorção por carvão ativado, como demonstrado por Souza *et al.* (2009), que analisou a remoção de cromo utilizando um sistema de batelada, e por Shahrokhi-Shahraki *et al.* (2021), que realizou um comparativo entre os valores obtidos da adsorção de chumbo, cobre e zinco em carvão ativado P.A e carvão ativado derivado de resíduos de pneus pulverizados.

Embora o carvão ativado demonstre excelente capacidade de adsorção, seu alto custo limita o uso generalizado, levando à pesquisa de adsorventes alternativos para produção de carvão ativado. Um dos métodos comumente utilizado para a produção desse material é a pirólise, que envolve a decomposição térmica da biomassa em altas temperaturas na ausência de oxigênio, sendo um método eficaz para preparação de carvão ativado a partir de várias fontes de biomassa (Li *et al.*, 2020). No entanto, a busca por métodos alternativos de produção torna-se necessária para reduzir os custos e aumentar a sustentabilidade do processo. Segundo Rofikoh *et al.* (2024), os carvões ativados produzidos a partir de biomassa têm mostrado resultados promissores na remoção de metais pesados.

Inúmeras matérias primas vêm sendo estudadas para a produção de carvão ativado, como casca de arroz e casca de noz, conforme estudado por Van Lienden *et al.* (2010), óleo de palma e cascas de coco (RAHMAN, *et al.* 2014), além de casca de palma, resíduos florestais e agrícolas (DIAO *et al.*, 2002; AZARGOHAR *et al.*, 2008)

3.2.1 Carvão ativado a partir de fibra de coco

Devido à grande abundância e inúmeras possibilidades de produção de carvão ativado, o *Cocos nucifera*, popularmente conhecido como Coco-da-Bahia, vêm sendo amplamente

estudado. O fruto do coco possui camadas de fibra (endocarpo) e sua casca (mesocarpo), que permitem a produção de carvão ativado de alta qualidade por meio de processos de carbonização e ativação (OHIMOR et al, 2021).

A produção de carvão ativado normalmente está atrelada ao processo de pirólise, o qual consiste na queima da biomassa uma atmosfera livre de oxigênio; nesses casos, o nitrogênio é frequentemente utilizado. Segundo Zerin et al. (2023), esse processo ocorre em temperaturas entre 300 e 800°C, e fatores como temperatura, taxa de aquecimento e método de ativação influenciam as propriedades do produto final.

Após a pirólise da biomassa, faz-se necessário à sua ativação, que pode ocorrer por meios físicos, geralmente utilizando gases oxidantes como o vapor d'água ou dióxido de carbono (CO_2), ou por meios químicos, que envolvem a impregnação da matéria-prima com um agente químico, seguido de aquecimento em uma atmosfera inerte. Neste processo, são frequentemente utilizados hidróxido de potássio e sódio, ácido fosfórico e cloreto de zinco. (LIOU, 2010; ABBACI *et al.*, 2022). Segundo Januszewicz *et al.* (2020), ambos os métodos de ativações podem aumentar significativamente a área superficial e o volume de poros do carvão ativado resultante.

A fibra de coco vem sendo amplamente utilizada para produção de carvão ativado, e sua eficiência é evidenciada em estudos como os de Ohimor *et al.* (2021) e Zhang *et al.* (2018). Esses estudos utilizaram Hidróxido de Potássio (KOH) para a ativação da biomassa e obtiveram excelentes resultados no volume de poros, criando microporos e mesoporos que facilitam a adsorção de corantes.

3.3 Equilíbrio de adsorção

A adsorção é um fenômeno físico-químico amplamente estudado para a remoção de contaminantes em soluções líquidas e gasosas. Durante o processo de adsorção, moléculas de uma substância adsorvida, chamadas adsorbatos, aderem à superfície de um material sólido conhecido como adsorvente, estabelecendo-se um equilíbrio (Foust et al., 1982; Ruthven, 1997). A relação entre a quantidade de adsorbato adsorvido e a concentração na fase líquida ou gasosa pode ser representada por uma isoterma de adsorção, a qual fornece informações essenciais sobre a capacidade e a eficiência do adsorvente. Para uma análise mais precisa, são utilizados modelos matemáticos que descrevem esse comportamento, sendo os mais conhecidos os modelos de Langmuir e Freundlich (Al-Ghouti et al., 2003; Choy et al., 1999).

As isotermas podem ser apresentadas de diversas formas, oferecendo informações relevantes sobre o mecanismo de adsorção, como é possível notar na Figura 3.3-1. A isoterma irreversível indica que o adsorbato não é mais removido da superfície do adsorvente, sugerindo que, mesmo com o aumento da concentração de equilíbrio do adsorbato, não há mais capacidade para adsorção ou dessorção. A isoterma extremamente favorável indica uma excelente afinidade entre o adsorbato e o adsorvente, sendo característica de um processo de adsorção eficiente, onde o adsorvente apresenta boa capacidade de adsorção em baixas concentrações (Duarte-Neto et al.,(2014). Já na isoterma favorável, à medida que a concentração de equilíbrio aumenta, a capacidade de adsorção diminui e atinge um ponto de saturação (MACCABE et al., 1993)..

A isoterma linear indica que a quantidade de adsorbato é diretamente proporcional à concentração de equilíbrio do adsorbato na solução, sugerindo que não há limite de saturação e que a adsorção ocorre de maneira constante em todos os níveis de concentração. Por fim, na isoterma desfavorável, a adsorção é menos eficiente, pois a quantidade de adsorbato adsorvido aumenta lentamente com o aumento da concentração de equilíbrio, sugerindo uma baixa afinidade entre o adsorbato e o adsorvente, tornando o processo de adsorção pouco eficaz (MACCABE et al., 1993).

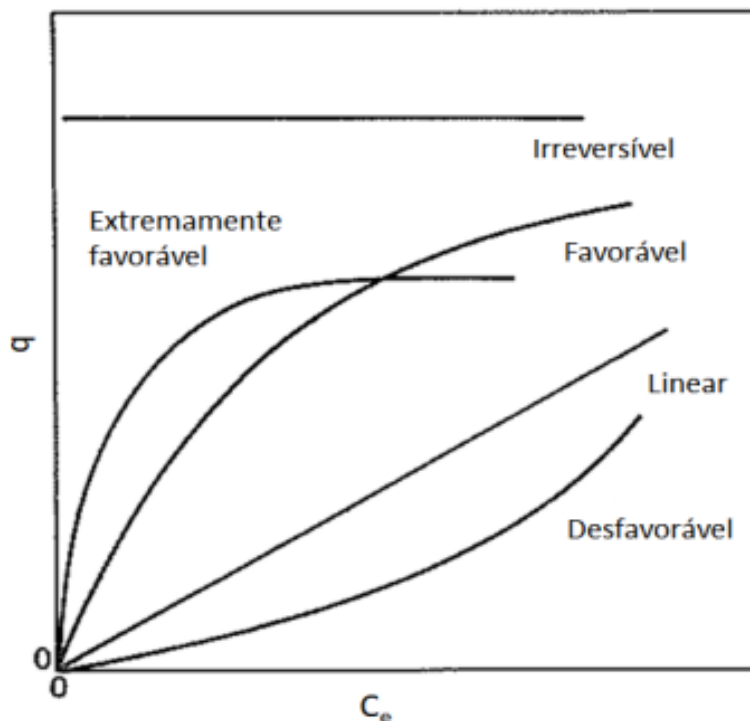


Figura 3.3-1 Isotermas de adsorção

Fonte: Adaptado de MACCABE et al.,(1993).

3.3.1 Isoterma de Langmuir

O modelo de Langmuir foi inicialmente empregado para quantificar e contratar o desempenho de adsorção de gases em uma superfície sólida (LANGMUIR, 1918). Ela é baseada na suposição de que a adsorção ocorre em uma superfície homogênea, onde todos os sítios de adsorção são energeticamente equivalentes e a adsorção é limitada a uma única camada de molécula adsorvida (RUTHVEN, 1984). Esse modelo é representado pela equação de Langmuir (Equação 1) que relaciona a quantidade de adsorbato adsorvido com a concentração de equilíbrio na solução.

$$q_e = \frac{q_m * K_L * C_e}{1 + K_L * C_e} \quad (1)$$

Onde:

q_e = Quantidade adsorvida na partícula no equilíbrio (mg g^{-1});

q_m = Capacidade máxima de adsorção, relacionada à cobertura de uma monocamada (mg g^{-1});

K_L = Constante de Langmuir (L mg^{-1});

C_e = Concentração de equilíbrio (mg L^{-1}).

A isoterma de Langmuir é considerada favorável quando o valor de K_L é alto e o resultado da multiplicação de K_L por C_e sendo muito maior que 1 indica uma isoterma extremamente favorável. Já quando o valor dessa multiplicação é menor que 1 a isoterma pode ser considerada linear (MACCABE et al., 1993).

3.3.2 Isoterma de Freundlich

O modelo de Freundlich foi originalmente empregado para descrever a adsorção de alguns ácidos orgânicos em diferentes tipos de carvão (FREUNDLICH, 1907). Ao contrário do modelo de Langmuir, o modelo de Freundlich não se restringe à formação de monocamadas, logo, a adsorção em multicamadas é possível (ADAMSON & DAST, 1997).

A equação de Freundlich tem a forma geral da Equação 2.

$$q_e = k_F * C_e^{\frac{1}{n}} \quad (2)$$

Onde:

q_e = Quantidade adsorvida no equilíbrio (mg g^{-1});

C_e = Concentração de equilíbrio (mgL^{-1});

k_F = Constante de Freundlich (Lmg^{-1});

n = Intensidade de adsorção.

3.4 Projeto experimental de Taguchi

Segundo Fraley *et al.* (2022), o planejamento experimental, conhecido em inglês *Design of Experiments* (DOE), é uma abordagem robusta para otimizar a qualidade do produto e do processo ao mesmo tempo em que minimizar custos.

Em geral, para análise de eficácia de carvões ativados, são realizados experimentos de cinética para entender a taxa de adsorção e os fatores que possuem influenciam o processo de adsorção, como temperatura, potencial hidrogeniônico (pH) e concentração inicial de poluentes (Rodriguez *et al.*, 2009).

No entanto, os testes de cinética são demorados, e devido ao grande número de fatores a serem analisados, leva-se muito tempo para obter resultados significativos. Para reduzir o número de testes, custos e tempo são propostos os planejamentos experimentais, os quais buscam diminuir a quantidade de experimentos, obtendo, ainda assim, informações relevantes e confiáveis (KEMPTHONE, 1983).

O planejamento operacional de Taguchi, desenvolvido pelo Dr. Genichi Taguchi, e publicado em “*Introduction to Quality Engineering: Designing Quality into Products and Processes*” (TAGUCHI, 1986), consiste em um método DOE cujo foco é a minimização da variação e a redução da sensibilidade para ruídos.

Segundo Rao *et al.* (2013), a abordagem de Taguchi é robusta para otimizar a qualidade do produto e do processo, minimizando simultaneamente os custos. Ela emprega matrizes ortogonais para organizar eficientemente os parâmetros e seus níveis, reduzindo o número de experimentos necessários em comparação com projetos fatoriais completos. Quanto os resultados, Roy (2001), afirma que podem ser realizados de duas formas: análise da média e a análise da variância (ANOVA), que permitem avaliar o desempenho dos produtos, além de possibilitar uma representação gráfica linear dos fatores influentes na propriedade em questão (MARANHO, 1996).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente estudo, foi realizada a produção de carvão ativado a partir de biomassa da fibra de coco. A fim de constatar a eficácia no método utilizado para sua ativação, foi realizada a comparação entre o carvão apenas carbonizado em mufla e o carvão ativado após sua carbonização.

Para averiguar a eficácia foram realizados testes de adsorção em diferentes concentrações de azul de metileno utilizando um processo experimental de Taguchi, com o objetivo de avaliar a aplicabilidade da metodologia para essa análise.

4.1 EQUIPAMENTOS E REAGENTES

Para a produção do carvão foi utilizado como matéria prima a fibra de coco, a qual foi obtida em um comércio de materiais voltados a floricultura. A fibra de coco foi adquirida no estado de fios limpos, não sendo necessária preparação prévia para a queima do material.

Para os processos de queima e ativação foi utilizada mufla em atmosfera ambiente. Ainda na etapa de preparação de adsorvente, foram utilizados almofariz, pistilo e peneira para obter a granulometria necessária para os testes de adsorção.

Para a ativação do carvão, utilizou-se Hidróxido de potássio (KOH) e para sua neutralização foi utilizado Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) e água destilada.

Para a produção do efluente sintético, foi utilizado o corante catiônico Azul de Metileno, o qual possui estrutura molecular aromática heterocíclica (Figura 4.1-1) com fórmula química $C_{16}H_{18}N_3CL$. Este composto é amplamente utilizado como modelo para estudos remoção de contaminantes e testes de adsorção. Para o ajuste do potencial hidrogeniônico (pH) das soluções, foram utilizados ácido clorídrico (HCl) e hidróxido de sódio (NaOH).

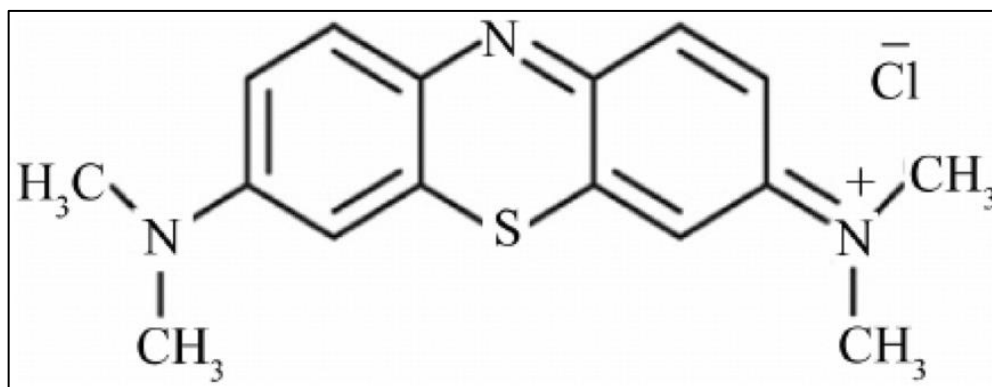


Figura 4.1-1 Estrutura química do Azul de Metileno.

Fonte: Mussa *et al.*, 2023.

Para análise dos experimentos de adsorção, foi utilizado o espectrofotômetro UV/Vis DR 6000 (HACH). Para a análise de pH e temperatura foram utilizados os equipamentos pHmetro “AC-100P” (MS TECNOPON) e o termômetro “SH-102” (JPROLAB). Os testes de adsorção foram realizados no agitador magnético “MS-52M” (JEIO TECH). As análises de Demanda Química de Oxigênio (DQO) foram realizadas pelo método titulométrico. E, por fim, os ensaios de Carbono Orgânico Total (COT) foram realizados no equipamento “Vario TOC cube” (ELEMENTAR).

4.2 PREPARAÇÃO DO CARVÃO ATIVADO

Para a preparação do carvão ativado foi adaptada a metodologia de Abbaci (2022), que utilizou casca de batata como matéria-prima em um processo de dupla pirólise com fluxo contínuo de nitrogênio, intermediado por KOH. Buscando uma alternativa economicamente viável para a produção de carvão, no presente estudo foi utilizada uma mufla em atmosfera ambiente, o que permitiu reduzir significativamente os custos de produção.

Dessa forma a fibra de coco foi carbonizada durante 2 horas a 300°C em mufla. Após a queima, o carvão foi triturado com o auxílio de almofariz e pistilo, e peneirado em peneira de 25 mm. Essa granulometria foi selecionada buscando que o carvão se aproximasse ao máximo do carvão ativado P.A em pó. Após a peneiragem, o carvão foi misturado com hidróxido de potássio em pó, na razão de 1:4 e então retornou a mufla por 2 horas a 600°C.

Em sua pesquisa, Abbaci (2022) utilizou para os dois ciclos de pirólise a temperatura de 600 °C durante 2 horas. Buscando analisar o potencial de remoção do carvão após a primeira queima, foram realizados testes de adsorção com os carvões resultantes de queimas de 1, 2, 3 e 4 horas. Para estes testes preliminares de adsorção, foram utilizadas soluções de 100 mg L⁻¹ de

azul de metileno, onde foram adicionados 50 ml de solução e 0,1 g de carvão. O teste foi mantido em agitação de 220 rpm por 2 horas sob temperatura de 25 °C. A partir destes testes observou-se boa eficiência na remoção dos carvões, porém, a partir da segunda hora de queima, a quantidade de azul de metileno adsorvida se manteve estável. Dessa forma foi determinado o tempo de 2 horas para esta primeira etapa, resultando no Carvão de Fibra de Coco (CFC). É possível compreender o processo a partir da Figura 4.2-1.



Figura 4.2-1 Processo de produção do CFC.

Para a produção do Carvão de Fibra de Coco Ativado (CFCA), foi adicionado ao CFC KOH, na proporção de 1:4 e a mistura foi homogeneizada. Em seguida, a mistura foi depositada em um cadinho de aço inoxidável e levada a mufla a 600°C por duas horas, permanecendo na mufla até o completo resfriamento. Após a queima, o produto resultante foi lavado com água destilada e então imerso em solução de HCL em concentração de 2M por 24 horas, visando a

remoção de quaisquer sais inorgânicos, e posteriormente lavado com água destilada até atingir pH próximo a neutralidade. Por fim, o CAFC foi levado a estufa durante 24 horas a 80° C. O processo de produção do CFCA é compreendido na Figura 4.2-2.



Figura 4.2-2 Processo de produção do CFCA.

4.3 DELIMITAÇÃO DE PARÂMETROS E LIMITES

Vários parâmetros possuem influência no processo de adsorção. Neste estudo, foram selecionados como variáveis a serem utilizadas no projeto experimental de Taguchi o pH, a massa de adsorvente a ser utilizada (g) e a concentração inicial da solução de azul de metileno (mg L^{-1}).

O intervalo de variação do pH foi selecionado visando alcançar uma ampla faixa de valores, desse modo, fixou-se o intervalo de duas unidades iniciando do valor 3 e finalizando no 9.

Para determinação do intervalo de massa a ser utilizado para o método estatístico, foram realizados testes iniciais com o CFC e o CFCA. Nos testes preliminares, foi utilizada 50 ml de solução de azul de metileno a 100 mg L^{-1} e agitação constante de 220 rpm. Para o CFC, foram testadas massas que variaram de 0,02g a 0,2 g com intervalos de 0,04g entre cada teste. Observou-se que, a partir de 0,14 g, o aumento de adsorção do corante se manteve constante, determinando-se, assim, o intervalo de 0,02g a 0,14g para o CFC. Para o CFCA, foram testadas massas variando de 0,01g a 0,1g, com intervalos de 0,01g entre cada teste. A estabilidade de adsorção foi obtida com 0,04g, estabelecendo-se o intervalo de 0,01g a 0,04g.

Com a maior massa determinada para cada tipo de carvão, foi analisado o intervalo para o fator tempo. Mantendo a solução inicial de 100 mg L^{-1} de azul de metileno, foram realizados testes com o CFC e o CFCA, constatando-se estabilidade na remoção do azul de metileno a partir de 180 minutos para o CFC e 120 minutos para o CFCA.

Por fim, as concentrações iniciais foram definidas a partir de testes preliminares com os valores máximos de massa e tempo. Constatou-se que, para os dois adsorventes, a concentração máxima que obteve uma boa redução da concentração de azul de metileno foi 200 mg L^{-1} . Assim, foram estipulados intervalos de 50 mg L^{-1} , iniciando em 50 mg L^{-1} e finalizando em 200 mg L^{-1} .

Como parâmetros respostas a serem utilizados no projeto experimental de Taguchi, foram definidos a remoção de Azul de Metileno (%), remoção de DQO (%) e a remoção de COT (%).

4.4 ISOTERMAS DE ADSORÇÃO

Para os estudos de isoterma de adsorção foram utilizados os modelos de Langmuir e Freundlich conforme a Equação 1 e Equação 2 respectivamente.

4.5 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DE TAGUCHI

Segundo Sharma *et al.* (2023), o método de Taguchi envolve três etapas: a primeira é o projeto de matrizes ortogonais, onde uma matriz ortogonal é criada com base no número de

parâmetros de entrada e seus níveis; a segunda etapa consiste na realização de experimentos conforme delineado na matriz ortogonal; e a terceira etapa é a análise dos resultados utilizando a Análise de Variância (ANOVA) para determinar o fator de entrada mais significativo.

Os fatores definidos para a realização do planejamento experimental de Taguchi foram: Concentração Inicial de AM (mg L⁻¹), pH, Massa de Adsorvente e Tempo. Com os intervalos das variáveis selecionadas definidos, foi aplicado o planejamento experimental de Taguchi utilizando o software Minitab® (Minitab Inc., 2022).

Na aplicação da matriz ortogonal, foi utilizada uma L16 (4⁴) com 16 experimentos selecionados. Cada fator foi variado em quatro condições distintas, conforme mostrado na Tabela 4.5-1, indicados pelos níveis 1, 2, 3 e 4 para o CFC e Tabela 4.5-2 para CFCA.

Tabela 4.5-1 Fatores de controle e variações de nível CFC.

Parâmetros CFC	Níveis			
	1	2	3	4
Concentração Inicial AM (mg L⁻¹)	50	100	150	200
Massa (g)	0,02	0,06	0,1	0,14
pH	3	5	7	9
Tempo (min)	30	60	120	180

Tabela 4.5-2 Fatores de controle e variações de nível CFCA.

Parâmetros CFCA	Níveis			
	1	2	3	4
Concentração Inicial AM (mg L⁻¹)	50	100	150	200
Massa (g)	0,01	0,02	0,03	0,04
pH	3	5	7	9
Tempo (min)	15	30	60	120

O planejamento de Taguchi permite determinar o impacto de cada parâmetro na resposta, visando otimizar as condições iniciais para maximizar ou minimizar os resultados desejados.

No método de Taguchi, é possível otimizar as respostas para três situações:

- I. Quanto maior melhor;
- II. Quanto menor, melhor;
- III. No alvo, variação mínima.

Nesse estudo, aplicou-se o mesmo peso para todas as respostas, utilizando a desejabilidade, utilizou-se “quanto maior, melhor” nas respostas remoção de Azul de Metileno (%), remoção de COT (%) e remoção de DQO (%).

Dessa forma, o planejamento experimental de Taguchi para o CFC e o CFCA foi determinado conforme a Tabela 4.5-3 e Tabela 4.5-4, respectivamente.

Tabela 4.5-3 Planejamento experimental de Taguchi – CFC.

Remoção de AM			
Concentração inicial (mg L⁻¹)	pH	Massa (g)	Tempo (min)
50	3	0,02	30
50	5	0,06	60
50	7	0,10	120
50	9	0,14	180
100	3	0,02	120
100	5	0,06	180
100	7	0,10	30
100	9	0,14	60
150	3	0,02	180
150	5	0,06	120
150	7	0,10	60
150	9	0,14	30
200	3	0,02	60
200	5	0,06	30
200	7	0,10	180
200	9	0,14	120

Tabela 4.5-4 Planejamento experimental de Taguchi – CFCA.

Remoção de AM			
Concentração inicial (mg L⁻¹)	pH	Massa (g)	Tempo (min)
50	3	0,01	15
50	5	0,02	30
50	7	0,03	60
50	9	0,04	120
100	3	0,01	60
100	5	0,02	120
100	7	0,03	15
100	9	0,04	30
150	3	0,01	120
150	5	0,02	60
150	7	0,03	30
150	9	0,04	15
200	3	0,01	30
200	5	0,02	15
200	7	0,03	120
200	9	0,04	60

4.1 REMOÇÃO DE CORANTE, DQO E COT

No presente estudo, para determinar a eficiência de remoção do corante AM durante os experimentos de adsorção, foi utilizada a Equação 3 - Remoção de AM (%).

$$\text{Remoção de AM (\%)} = \frac{C_0 - C_f}{C_f} \times 100 \quad (3)$$

Onde:

C_0 = Concentração inicial de AM (mg L⁻¹);

C_f = Concentração final de AM (mg L⁻¹).

Analogamente, foi possível calcular a remoção de DQO (Equação 4) e COT (Equação 5) e CIT (Equação 6) apenas aplicando as concentrações iniciais e finais das respostas na mesma fórmula.

$$\text{Remoção de DQO (\%)} = \frac{C_0 - C_f}{C_f} \times 100 \quad (4)$$

Onde:

C_0 = Concentração inicial de DQO (mg L⁻¹);

C_f = Concentração final de DQO (mg L⁻¹).

$$\text{Remoção de COT (\%)} = \frac{C_0 - C_f}{C_f} \times 100 \quad (5)$$

Onde:

C_0 = Concentração inicial de COT (mg L⁻¹);

C_f = Concentração final de COT (mg L⁻¹).

$$\text{Remoção de CIT (\%)} = \frac{C_0 - C_f}{C_f} \times 100 \quad (6)$$

Onde:

C_0 = Concentração inicial de CIT (mg L⁻¹);

C_f = Concentração final de CIT (mg L⁻¹).

4.2 TESTES DE ADSORÇÃO

Os testes de adsorção foram realizados a temperatura de 25 °C, em mesa agitadora, sob agitação constante de 220 rpm. O Azul de Metileno possui pH natural em torno de 6,4. para o ajuste de pH foram utilizados HCL e NaOH. Com as condições inicial determinadas, os

adsorventes previamente pesados foram adicionados às soluções sintéticas de AM e homogeneizada. Em seguida, iniciou-se a cronometragem da duração dos testes.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Assim como os planejamentos experimentais de Taguchi, as análises dos resultados dos testes de adsorção propostos para o experimento também foram realizadas com a mesma plataforma, Minitab® (Minitab Inc., 2022) e os resultados brutos seguem em anexo a este trabalho (Anexo 01)

5.1 ANÁLISE DAS ISOTERMAS

As isotermas de adsorção foram estudadas a temperatura constante de 25 °C, variando a concentração em quatro valores: 50, 100, 150 e 200 mgL⁻¹. Os testes foram realizados com 50 ml de solução de azul de metileno. Para os testes de CFC foi utilizada massa fixa de 0,14g, já para o CFCA foi utilizada massa fixa de 0,04g, determinadas com base em testes preliminares de delimitação.

Dessa forma, foi analisado o modelo de Langmuir, que considera o processo de adsorção em monocamadas, e o modelo Freundlich, que considera o processo de adsorção em multicamadas e com distribuição não uniforme de sítios ativos.

O Carvão de Fibra de Coco (CFC) obteve como resultado o comparativo mostrado na Figura 5.1-1, a qual demonstrou que o ajuste ao modelo de Langmuir apresentou uma boa correspondência com os dados experimentais. Isso indica que o modelo consegue descrever bem o comportamento de adsorção, sugerindo que o processo de adsorção ocorre em uma superfície homogênea com a formação de uma monocamada. O modelo de Freundlich também apresentou um ajuste razoável aos dados obtidos em laboratório; no entanto, não conseguiu capturar com precisão o comportamento nas faixas mais baixas de concentração.

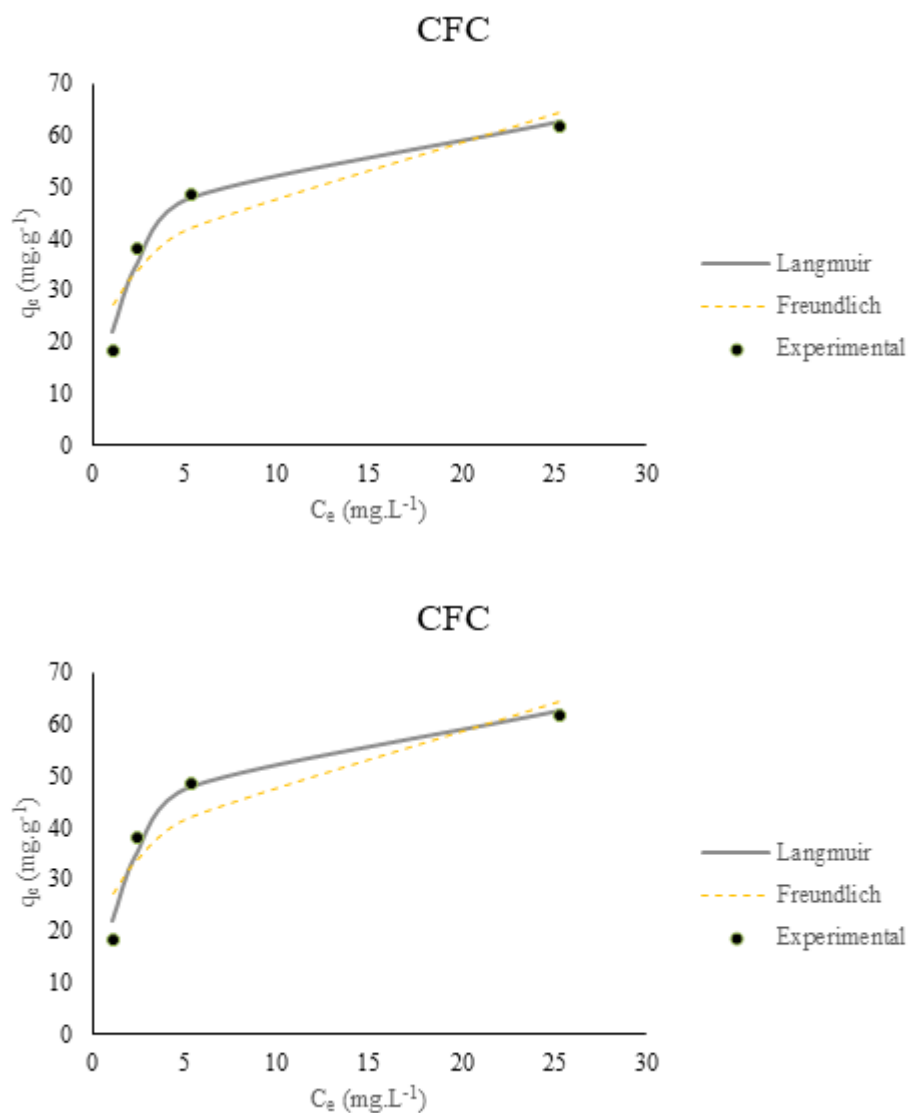


Figura 5.1-1 Isotermas de Langmuir e Freundlich – CFC

O Carvão de Fibra de Coco Ativado (CFCA) apresentou como resultado o comparativo mostrado na Figura 5.1-2, a qual demonstra que ambos os modelos não representaram bem os dados experimentais. Tanto o modelo de Langmuir quanto o de Freundlich preveem valores mais altos de adsorção em concentrações elevadas de equilíbrio, enquanto os dados experimentais mostram uma tendência diferente. Esse comportamento pode indicar que o processo de adsorção não segue os pressupostos básicos dos modelos de Langmuir ou Freundlich.

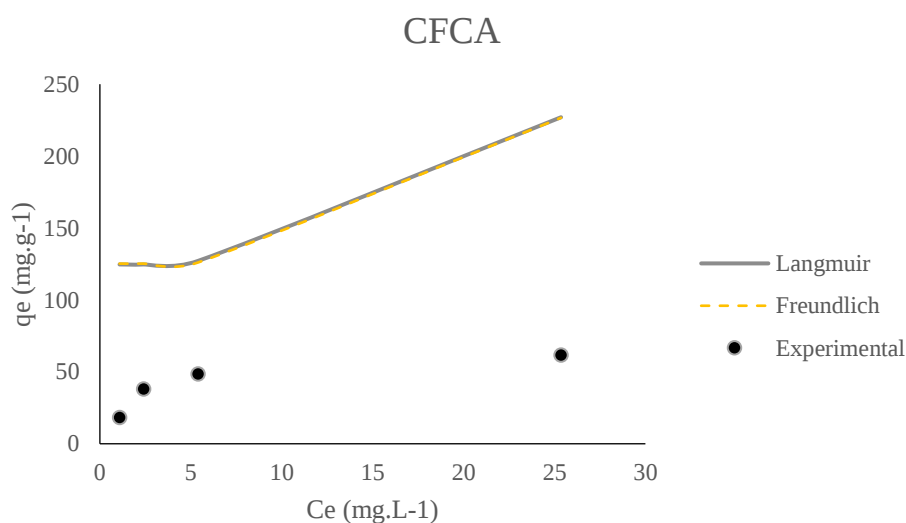


Figura 5.1-2 Isotermas de Langmuir e Freundlich – CFCA

Na tabela abaixo são apresentados os valores dos parâmetros dos modelos de Langmuir e Freundlich, onde é possível identificar o valor de R^2 igual a 0,97 para Langmuir e 0,85 para Freundlich para CFC e para CFCA obtivemos 0,56 e 0,54 respectivamente, evidenciando a adequação dos experimentos realizados com o CFC para a isoterma de Langmuir e a falta de adequação do CFCA para ambos os modelos utilizados.

Tabela 5.1-1 Parâmetros dos isotermas de adsorção:

Carvão	Modelo de Langmuir			Modelo de Freundlich			
	$q_m(\text{mg g}^{-1})$	$k_L(\text{L mg}^{-1})$	R^2	$q_m(\text{mg g}^{-1})$	n	$k_F(\text{mg g}^{-1})(\text{Lmg}^{-1})^{1/n}$	R^2
CFC	23,907	0,438	0,976	146,762	3,643	26,495	0,854
CFCA	6158,382	5,165	0,560	6325,635	7,236	153,452	0,548

5.2 ANÁLISE DE REGRESSÃO MÚLTIPLA DAS RESPOSTAS - CFC

5.2.1 Remoção de Azul de Metileno

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e, assim, avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 7) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de AM (%):

$$\text{Remoção de AM (\%)} = 46,6 - 0,3552C_0 - 0,24pH + 574,2m + 0,0970t \quad (7)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Com a equação de regressão em mãos e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.2-1):

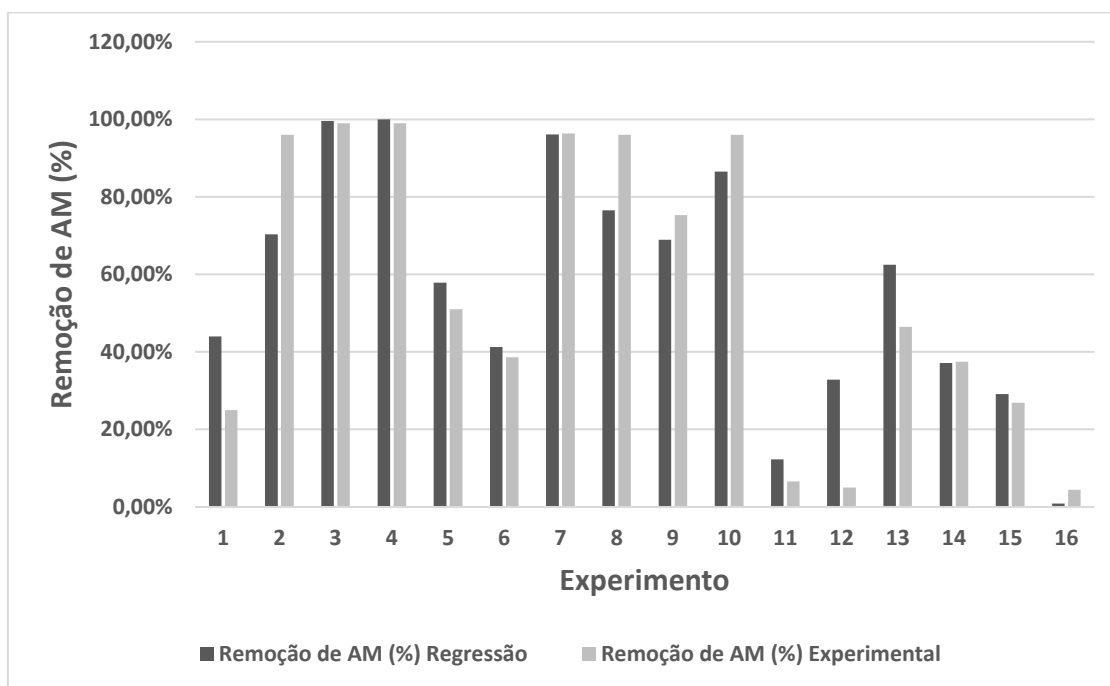


Figura 5.2-1 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de AM (%).

A partir dos resultados obtidos, foi possível analisar que, de forma geral, os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos no experimento. Isso indica que o planejamento experimental de Taguchi apresentou boa precisão na predição das respostas que seriam obtidas em testes laboratoriais futuros.

Verificou-se que os experimentos 2, 3, 4, 7, 8 e 10 obtiveram remoções elevadas, aproximando-se a uma remoção completa do corante presente na curva do Azul de Metileno,

sendo alcançados valores de remoção próximas de 100%. Ademais, o experimento 3 obteve 98,60% de remoção, apresentando maior remoção entre os experimentos realizados.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.2-2), no qual é possível analisar quais são os melhores valores para a remoção do corante Azul de Metileno, sendo eles: 50 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 5 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,14g para a massa de CFC e 120 minutos para a variável tempo.

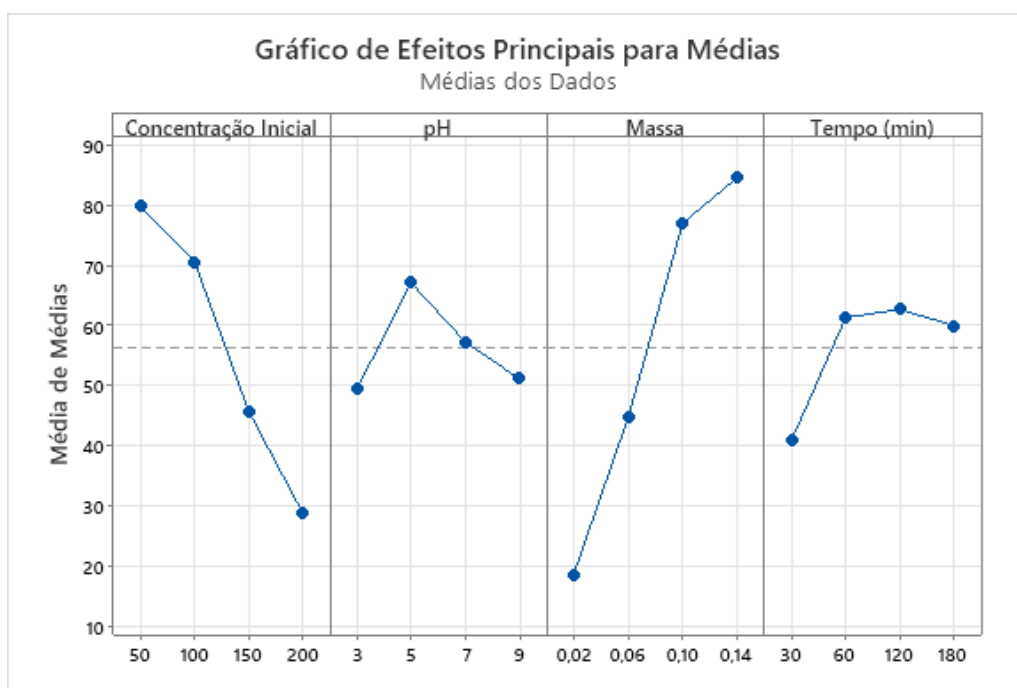


Figura 5.2-2 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de AM – CFC.

A partir das médias obtidas pelo software, também foi possível classificar as variáveis independentes quanto à sua influência na remoção do corante. A Tabela 5.2-4 apresenta a ordem de influência dos parâmetros, destacando a Massa como o fator de maior impacto.

Tabela 5.2-1 Tabela Resposta para Médias – Remoção de AM – CFC:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	79,75	49,43	18,65	41,00
2	70,52	67,03	44,71	61,27
3	45,70	57,23	76,95	52,59
4	28,81	51,10	84,47	59,93

Delta	50,94	17,60	65,82	21,59
Posto	2	4	1	3

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção do corante AM podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.2-2:

Tabela 5.2-2 Análise de coeficientes em regressão múltipla:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	56,92	4,44	(47,15; 66,69)	12,82	0,000	
Concentração Inicial	-26,64	5,91	(-39,64; -13,64)	-4,51	0,001	1,00
Ph	-0,72	5,91	(-13,72; 12,28)	-0,12	0,906	1,00
Massa (g)	34,45	5,91	(21,45; 47,45)	5,83	0,000	1,00
Tempo (min)	7,27	5,73	(-5,34; 19,89)	1,27	0,231	1,00

O valor constante de 56,92 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 56,92. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 47,15 a 66,69, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, pode-se determinar que a “Massa” apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 34,45 e valor-P de 0,000.

O parâmetro “Concentração Inicial” é de grande importância na remoção de AM, porém diferentemente da “Massa”, sua contribuição é inversamente proporcional, apresentando para cada valor unitário da variável, uma redução média de 26,64 e valor-P de 0,001. Já os fatores “pH” e “Tempo”, com coeficientes 0,72 e 7,2, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

Além disso, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, indicando que não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.2-3:

Tabela 5.2-3 ANOVA Remoção de AM - CFC:

Remoção de AM							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P

Modelo	4	17.365,9	83,58%	17.365,9	4.341,5	14,00	0,000
Linear	4	17.365,9	83,58%	17.365,9	4.341,5	14,00	0,000
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	6.310,1	30,37%	6.310,1	6.310,1	20,35	0,001
pH	1	4,6	0,02%	4,6	4,6	0,01	0,906
Massa (g)	1	10.552,0	50,79%	10.552,0	10.552,0	34,03	0,000
Tempo (min)	1	499,2	2,40%	499,2	499,2	1,61	0,231
Erro	11	3.411,1	16,42%	3.411,1	3.411,1		
Total	15	20.777,0	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SQ (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar os baixos valores-P para os parâmetros Massa e Concentração inicial, com influências inversamente proporcionais. Isso significa que as alterações realizadas nos valores destes parâmetros levam a mudança mensuráveis na remoção de AM. Ademais é possível validar também os parâmetros “pH” e “Tempo” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 16,42%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.2.2 Remoção de DQO

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 8) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de DQO (%).

$$\text{Remoção de DQO (\%)} = 25,1 - 0,0983C_0 - 0,76pH + 361,6m + 0,1205t \quad (8)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L⁻¹)

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.2-3):

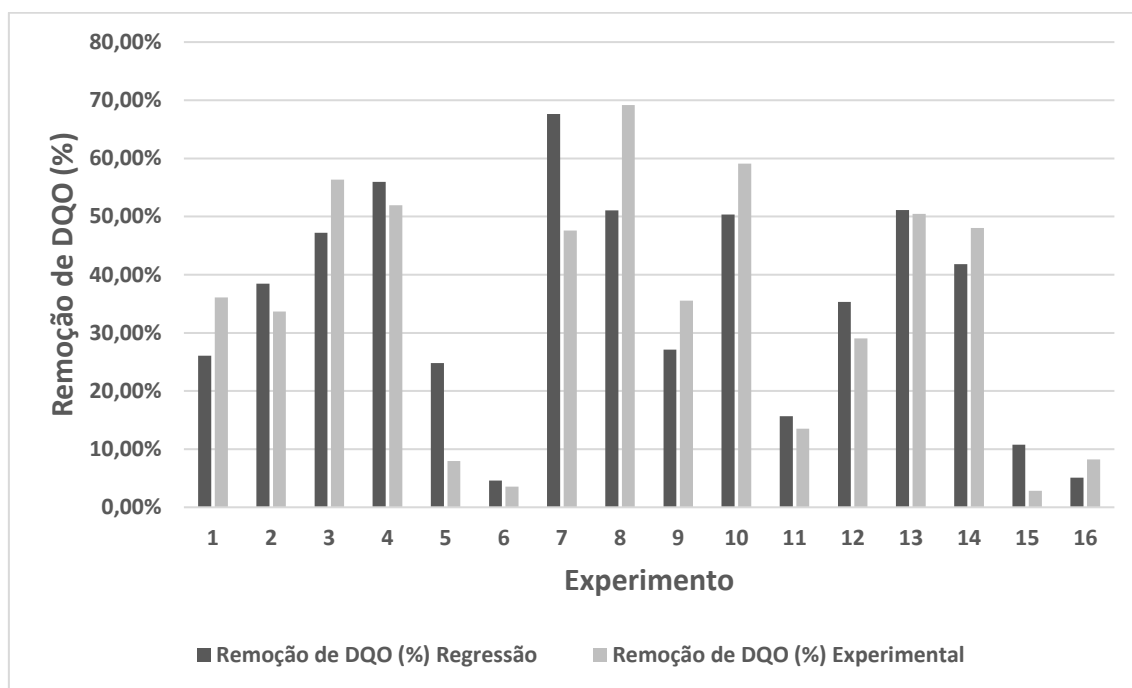


Figura 5.2-3 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de DQO (%).

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos. Dessa forma é possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que os experimentos 8 obteve melhor remoção de DQO, sendo igual a 69,16%. Já os experimentos 3, 4, 10 e 13 obtiveram valores de remoção de DQO superiores a 50% o que indica uma boa performance nos experimentos.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.2-4), no qual é possível analisar quais são os melhores valores para a remoção da Demanda Química de Oxigênio, sendo eles: 50 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 9 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,10g para a massa de CFC e 60 minutos para a variável tempo.

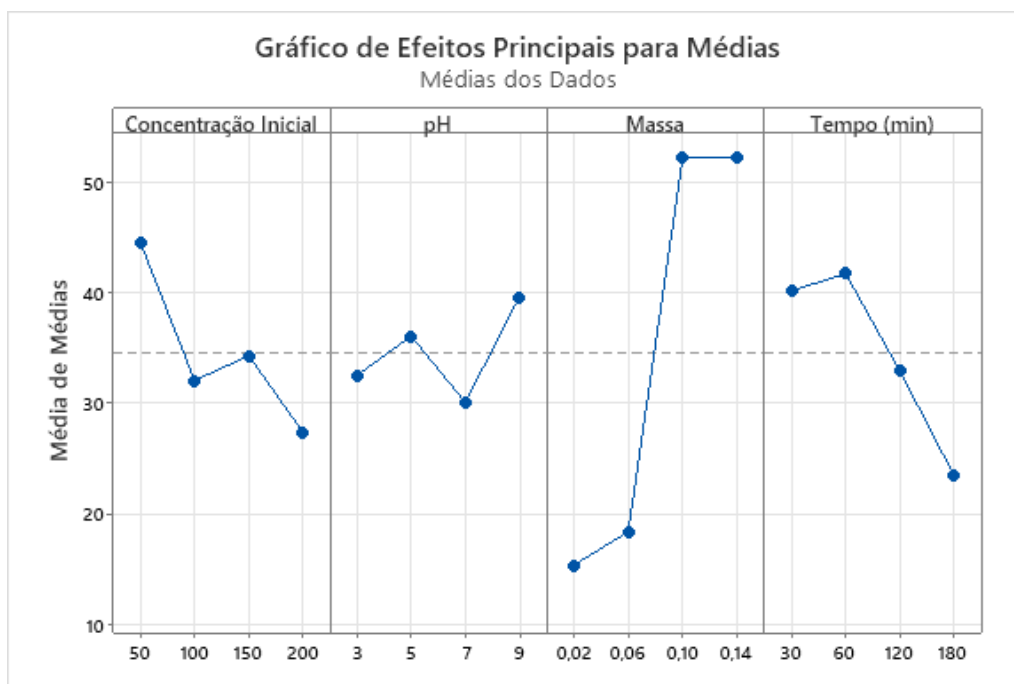


Figura 5.2-4 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de CIT – CFC.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de cor. Dessa forma é possível notar a partir da Tabela 5.2-4 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a massa o fator de maior influência, seguido do fator Tempo, Concentração Inicial e por fim pH:

Tabela 5.2-4 Tabela Resposta para Médias – Remoção de DQO – CFC:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	44,53	35,52	15,36	40,19
2	32,06	36,09	18,38	41,71
3	34,31	30,08	52,27	32,91
4	27,39	39,60	52,28	23,48
Delta	17,14	9,51	36,92	18,24
Posto	3	4	1	2

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção de DQO podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.2-5:

Tabela 5.2-5 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de DQO – CFC:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	33,67	2,98	(27,10; 40,24)	11,25	0,000	
Concentração Inicial	-7,37	3,97	(-16,11; 1,36)	-1,86	0,090	1,00
pH	2,28	3,97	(-6,45; 11,02)	0,58	0,577	1,00
Massa (g)	21,70	3,97	(12,96; 30,44)	5,46	0,000	1,00
Tempo (min)	-9,04	3,84	(-17,52; -0,56)	-2,35	0,039	1,00

O valor constante de 33,67 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 33,67. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 27,10 a 40,24, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que a massa apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 21,70 e valor-P de 0,000.

O parâmetro “Tempo” é de grande importância na remoção de DQO, porém diferentemente da “Massa”, sua contribuição é inversamente proporcional, apresentando para cada valor unitário da variável, uma redução média de 9,04 e valor-P de 0,039. Já os fatores “pH” e “Concentração Inicial”, com coeficientes 2,28 e -7,37, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.2-3:

Tabela 5.2-6 ANOVA Remoção de DQO - CFC:

Remoção de DQO							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	5484,95	78,06%	5484,95	1371,42	9,79	0,000
Linear	4	5484,95	78,06%	5484,95	1371,24	9,79	0,001
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	483,36	6,88%	483,36	483,36	3,46	0,090
pH	1	46,39	0,66%	46,39	46,39	0,33	0,577
Massa (g)	1	4184,28	59,55%	4184,28	4184,28	29,86	0,000
Tempo (min)	1	770,92	10,97%	770,92	770,92	5,50	0,039
Erro	11	1541,36	21,94%	1541,36	140,12		
Total	15	7026,31	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar os baixos valores-P para os parâmetros Massa e Tempo, com influências inversamente proporcionais. Isso significa que as alterações realizadas nos valores destes parâmetros levam a mudança mensuráveis na remoção de DQO. Ademais é possível validar também os parâmetros “Tempo” e “Concentração Inicial” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 21,94%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.2.3 Remoção de COT

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 9) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de COT (%).

$$\text{Remoção de COT (\%)} = 60,3 - 0,0186C_0 - 2,88pH + 153,2m - 0,1329t \quad (9)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.2-5):

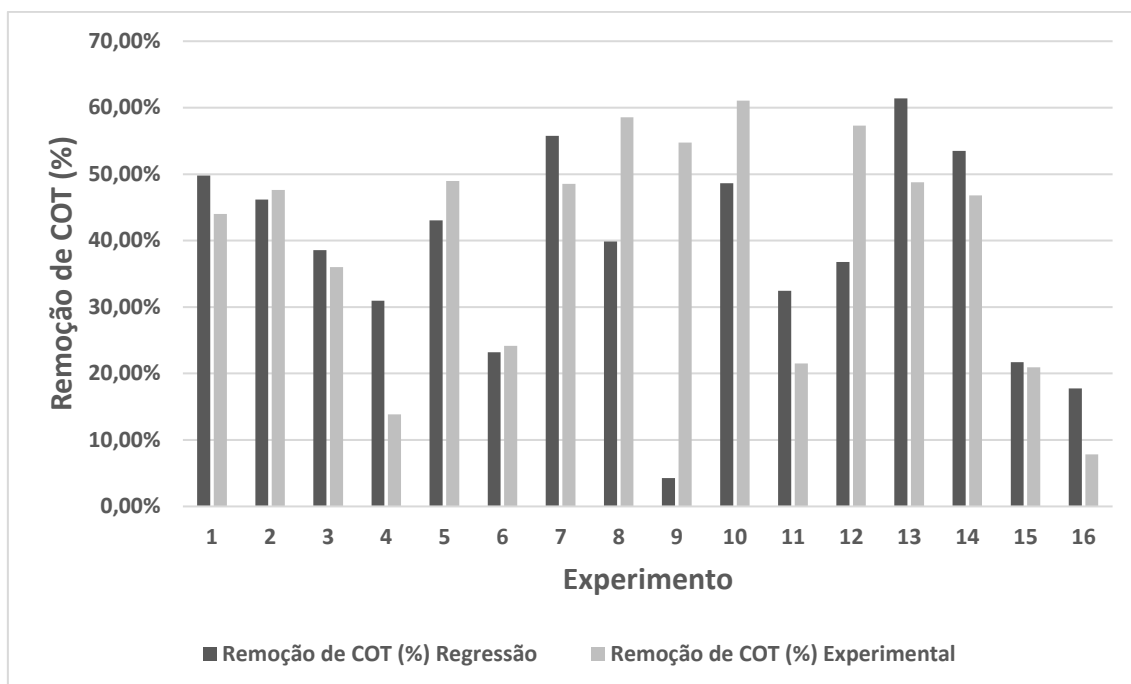


Figura 5.2-5 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de COT (%).

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos, com exceção do experimento número 9 no qual o teste de adsorção laboratorial apresentou remoção muito maior que a prevista pelo modelo. Dessa forma é possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que os experimentos 10 obteve melhor remoção de COT, sendo igual a 61,08%. Já os experimentos 8, 9, e 12 obtiveram valores de COT superiores a 50% o que indica uma boa performance nos experimentos.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.2-6), no qual é possível analisar quais são os melhores valores dos parâmetros para a remoção da Carbono Orgânico Total, sendo eles: 150 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 3 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,10g para a massa de CFC e 30 minutos para a variável tempo.

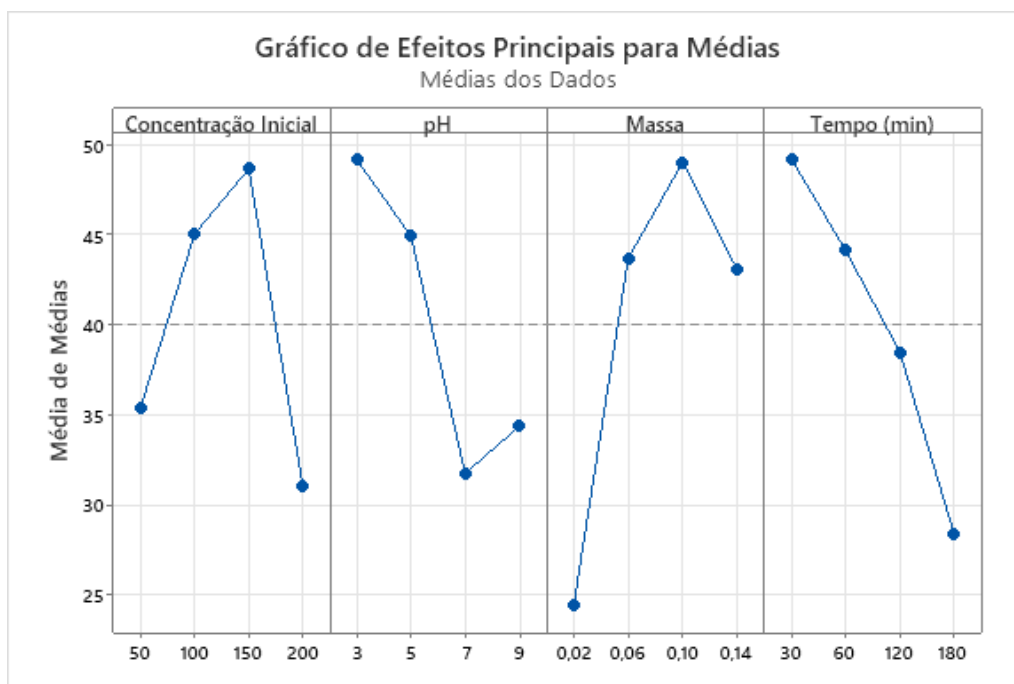


Figura 5.2-6 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de COT – CFC.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de cor. Dessa forma é possível notar a partir da Tabela 5.2-7 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a Massa o fator de maior influência, seguido do fator Tempo, Concentração Inicial e por fim pH:

Tabela 5.2-7 Tabela Resposta para Médias – Remoção de COT – CFC:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	35,40	49,16	24,41	49,19
2	45,04	44,91	43,69	44,12
3	48,66	31,75	49,04	38,47
4	31,09	34,37	43,06	28,41
Delta	17,57	17,41	24,63	20,77
Posto	3	4	1	2

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção do COT podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.2-8:

Tabela 5.2-8 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de COT – CFC:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	39,05	3,38	(31,61; 46,49)	11,55	0,000	
Concentração Inicial	-1,40	4,50	(-11,30; 8,51)	-0,31	0,762	1,00
pH	-8,63	4,50	(-18,53; 1,28)	-1,92	0,082	1,00
Massa (g)	9,19	4,50	(-0,71; 19,10)	2,04	0,066	1,00
Tempo (min)	-9,97	4,37	(-19,58; -0,36)	-2,28	0,043	1,00

O valor constante de 39,05 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 39,05. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 31,61 a 46,49, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que o “Tempo” apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 9,97 e valor-P de 0,043.

O parâmetro “Tempo” é de grande importância na remoção de COT. Já os fatores “pH” e “Concentração Inicial” e “Massa”, com coeficientes 8,63, 1,40 e 9,19, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.2-9:

Tabela 5.2-9 ANOVA Remoção de COT - CFC:

Remoção de COT							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	2368,40	54,48%	2368,40	592,10	3,29	0,053
Linear	4	2368,40	54,48%	2368,40	592,10	3,29	0,053
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	17,35	0,40%	17,35	17,35	0,10	0,762
pH	1	661,38	15,21%	661,38	661,38	3,68	0,082
Massa (g)	1	751,40	17,28%	751,40	751,40	4,18	0,066
Tempo (min)	1	938,28	21,58%	938,28	938,28	5,22	0,043
Erro	11	1979,08	45,52%	1979,08	179,92		
Total	15	4347,48	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar o baixo valor-P para o parâmetro Tempo, com influências inversamente proporcionais. Isso significa que as alterações realizadas nos valores deste parâmetro levam a mudanças mensuráveis na remoção de DQO. Ademais é possível validar também os parâmetros “Tempo” e “Concentração Inicial” e “Massa” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele significativo, porém quando comparados as demais respostas analisadas, não apresentou elevada precisão. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 45,52%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.2.4 Remoção de CIT

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 10) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de CIT (%):

$$\text{Remoção de CIT (\%)} = 118,0 - 0,25C_0 - 3,75pH + 2m - 0,2170t \quad (10)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.4-10):

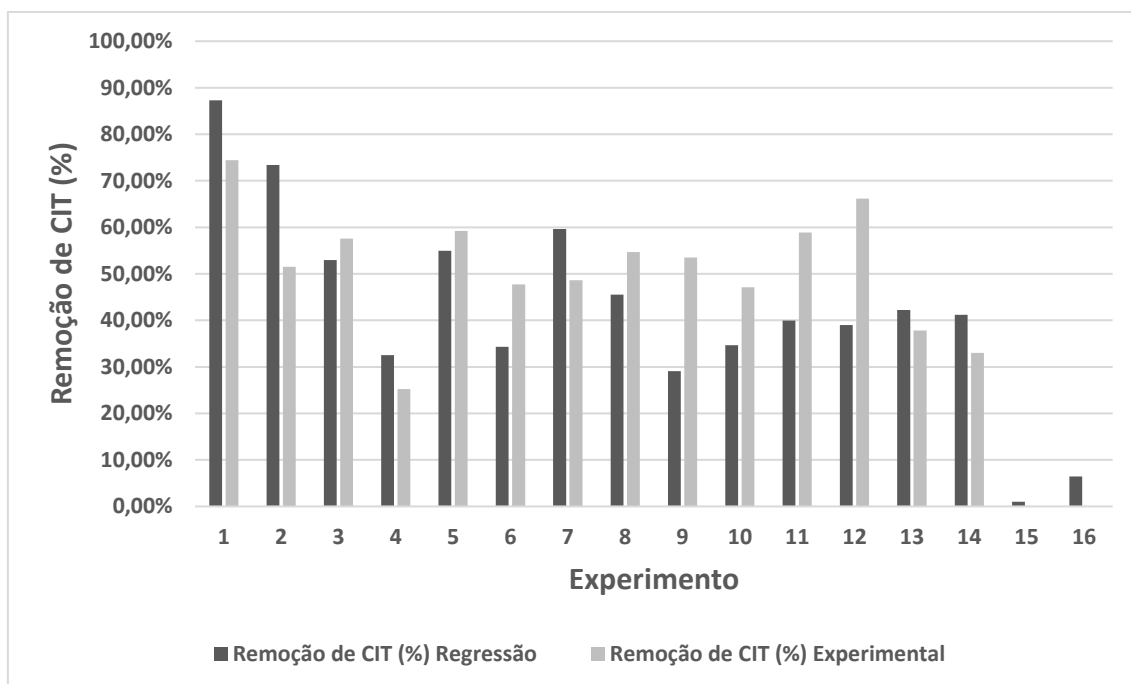


Figura 5.2-7 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de CIT (%).

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos, com exceção dos experimentos número 11 e 12 nos quais os testes de adsorção laboratoriais apresentou remoção significativamente maior que a prevista pelo modelo. Mesmo com estes experimentos tendo apresentado remoção maior que a prevista de forma geral é possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que os experimentos 1 obteve melhor remoção de CIT, sendo igual a 74,40%. Já os experimentos 2, 3, 5, 8, 9, 11 e 12 obtiveram valores de CIT superiores a 50% o que indica uma boa performance nos experimentos.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.2-8), no qual é possível analisar quais são os melhores valores dos parâmetros para a remoção da Carbono Inorgânico Total, sendo eles: 150 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 3 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,10g para a massa de CFC e 30 minutos para a variável tempo.

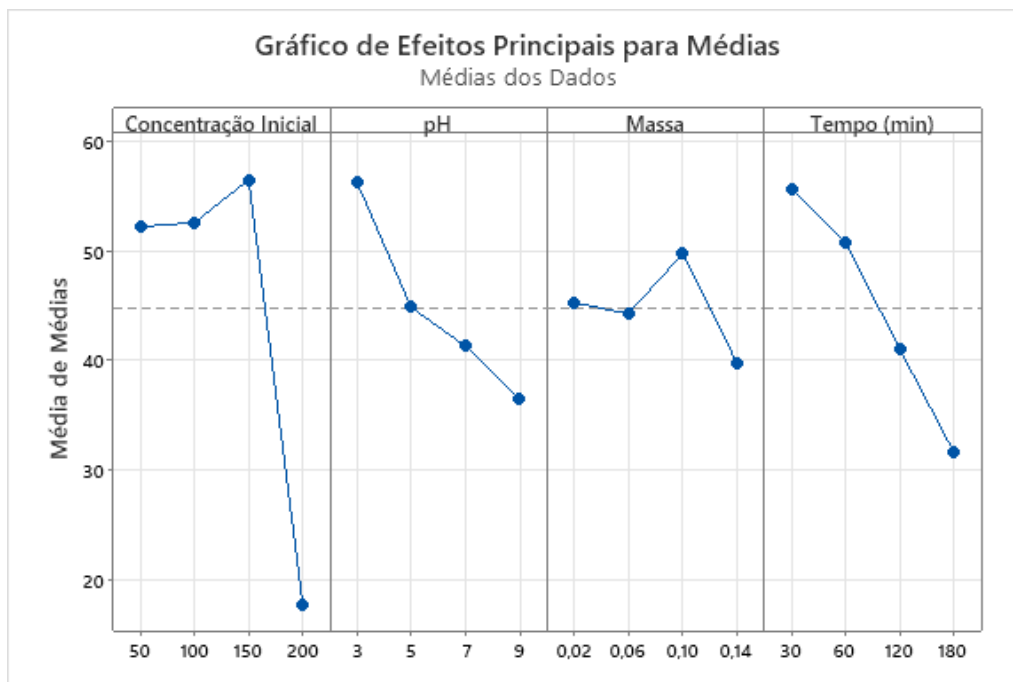


Figura 5.2-8 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de DQO – CFC.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de cor. Dessa forma é possível notar a partir da Tabela 5.2-10 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a Concentração Inicial o fator de maior influência, seguido do fator Tempo, pH e Massa:

Tabela 5.2-10 Tabela Resposta para Médias – Remoção de CIT – CFC:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	52,17	56,23	45,27	55,57
2	52,59	44,85	44,24	50,73
3	56,46	41,30	49,71	40,99
4	17,70	36,52	39,68	31,61
Delta	38,76	19,71	10,03	23,96
Posto	1	3	4	2

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção de CIT podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.2-11:

Tabela 5.2-11 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de CIT– CFC:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	40,60	5,11	(39,25 ; 51,85)	7,95	0,000	
Concentração Inicial	-19,42	6,80	(-34,38; -4,46)	-2,86	0,016	1,00
pH	-11,24	6,80	(-26,20; 3,73)	-1,65	0,127	1,00
Massa (g)	0,14	6,80	(-14,82; 15,10)	0,02	0,984	1,00
Tempo (min)	-16,27	6,60	(-30,79; -1,75)	-2,47	0,031	1,00

O valor constante de 40,60 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 40,60. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 39,25 a 51,85, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que a “Concentração Inicial” apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 19,42 e valor-P de 0,016, seguida do fator “Tempo”, com coeficiente de 16,27 e valor-P igual a 0,031.

Os parâmetros “pH” e “Massa”, com coeficientes 11,24 e 0,14, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05. De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.2-12:

Tabela 5.2-12 ANOVA Remoção de CIT - CFC:

Remoção de CIT							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	6974,9	60,68%	6974,85	1743,71	4,24	0,026
Linear	4	6974,9	60,68%	6974,85	1743,71	4,24	0,026
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	3352,6	29,17%	3352,60	3352,60	8,16	0,016
pH	1	1122,5	9,77%	1122,46	1122,46	2,73	0,127
Massa (g)	1	0,2	0,00%	0,18	0,18	0,00	0,984
Tempo (min)	1	2499,6	21,75%	2499,62	2499,62	6,08	0,031
Erro	11	4519,1	39,32%	4519,11	410,83		
Total	15	11494,0	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar os baixos valores-P para os parâmetros “Concentração e Tempo” e “Tempo”. Isso significa que as alterações realizadas nos valores destes parâmetros levam a mudança mensuráveis na remoção de CIT. Ademais é possível validar também os parâmetros “pH” e “Massa” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 39,32%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.3 ANÁLISE DE REGRESSÃO MÚLTIPLA DAS RESPOSTAS - CFCA

5.3.1 Remoção de Azul de Metileno

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 11) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de AM (%):

$$\text{Remoção de AM (\%)} = 102,2 - 0,2071C_0 - 3,20pH + 1116m + 0,0289t \quad (11)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.3-1):

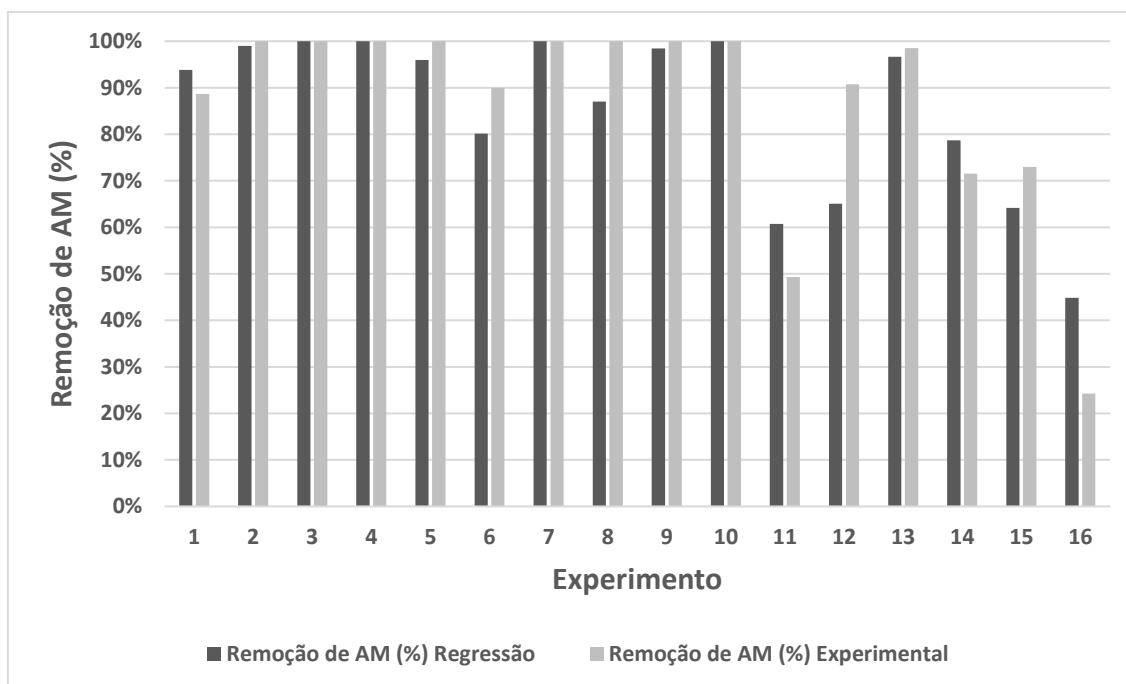


Figura 5.3-1 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de AM (%) - CFCA.

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos. De forma geral é possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que os experimentos 2, 3, 4, 5, 7, 8, 9 e 10 alcançaram 100% de remoção de Azul de Metileno. Já os experimentos 1, 6, 12, 13, 14 e 15 obtiveram remoções superiores a 60%, dessa forma apenas os experimentos 11 e 16 tiveram remoções abaixo de 50%, sendo respectivamente 49% e 24,25%, resultados que indicam uma boa performance do carvão para remoção do corante.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.3-2), no qual é possível analisar quais são os melhores valores dos parâmetros para a remoção do Azul de Metileno, sendo eles: 100 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 3 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,04g para a massa de CFC e 120 minutos para a variável tempo.

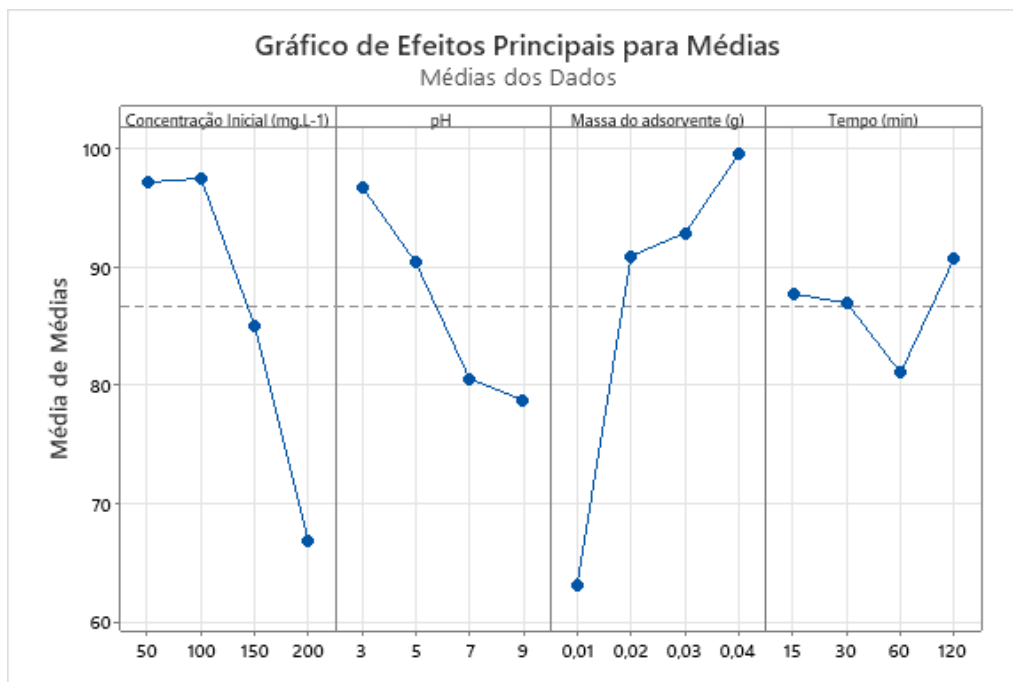


Figura 5.3-2 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de AM (%) – CFCA.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de cor. Dessa forma é possível notar a partir da Tabela 5.3-1 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a Massa o fator de maior influência, seguido do fator Concentração Inicial, pH e Tempo:

Tabela 5.3-1 Tabela Resposta para Médias – Remoção de AM (%) – CFCA:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	97,17	96,80	63,07	87,75
2	97,50	90,39	90,94	86,96
3	85,02	80,58	92,89	81,06
4	66,83	78,75	99,63	90,75
Delta	30,67	18,05	36,56	9,69
Posto	2	3	1	4

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção de DQO podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.3-2:

Tabela 5.3-2 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de AM (%) – CFCA:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	86,96	3,34	(79,60; 94,31)	26,01	0,000	
Concentração Inicial	-15,53	4,32	(-25,04; -6,02)	-3,60	0,004	1,00
pH	-9,59	4,32	(-19,10; -0,09)	-2,22	0,048	1,00
Massa (g)	16,74	4,32	(7,24; 26,25)	3,88	0,003	1,00
Tempo (min)	1,52	4,20	(-7,73; 10,77)	0,36	0,725	1,00

O valor constante de 86,96 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 86,96. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 79,60 a 94,31, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que a Massa de adsorvente apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 16,74 e valor-P de 0,003.

O parâmetro “Concentração Inicial” é de grande importância na remoção de AM, porém diferentemente da “Massa”, sua contribuição é inversamente proporcional, apresentando para cada valor unitário da variável, uma redução média de 15,53 e valor-P de 0,004. Já os fatores “pH” e “Tempo”, com coeficientes 9,59 e 1,54, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.3-3

Tabela 5.3-3 ANOVA Remoção de AM (%) - CFCA:

Remoção de AM							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	5474,94	75,01%	5474,99	1368,73	8,25	0,002
Linear	4	5474,94	75,01%	5484,94	1368,73	8,25	0,002
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	2143,69	29,37%	2143,69	2143,69	12,93	0,004
pH	1	818,05	11,21%	818,05	818,05	4,93	0,048
Massa (g)	1	2491,58	34,13%	2491,58	2491,58	15,02	0,003
Tempo (min)	1	21,62	0,30%	21,62	21,62	0,13	0,725
Erro	11	1824,37	24,99%	1824,37	165,85		
Total	15	7299,31	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar os baixos valores-P para os parâmetros “Concentração Inicial” e “Massa”. Isso significa que as alterações realizadas nos valores destes parâmetros levam a mudança mensuráveis na remoção de AM. Ademais é possível validar também os parâmetros “pH” e “Tempo” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 24,99%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.3.2 Remoção de DQO

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 12) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de DQO (%):

$$\text{Remoção de DQO (\%)} = 96,3 - 0,1098C_0 - 3,18pH + 767m + 0,0534t \quad (12)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.3-3):

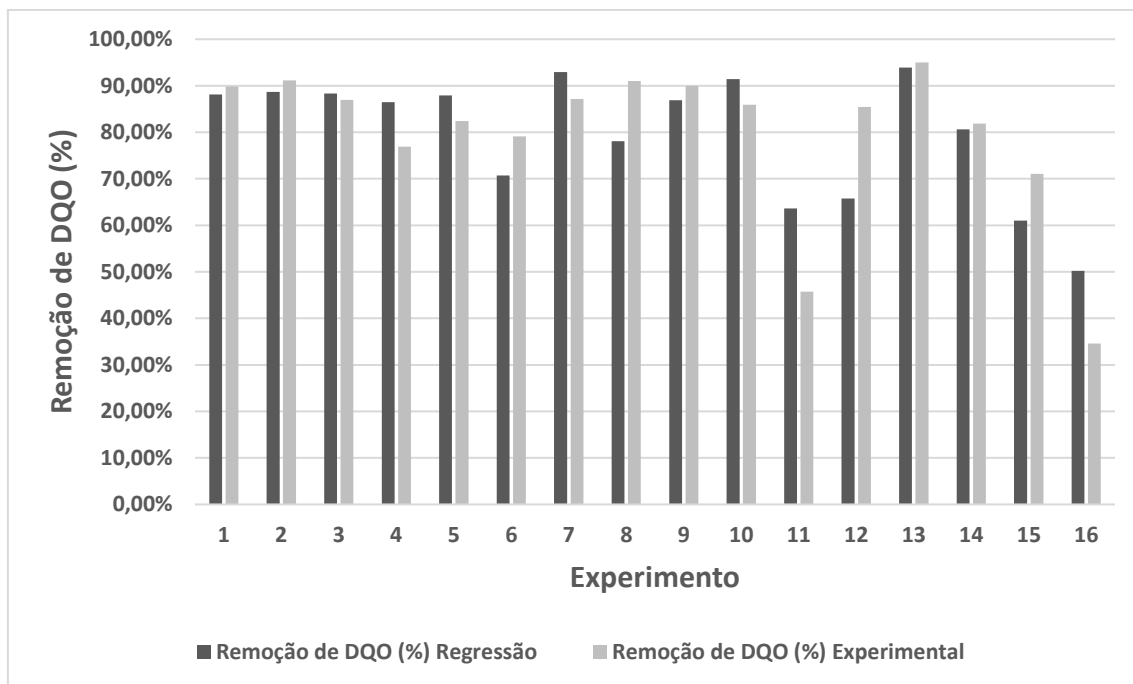


Figura 5.3-3 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de DQO (%) - CFCA.

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos. De forma geral é possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que o experimento 13 obteve melhor remoção de DQO, sendo igual a 95,02%. Já os demais experimentos obtiveram valores de remoção superiores a 71%, com exceção dos experimentos 16 e 11 que apresentaram 50,18% e 45,76% de remoção, valores que indicam boa performance nos experimentos quanto a remoção da Demanda Química de Oxigênio.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.3-4), no qual é possível analisar quais são os melhores valores dos parâmetros para a remoção da Carbono Inorgânico Total, sendo eles: 50 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 3 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,02g para a massa de CFCA e 15 minutos para a variável tempo.

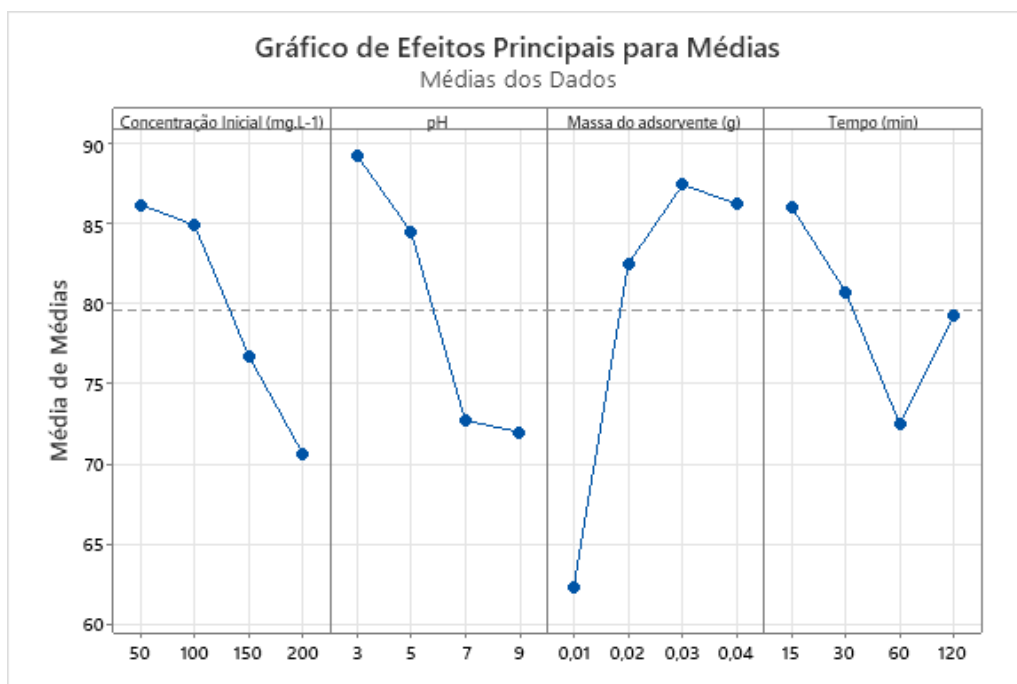


Figura 5.3-4 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de DQO (%) – CFCA.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de cor. Dessa forma é possível notar a partir da Figura 5.3-4 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a Massa do adsorvente o fator de maior influência, seguido do fator pH, Concentração Inicial e Tempo:

Tabela 5.3-4 Tabela Resposta para Médias – Remoção de DQO (%) – CFCA:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	86,22	89,30	62,32	86,07
2	84,92	84,50	82,50	80,74
3	76,76	72,73	87,46	72,47
4	70,63	71,99	86,24	79,25
Delta	15,58	17,31	25,14	13,60
Posto	3	2	1	4

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção de DQO podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.3-5:

Tabela 5.3-5 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de DQO – CFCA:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	79,03	3,03	(72,36; 85,70)	26,09	0,000	
Concentração Inicial	-8,24	3,91	(-16,85; 0,38)	-2,11	0,059	1,00
pH	-9,55	3,91	(-18,17; -0,94)	-2,44	0,033	1,00
Massa (g)	11,51	3,91	(2,90; 20,12)	2,94	0,013	1,00
Tempo (min)	-2,80	3,81	(-11,19; 5,58)	-0,74	0,477	1,00

O valor constante de 79,03 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 79,03. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 72,36 a 85,70, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que a massa apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 0,013 e valor-P de 0,013.

O parâmetro “pH” é de grande importância na remoção de DQO, porém diferentemente da “Massa”, sua contribuição é inversamente proporcional, apresentando para cada valor unitário da variável, uma redução média de 9,55 e valor-P de 0,033. Já os fatores “Tempo” e “Concentração Inicial”, com coeficientes 2,80 e 8,24, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.3-6:

Tabela 5.3-6 ANOVA Remoção de DQO (%) - CFCA:

Remoção de DQO							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	2655,65	64,03%	2655,65	666,41	4,90	0,016
Linear	4	2655,65	64,03%	2655,65	666,41	4,90	0,016
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	603,17	14,49%	603,17	603,17	4,43	0,059
pH	1	811,41	19,49%	811,41	811,41	5,96	0,033
Massa (g)	1	1177,21	28,28%	1177,21	1177,21	8,65	0,013
Tempo (min)	1	73,86	1,77%	73,86	73,86	0,54	0,477
Erro	11	1497,31	35,97%	1497,31	1497,31		
Total	15	4162,96	100,00%	4162,96			

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar os baixos valores-P para os parâmetros “Massa” e “pH”. Isso significa que as alterações realizadas nos valores destes parâmetros levam a mudança mensuráveis na remoção de DQO. Ademais é possível validar também os parâmetros “Concentração Inicial” e “Tempo” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 35,97%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.3.3 Remoção de COT

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 13) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de COT (%):

$$\text{Remoção de COT (\%)} = 88,9 - 0,0898C_0 - 1,82pH + 688m - 0,0167t \quad (13)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrogeniônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.3-5):

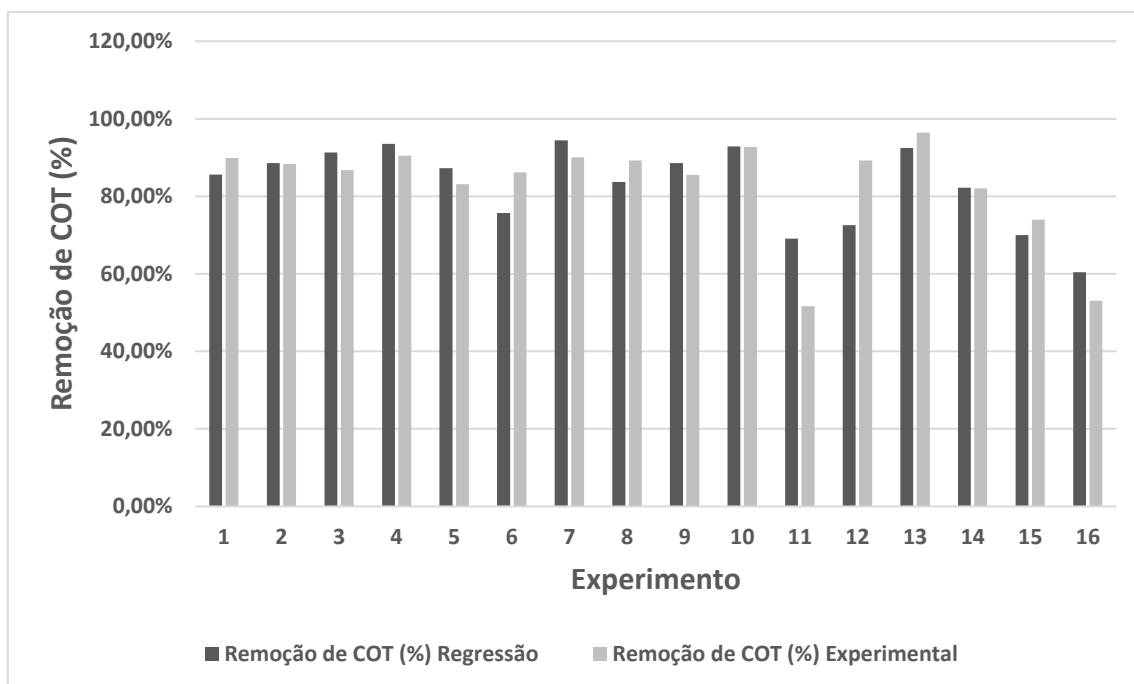


Figura 5.3-5 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de COT (%) – CFCA.

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos. De forma geral é possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que o experimento 13 obteve melhor remoção de COT, sendo igual a 96,45%. Já os demais experimentos obtiveram taxas de remoção superiores a 73%, com exceção dos experimentos 16 e 11, que obtiveram 53,10% e 51,66% , que mesmo com menores taxas de remoção obtiveram valores próximos aos previstos no planejamento de Taguchi, o que indica uma boa performance nos experimentos.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.3-6), no qual é possível analisar quais são os melhores valores dos parâmetros para a remoção da Carbono Inorgânico Total, sendo eles: 50 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 3 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,04g para a massa de CFC e 30 minutos para a variável tempo.

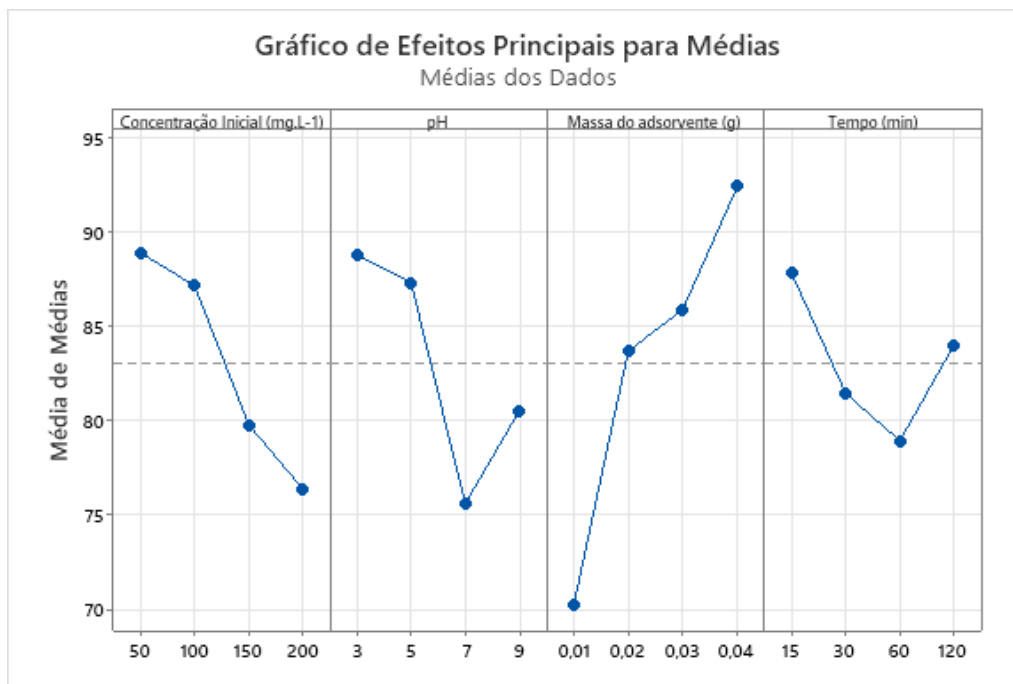


Figura 5.3-6 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de COT (%) – CFCA.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de cor. Dessa forma é possível notar a partir da Tabela 5.3-7 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a Massa de adsorvente o fator de maior influência, seguido do fator pH, Concentração Inicial e Tempo:

Tabela 5.3-7 Tabela Resposta para Médias – Remoção de COT (%) – CFCA:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	88,88	88,77	70,21	87,81
2	87,14	87,31	83,68	81,43
3	79,79	75,60	85,89	78,93
4	76,38	80,52	92,41	84,02
Delta	12,50	13,17	22,20	8,88
Posto	3	2	1	4

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção de COT podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.3-7:

Tabela 5.3-8 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de COT (%) – CFCA:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	82,86	2,35	(77,69; 88,04)	35,24	0,000	
Concentração Inicial	-6,73	3,04	(-13,42; -0,04)	-2,22	0,049	1,00
pH	-5,47	3,04	(-12,15; 1,22)	-1,80	0,099	1,00
Massa (g)	10,32	3,04	(3,63; 17,01)	3,40	0,006	1,00
Tempo (min)	-0,87	2,96	(-7,38; 5,63)	-0,30	0,773	1,00

O valor constante de 82,86 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 82,86. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 77,69 a 88,04, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que a massa apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 10,32 e valor-P de 0,006.

O parâmetro “Concentração Inicial” é de grande importância na remoção de COT, porém diferentemente da “Concentração Inicial”, sua contribuição é inversamente proporcional, apresentando para cada valor unitário da variável, uma redução média de 6,73 e valor-P de 0,049. Já os fatores “pH” e “Tempo”, com coeficientes 5,47 e 0,87, respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.3-9.

Tabela 5.3-9 ANOVA Remoção de COT (%) - CFCA:

Remoção de COT							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	1622,58	64,26%	1622,58	405,644	4,94	0,016
Linear	4	162,58	64,26%	1622,58	405,644	4,94	0,016
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	402,79	15,95%	402,79	265,726	4,91	0,049
pH	1	265,73	10,52%	265,73	946,877	3,24	0,099
Massa (g)	1	946,88	37,50%	946,88	7,187	11,54	0,006
Tempo (min)	1	7,19	0,28%	7,19	82,053	0,09	0,773
Erro	11	902,58	35,74%	902,58			
Total	15	2525,16	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar os baixos valores-P para os parâmetros “Massa” e “Concentração Inicial”. Isso significa que as alterações realizadas nos valores destes parâmetros levam a mudanças mensuráveis na remoção de COT.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 35,74%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.3.4 Remoção de CIT

A partir da análise de dados realizada no software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foi possível encontrar a equação de regressão de cada variável de resposta e dessa forma avaliar a influência de cada fator independente.

A equação abaixo (Equação 14) apresenta o modelo de regressão para a resposta Remoção de CIT (%):

$$\text{Remoção de CIT (\%)} = 97,41 - 0,1267C_0 - 1,52pH + 225m - 0,0674t \quad (14)$$

Onde:

C_0 = Concentração Inicial de Azul de Metileno (mg L^{-1})

pH = Potencial Hidrognônico;

M= Massa de adsorvente (g);

t = Tempo (min)

Tendo em mãos a equação de regressão e os resultados obtidos através dos ensaios de adsorção, foi possível realizar um comparativo entre os valores a partir do gráfico abaixo (Figura 5.3-7):

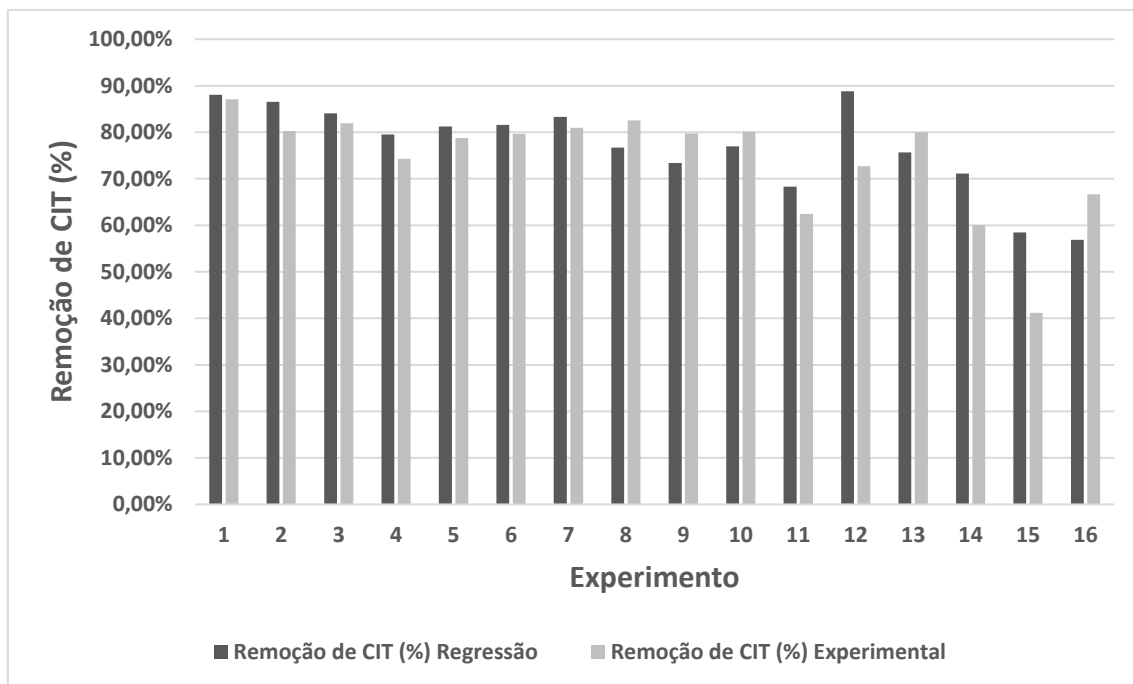


Figura 5.3-7 Respostas e valores previstos pelo modelo de Taguchi para Remoção de CIT (%) – CFCA.

A partir dos resultados obtidos foi possível analisar que de forma geral os valores calculados a partir da fórmula de regressão se aproximaram dos valores obtidos nos experimentos. É possível notar que o planejamento experimental de Taguchi obteve boa precisão quando a predição das respostas que seriam obtidas futuramente em testes laboratoriais.

Constata-se que os experimento 1 obteve melhor remoção de CIT, sendo igual a 87,07%. Já os demais experimentos obtiveram taxas de remoção superiores a 72%, com exceção dos experimentos 14, 15 e 16, que obtiveram 60,05%, 41,22% e 66,68%, que mesmo com menores taxas de remoção obtiveram valores próximos aos previstos no planejamento de Taguchi, o que indica uma boa performance nos experimentos.

A partir do software também foi possível obter o Gráfico de Efeitos Principais para Médias (Figura 5.3-8), no qual é possível analisar quais são os melhores valores dos parâmetros para a remoção da Carbono Inorgânico Total, sendo eles: 50 (mg L⁻¹) para concentração inicial de corante, 3 para o Potencial Hidrogeniônico, 0,04g para a massa de CFC e 60 minutos para a variável tempo.

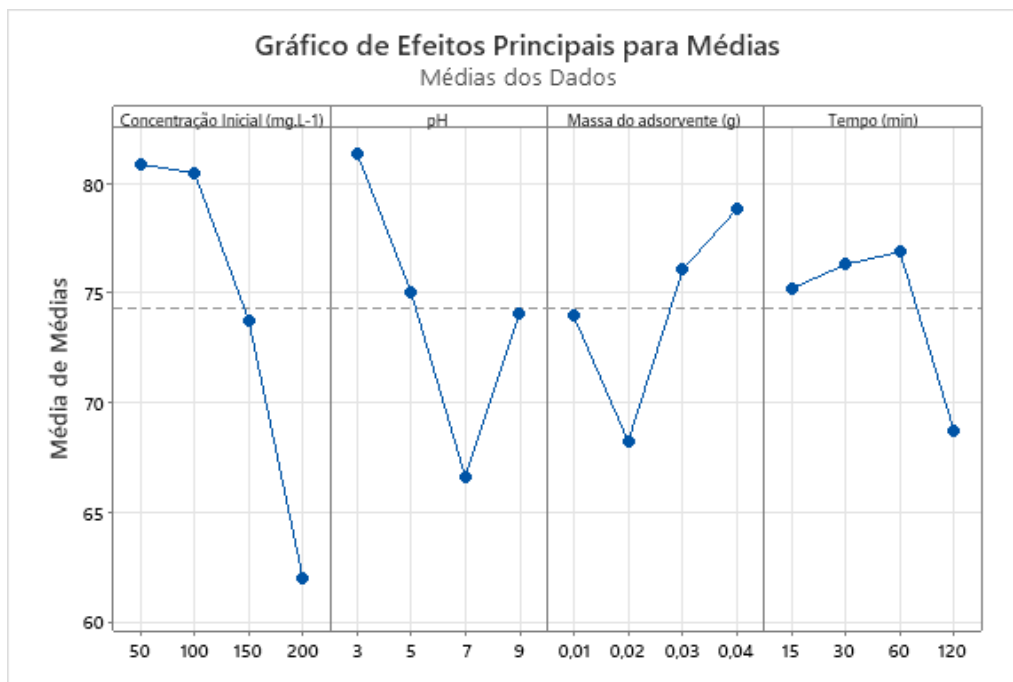


Figura 5.3-8 Gráfico de Efeitos Principais para médias – Remoção de CIT (%) – CFCA.

A partir das médias obtidas pelo software também é possível realizar uma classificação das variáveis independentes considerando qual sua influência para melhor remoção de CIT. Dessa forma é possível notar a partir da Tabela 5.3-10 a ordem de influência dos parâmetros, sendo a Concentração Inicial o fator de maior influência, seguido do fator pH, Massa e Tempo:

Tabela 5.3-10 Tabela Resposta para Médias – Remoção de CIT (%) – CFCA:

Nível	Concentração Inicial	pH	Massa	Tempo (min)
1	80,89	81,40	73,96	75,21
2	80,48	75,04	68,24	76,31
3	73,77	66,64	76,07	76,88
4	62,00	74,06	78,86	68,72
Delta	18,89	14,76	10,62	7,16
Posto	1	2	3	4

Os graus de relevância e significância de cada variável independente para a remoção de CIT podem ser verificados na análise estatística de regressão múltipla, como apresentado na Tabela 5.3-11 :

Tabela 5.3-11 Análise de coeficientes em regressão múltipla - Remoção de CIT – CFCA:

Termo	Coeficiente	EP De Coeficiente	IC de 95%	Valor-T	Valor-P	VIF
Constante	73,52	2,22	(68,63; 78,42)	33,09	0,000	
Concentração Inicial	-9,51	2,87	(-15,82;-3,19)	-3,31	0,007	1,00
pH	-4,56	2,87	(-10,88; 1,75)	-1,59	0,140	1,00
Massa (g)	3,38	2,87	(-2,94; 9,70)	1,18	0,264	1,00
Tempo (min)	-3,54	2,79	(-9,69; 2,61)	-1,27	0,231	1,00

O valor constante de 73,52 indica que, ao manter todos os fatores em seu valor de referência zero, a resposta esperada é de 73,52. Com um intervalo de confiança de 95% variando de 68,63 a 78,42, e a significância é exaltada pelo valor-P de 0,000, ou seja, menor que 0,05.

Como analisado nas Respostas para Médias, a partir da análise de coeficientes em regressão múltipla, é possível determinar que a “Concentração Inicial” apresenta maior significância na resposta final com coeficiente 19,51 e valor-P de 0,007.

Os fatores “pH” e “Tempo” e “Massa”, com coeficientes 4,56, 3,54 e 3,38 respectivamente, não são estatisticamente significantes, pois apresentam valores-P superiores a 0,05.

De igual modo, o Fator de Inflação de Variância (FIV) foi igual a 1,00, portanto não há multicolinearidade entre as variáveis independentes.

Por fim, foi realizado a análise de variância (ANOVA) do teste apresentado na Tabela 5.3-12:

Tabela 5.3-12 ANOVA Remoção de CIT (%) - CFCA:

Remoção de CIT							
Fonte	GL	Seq SQ	Contribuição	SQA	MQA	Valor-F	Valor P
Modelo	4	1207,4	59,97%	1207,4	301,84	4,12	0,028
Linear	4	1207,4	59,97%	1207,4	301,84	4,12	0,028
Concentração Inicial (mg.L ⁻¹)	1	803,1	39,89%	803,1	803,08	10,96	0,007
pH	1	185,2	9,20%	185,16	185,16	2,53	0,140
Massa (g)	1	101,5	5,04%	101,54	101,54	1,39	0,264
Tempo (min)	1	117,6	5,84%	117,59	117,59	1,61	0,231
Erro	11	805,9	40,03%	805,9	73,26		
Total	15	2013,2	100,00%				

Legenda: GL (Graus de Liberdade); Seq SS (Soma de Quadrados Sequencial); Contribuição (Porcentagem da variabilidade total explicada por cada fonte); SQA (Soma de Quadrados Ajustada); MQA (Média de Quadrados Ajustada); Valor-F (Valor da estatística F para testar a hipótese nula); Valor-P (Valor p para testar a significância estatística).

De modo a ressaltar a significância dos fatores, é possível analisar o baixo valor-P para o parâmetro “Concentração Inicial”. Isso significa que as alterações realizadas nos valores deste parâmetro levam a mudanças mensuráveis na remoção de CIT. Ademais é possível validar também os parâmetros “pH” e “Massa” e “Tempo” com valores-P acima de 0,05, não sendo eles estatisticamente significativos.

A partir da ANOVA também foi possível analisar o modelo de forma geral, sendo ele altamente significativo. Por fim, o Erro do modelo, apresentou variação de 40,03%, o que indica que há fontes de variação não consideradas pelo modelo atual.

5.4 SUPERFÍCIE DE RESPOSTA ENTRE VARIÁVEIS INDEPENDENTES

Com o objetivo de proporcionar uma melhor compreensão das relações entre as variáveis independentes e as respostas obtidas, foram elaborados gráficos em superfície 3D e gráficos de contornos para representar os resultados obtidos nas remoções de Azul de Metileno, Demanda Química de Oxigênio, Carbono Orgânico Total e Carbono Inorgânico Total.

Os gráficos de contorno mostram as isolinhas de igual resposta em um plano formado por dois fatores, sendo útil para identificar as melhores condições de remoções. Já os gráficos de superfície 3D estendem o conceito do gráfico de contorno ao adicionar uma terceira dimensão, proporcionando uma visão mais completa da interação entre dois fatores e a sua influência sobre a resposta.

Para realizar a análise das respostas obtidas nos 16 testes de adsorção, optou-se por fixar a variável independente “Tempo” no eixo das abcissas em todos os gráficos, para que fosse possível avaliar a influência dos outros fatores.

5.4.1 Remoção de AM - CFC

A partir dos gráficos de contorno e superfície 3D é possível identificar dois picos de remoção de AM, que ocorrem nas concentrações 50-100 e 150 (mg L^{-1}). Para a concentração de 150 (mg L^{-1}) o tempo ideal de agitação foi atingido após 120 minutos, já para as concentrações entre 50 e 100 (mg L^{-1}) o pico de remoção ocorreu de 30 a 120 minutos, mantendo-se constante até 180 minutos.

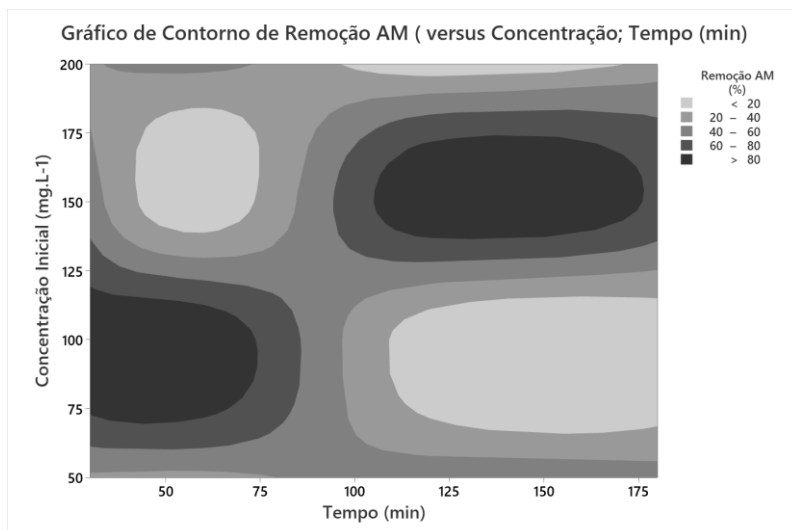


Figura 5.4-1 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFC.

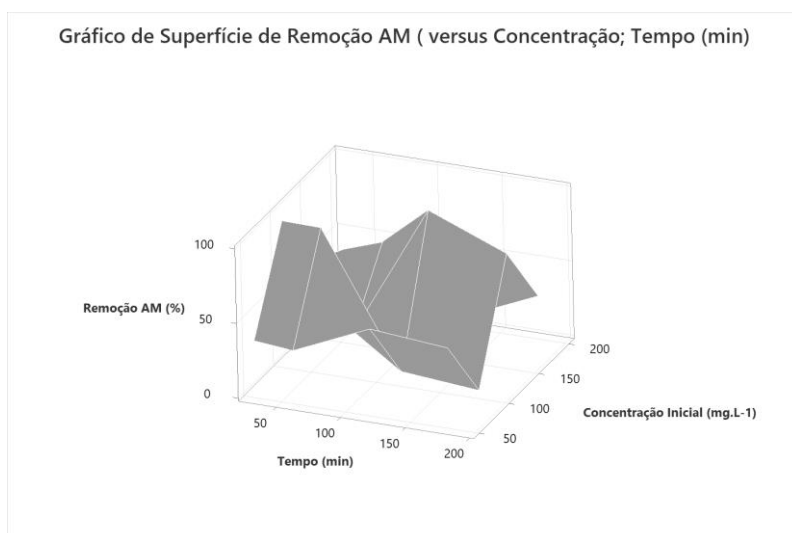


Figura 5.4-2 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFC.

Além disso, a análise dos gráficos indica que, enquanto o aumento do tempo melhora a remoção de AM, esse efeito não é linear para todas as concentrações, para concentrações de 150 (mg L⁻¹), a remoção continua a aumentar de forma significativa até 120 minutos, mas então estabiliza. Já para as concentrações de 50-100 (mg L⁻¹) a remoção atinge seu pico mais rapidamente, sugerindo que a saturação do adsorvente pode ocorrer mais cedo em concentrações mais baixas.

Por fim, é possível notar que a eficiência da remoção de AM tende a diminuir para concentrações mais altas, em especial quando o tempo de agitação é insuficiente.

Ao analisar a Remoção de AM em função do “Tempo” e “pH”, é possível identificar uma ampla zona de otimização, onde o valor do pH encontrasse entre 5 e 7 entre os tempos de 60 a 120. Esta zona indica que, nessas condições, a remoção de AM é maximizada.

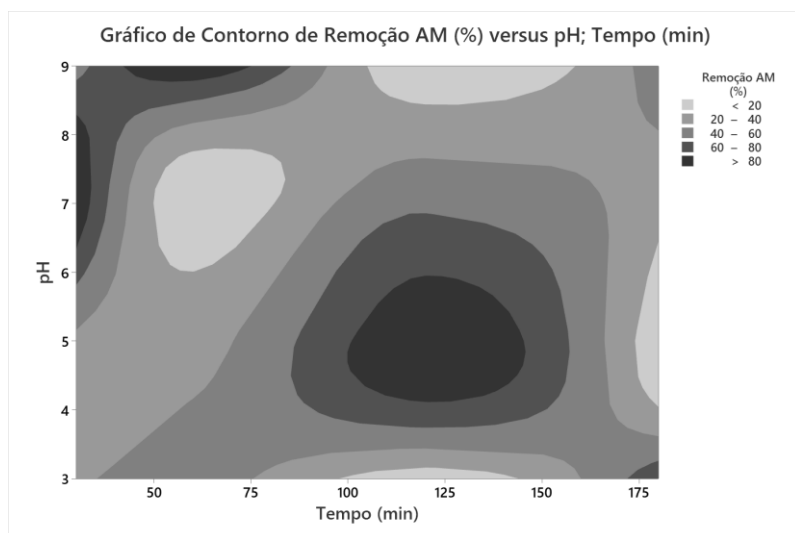


Figura 5.4-3 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFC.

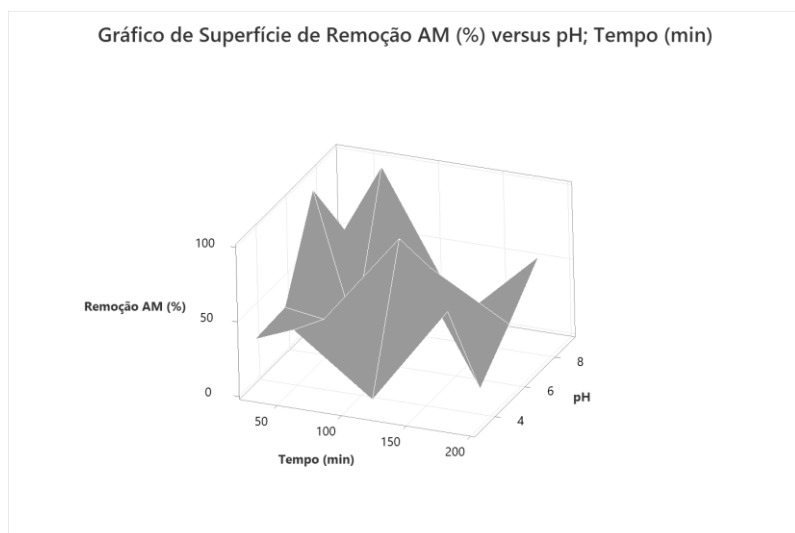


Figura 5.4-4 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFC.

Ao analisar os gráficos obtidos na interdependência de “Massa” e “Tempo”, é possível notar um grande vale na massa 0,02g durante maior parte do experimento. Isso sugere que essa quantidade de adsorvente é insuficiente para remover de forma eficaz o azul de metileno. No entanto, o experimento apresentou excelentes resultados com massas acima de 0,06, contendo valores altos para os experimentos com massa igual ou maior a 0,06, com exceção da massa 0,14 a 60 minutos, onde foi possível identificar uma queda na remoção.

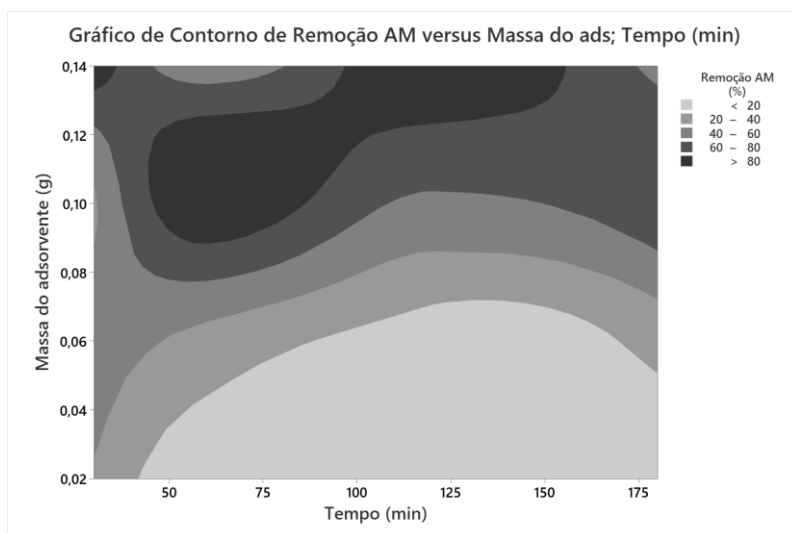


Figura 5.4-5 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFC.

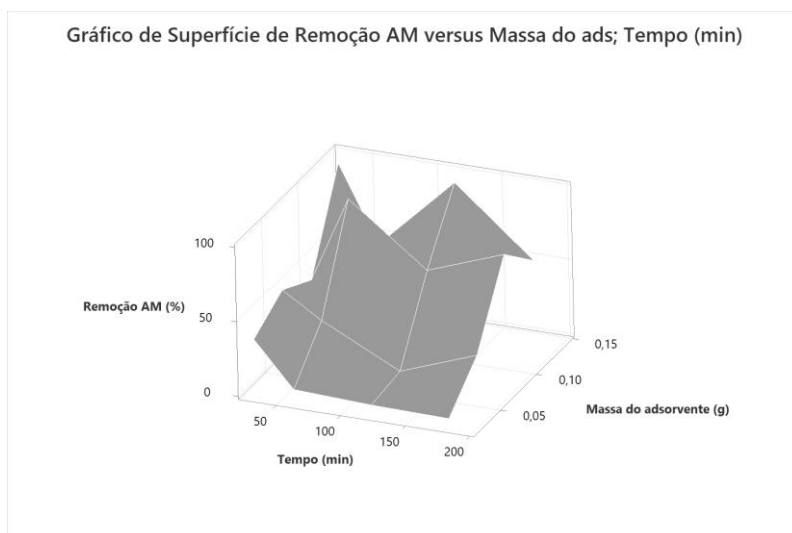


Figura 5.4-6 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFC.

Ao analisar os gráficos obtidos na interdependência de “Massa” e “Tempo”, é possível notar um grande vale na massa 0,02g durante maior parte do experimento. Isso sugere que essa quantidade de adsorvente é insuficiente para remover de forma eficaz o azul de metileno. No entanto, o experimento apresentou excelentes resultados com massas acima de 0,06, contendo valores altos para os experimentos com massa igual ou maior a 0,06, com exceção da massa 0,14 a 60 minutos, onde foi possível identificar uma queda na remoção.

Ao observar o gráfico de superfície 3D é possível analisar que, embora o aumento da massa do adsorvente geralmente melhore a remoção de AM, esse efeito não é linear, pois há uma queda na remoção para massa de 0,14g após 60 minutos.

Apesar de utilização do carvão ativado sem ativação ter apresentado elevadas taxas de remoção do corante azul de metileno, a coloração esverdeada resultante ficou fora da curva de calibração do espectrofotômetro HACH, o que impediu a detecção precisa pelo equipamento. Isso sugere que, embora a remoção tenha sido eficaz, a qualidade final da solução pode ter sido comprometida pela presença de outros componentes não removidos.

5.4.1 Remoção de AM – CFCA

Os gráficos de contorno e superfície 3D revelam dois picos distintos de remoção de AM, localizados nas concentrações de 50-100 mg L⁻¹ e 100 - 150 mg L⁻¹. Para a concentração de entre 50 e 100 mg L⁻¹, o tempo de agitação ideal foi atingido entre 15 e 60 minutos, enquanto para as concentrações entre 100 e 150 mg L⁻¹, a remoção máxima ocorreu entre 60 e 120 minutos.

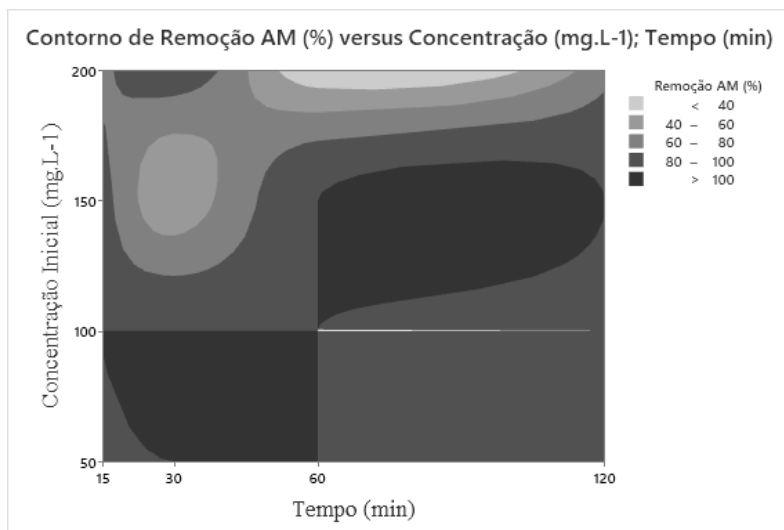


Figura 5.4-7 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFCA.

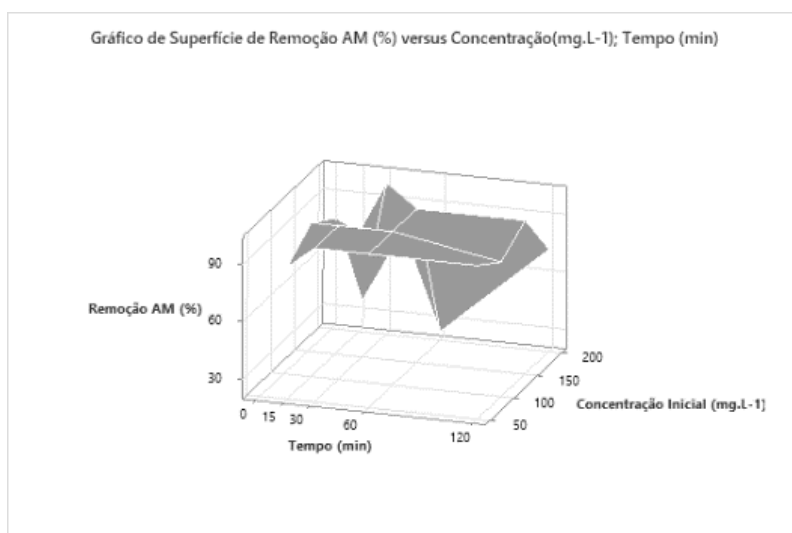


Figura 5.4-8 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, C_0 e Tempo – CFCA.

Os gráficos sugerem a existência de uma relação direta entre a “Concentração Inicial” e o “Tempo” necessário para alcançar a remoção máxima. Concentrações mais baixas de corante requerem menor tempo de agitação para obter sua remoção, já concentrações mais altas necessitam de maior tempo para alcançar sua melhor remoção.

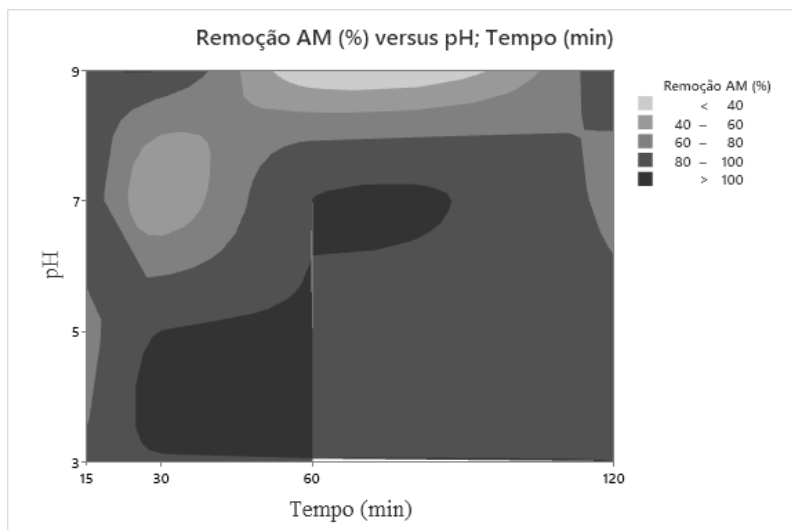


Figura 5.4-9 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFCA.

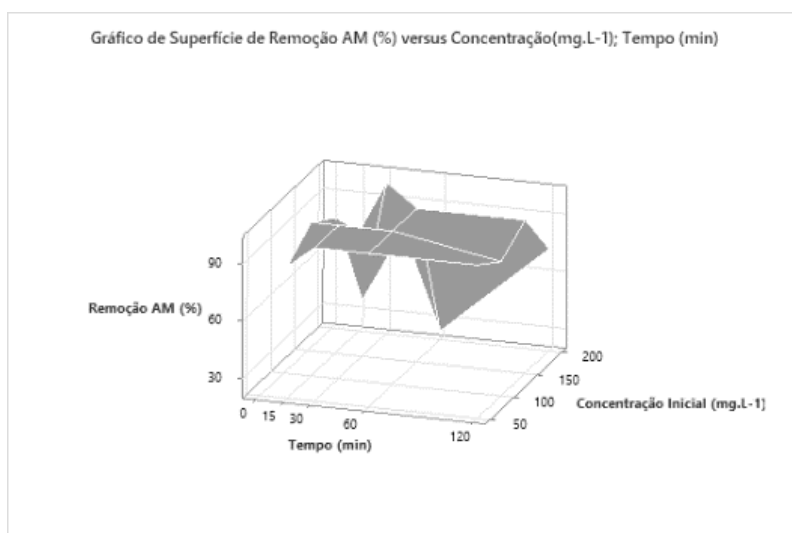


Figura 5.4-10 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, pH e Tempo – CFCA.

Na análise da Remoção de AM em relação ao pH e ao Tempo, duas zonas de otimização foram identificadas, a primeira zona, de maior tamanho, com pH variando entre 3 e 5 com tempos de agitação de 30 a 60 minutos, já a segunda, encontra-se com valores de pH em torno de 7 e com tempo de agitação a 60 minutos.

Os gráficos de contorno mostram uma área mais clara, que também identificada no gráfico de superfície por vales na parte inferior do gráfico. Esta área corresponde a uma zona

com menor remoção, com valores de pH variando entre 7 e 9 durante todos os tempos de agitação. Isso sugere que, enquanto um pH mais ácido favorece a remoção de AM.

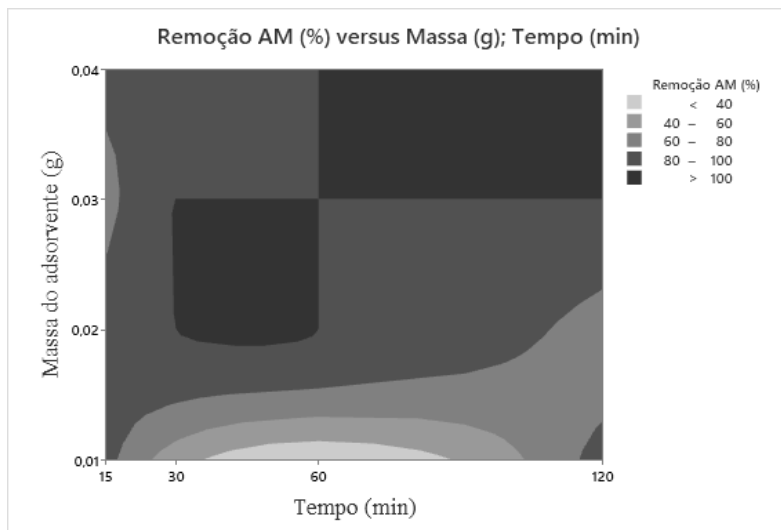


Figura 5.4-11 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFCA.

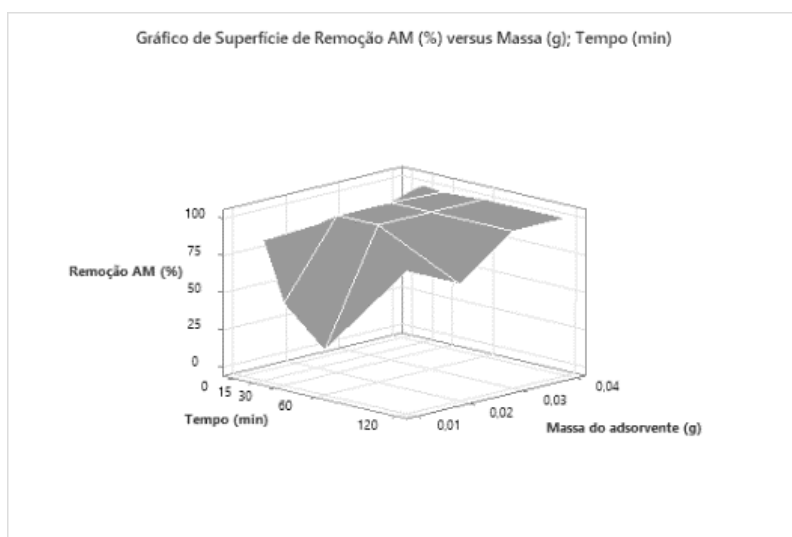


Figura 5.4-12 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de AM, Massa e Tempo – CFCA.

A interdependência entre Massa e Tempo, conforme evidenciado nos gráficos, é marcada por duas áreas de maior remoção de AM. A primeira com massa variando entre 0,02 e 0,03 e tempo de 30 a 60 minutos, e, a segunda, com massa de 0,03 a 0,04 com tempos ideais

entre 60 e 120 minutos. Também foi identificada menor remoção para os testes que foram utilizadas massas entre 0,02 e 0,03.

Quando analisadas de forma geral, as taxas de remoção do corante azul de metileno foram altas para os dois carvões. Porém, apesar das altas taxas de remoção das cores presentes no espectro da curva do corante Azul de Metileno, o Carvão de Fibra de Coco sem ativação, teve como resultado cores esverdeadas já o Carvão de Fibra de Coco com ativação, obteve remoção total do corante, sem deixar resquícios de cor, sendo, dessa forma, mais eficaz para remoção de AM do efluente sintético.

5.4.2 Remoção de DQO - CFC

Os gráficos de contorno e superfície 3D revelam dois picos distintos de remoção de DQO, localizados nas concentrações de 50-100 mg L⁻¹ e 150 mg L⁻¹. Especificamente, para a concentração de 50-100 mg L⁻¹, o tempo ideal de agitação foi alcançado nos primeiros 60 minutos. Já para a faixa de concentração de 150 mg L⁻¹, a remoção máxima ocorreu a partir de 120 minutos.

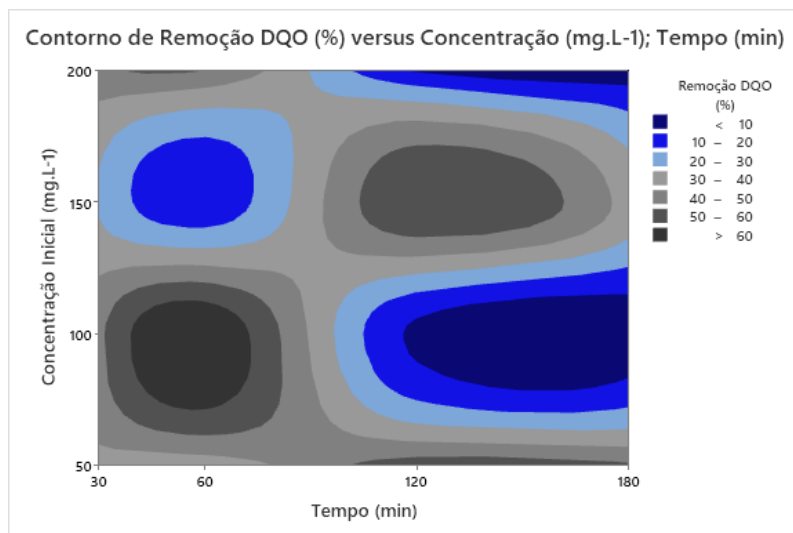


Figura 5.4-13 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFC.

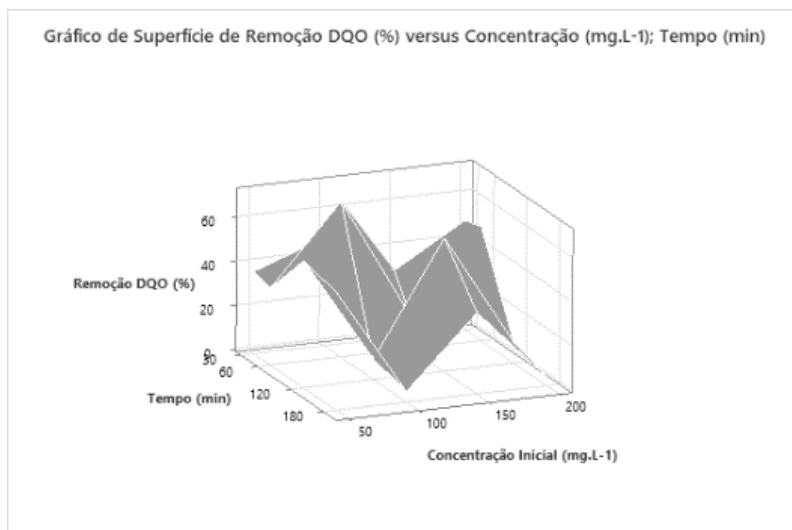


Figura 5.4-14 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFC.

Ademais é possível notar que houve zonas onde a remoção de DQO foi mais baixa, sendo a primeira com concentração de 150 mg L^{-1} de 30 a 60 minutos, e o segundo em concentração de 100 mg L^{-1} a partir de 120 minutos.

Na análise da Remoção de DQO em relação ao pH e ao Tempo, destaca-se um pico de remoção com valores de pH entre 5 e 7, e tempo ideal a 120 minutos. Esse intervalo de pH, combinado com o tempo de contato ideal parece proporcionar as condições ideais para maximização da remoção de DQO. Além disso, é possível identificar quatro áreas onde ocorreram menores remoções, quem podem indicar que fora das condições otimizadas, a eficiência do processo de remoção tende a diminuir.

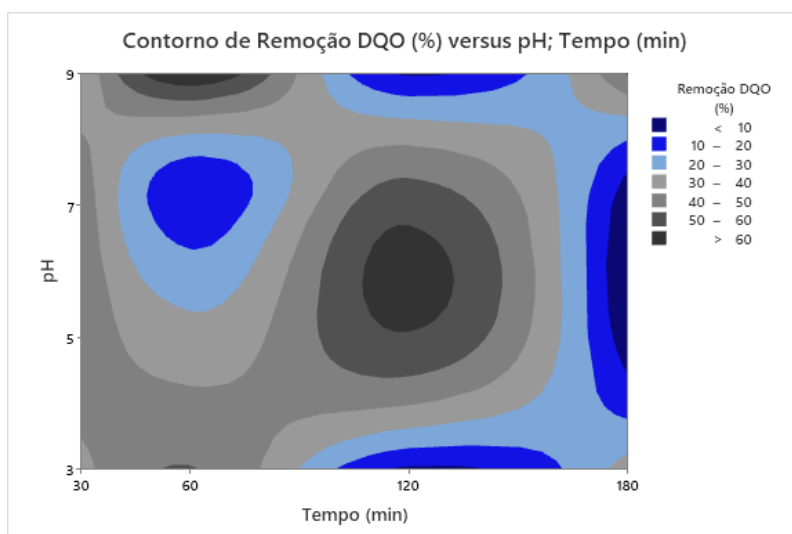


Figura 5.4-15 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFC.

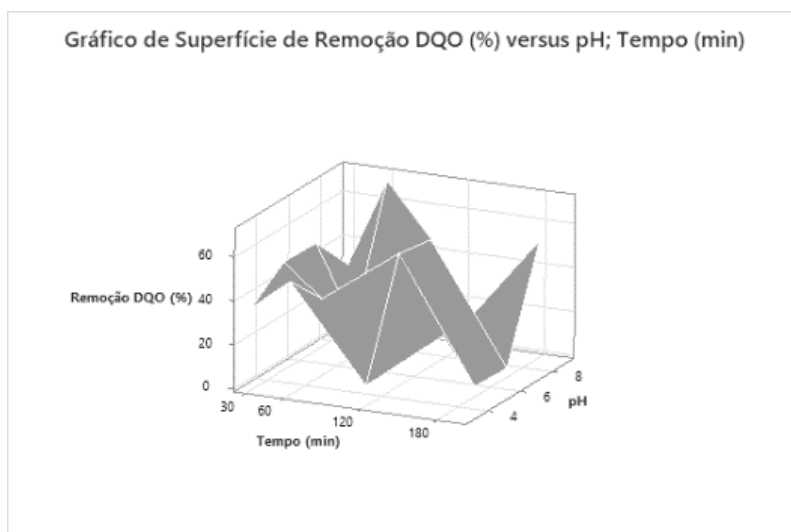


Figura 5.4-16 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFC.

Analisando os gráficos obtidos na interdependência de DQO e Tempo é possível notar um grande vale com valores de massa 0,02 e 0,06, no decorrer dos 180 minutos dos testes, indicando uma menor eficiência de remoção. Já para os valores 0,1 e 0,14 gramas houve grandes remoções indicadas pelas cores escuras e a faixa elevada no gráfico de superfície, com ênfase nos tempos de 30, 60 e 120 minutos. O que sugerem que uma maior massa de adsorvente é crucial para a maximização da remoção de DQO, especialmente em intervalos de tempo específicos. A eficiência aumenta significativamente com o uso de maiores quantidades de adsorvente, enquanto massas menores resultam em remoções menores ao longo do tempo.

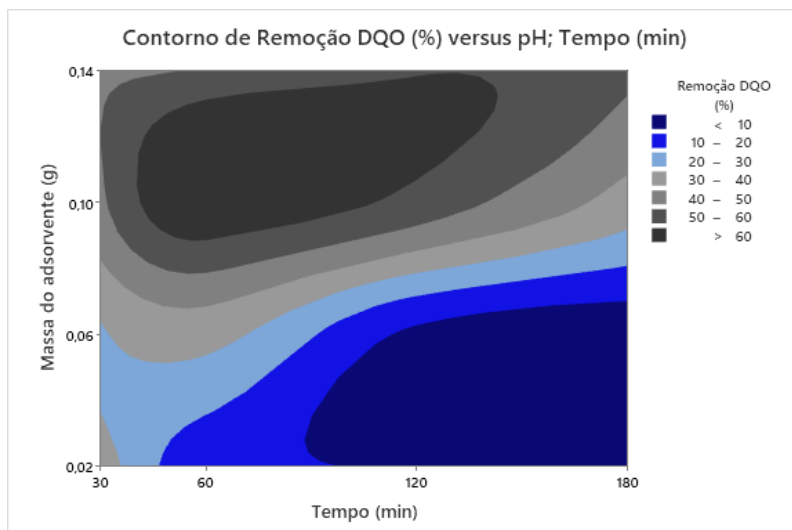


Figura 5.4-17 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFC.

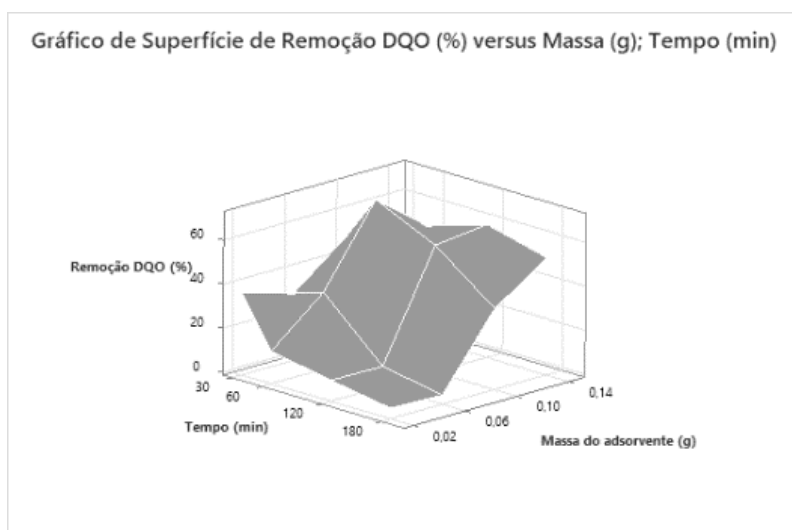


Figura 5.4-18 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFC.

5.4.1 Remoção de DQO – CFCA

Os gráficos de contorno e superfície 3D indicam dois picos distintos de remoção de DQO, localizado nas concentrações de 50-100 mg L⁻¹ e 150 mg L⁻¹. Para a faixa de 50-100 mg

L^{-1} , o tempo ideal de agitação foi atingido nos primeiros 30 minutos, enquanto para a concentração de $150 \text{ mg } L^{-1}$, a remoção máxima ocorreu após 60 se mantendo constante até 120 minutos. Além disso, foram observadas zonas de menor remoção de DQO, especialmente entre $150 \text{ mg } L^{-1}$ em 30 minutos, e $200 \text{ mg } L^{-1}$ a partir de 60 minutos.

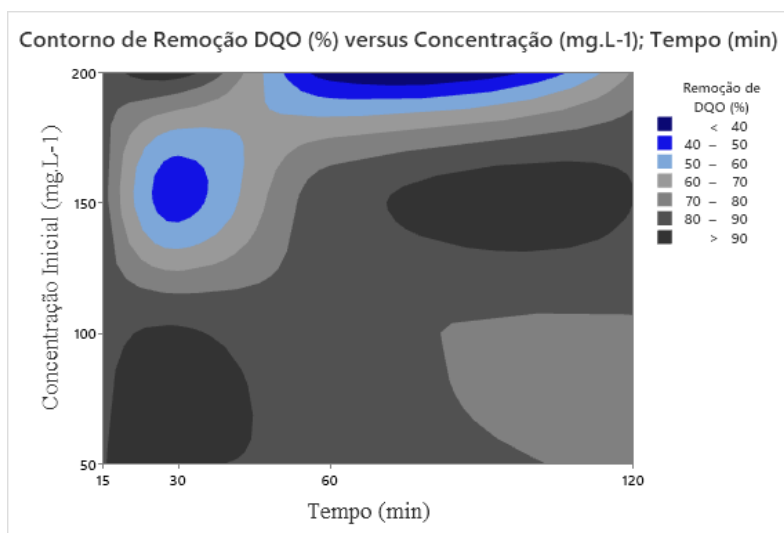


Figura 5.4-19 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFCA.

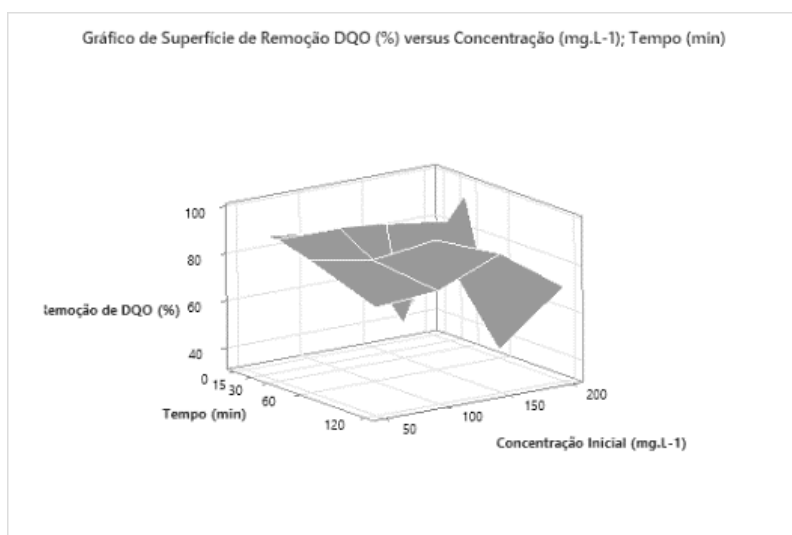


Figura 5.4-20 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, C_0 e Tempo – CFCA.

As zonas de menores remoções de DQO foram identificadas na concentração de $150 \text{ mg } L^{-1}$ em 30 minutos e na concentração de $200 \text{ mg } L^{-1}$ a partir de 60 minutos, indicando que em

concentrações mais altas, o tempo de contato necessário para alcançar uma remoção eficiente aumenta.

Na análise da Remoção de DQO em função do pH e Tempo, um pico de remoção foi identificado com pH entre 3 e 5 e tempo ideal variando de 15 a 45 minutos. Esses valores indicam que condições ácidas, combinadas com tempos de agitação curtos, proporcionam uma remoção mais eficiente de DQO.

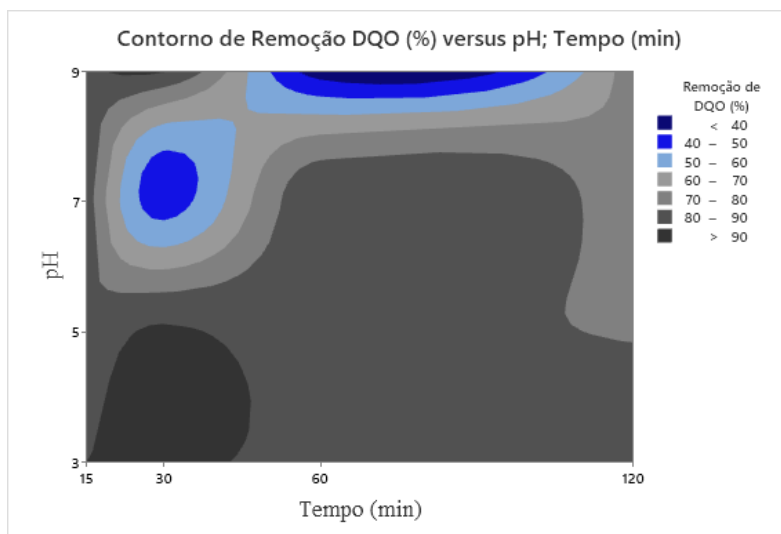


Figura 5.4-21 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFCA.

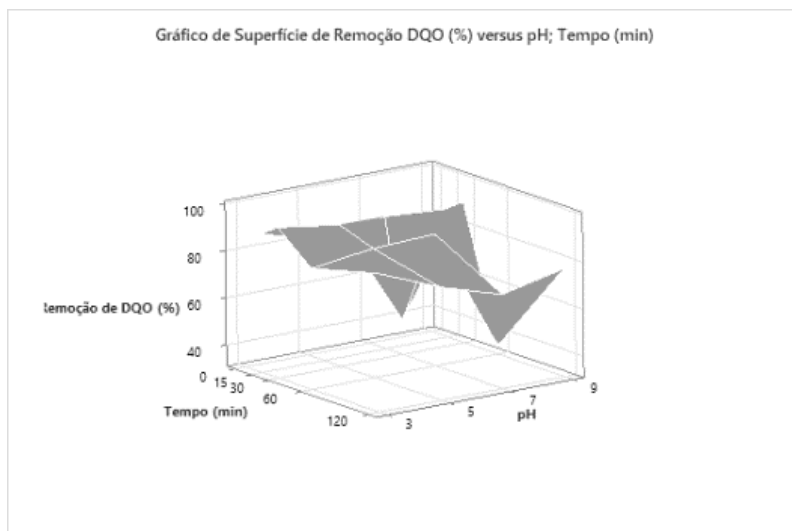


Figura 5.4-22 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, pH e Tempo – CFCA.

Os gráficos de contorno e de superfície também destacam duas áreas de menor remoção, sendo o primeiro com pH próximo a 7 e tempo de 30 minutos e o segundo com pH igual a 9 e

tempo de 60 a 120 minutos. Essas duas áreas indicam que à medida que o pH se aproxima de valores neutros e alcalinos a eficiência da remoção da DQO diminui.

A interdependência entre DQO e Tempo, conforme ilustrado nos gráficos, mostra um grande vale para massa de 0,01 com tempo de agitação a partir de 30 minutos. Em contraste, massas de 0,02 a 0,04 apresentarão elevadas taxas de remoção com tempos de agitação próximos a 30 minutos. Isso sugere que uma maior massa de adsorvente é essencial para alcançar uma remoção de DQO eficaz em tempos de agitação curtos.

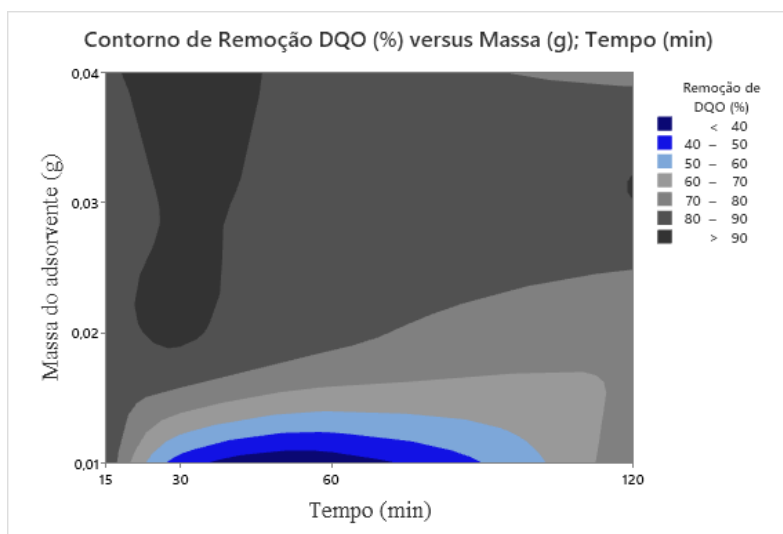


Figura 5.4-23 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFCA.

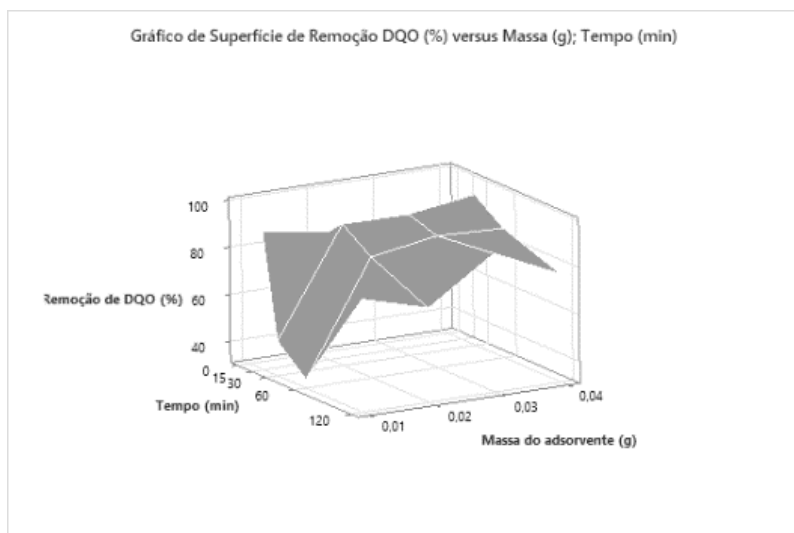


Figura 5.4-24 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de DQO, Massa e Tempo – CFCA.

5.4.1.1.1 Remoção de COT - CFC

Os gráficos de contorno e superfície 3D destacam um pico de remoção de COT, observado na concentração de 120 mg L⁻¹ a partir de 120 minutos. Também é possível notar três zonas de recline no gráfico de superfície 3D e zonas azuladas no gráfico de contorno sendo a mais leve na concentração de 150 mg L⁻¹ com 60 minutos e vales mais profundos nas concentrações de 200 a partir de 120 minutos 50 próximos a 180 minutos.

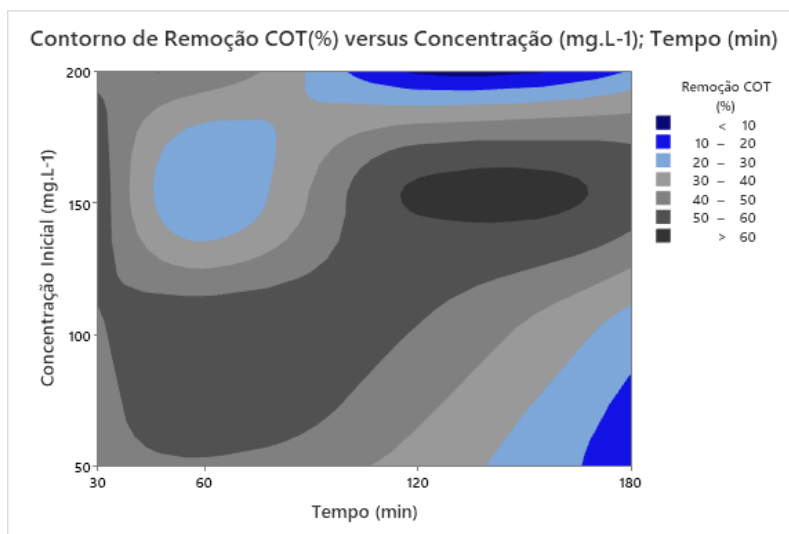


Figura 5.4-25 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFC.

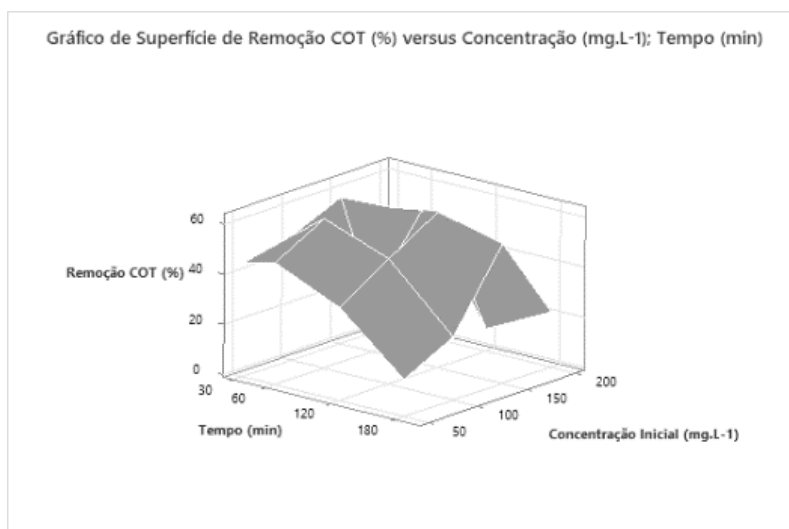


Figura 5.4-26 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFC.

Na análise da Remoção de COT em função do pH e do Tempo, identifica-se um pico de remoção entre o pH 3 e 5 com tempo ideal de 120 minutos. Esses resultados sugerem que, em condições ácidas e com o tempo de contato suficiente a remoção de COT é mais eficiente. Os gráficos também indicam, através dos tons de azul e do vale presente no gráfico de superfície 3D, uma zona onde houve menor remoção de COT, sendo ela localizada em pH próximo a 9, destacando a influência negativa de condições alcalinas na remoção de COT.

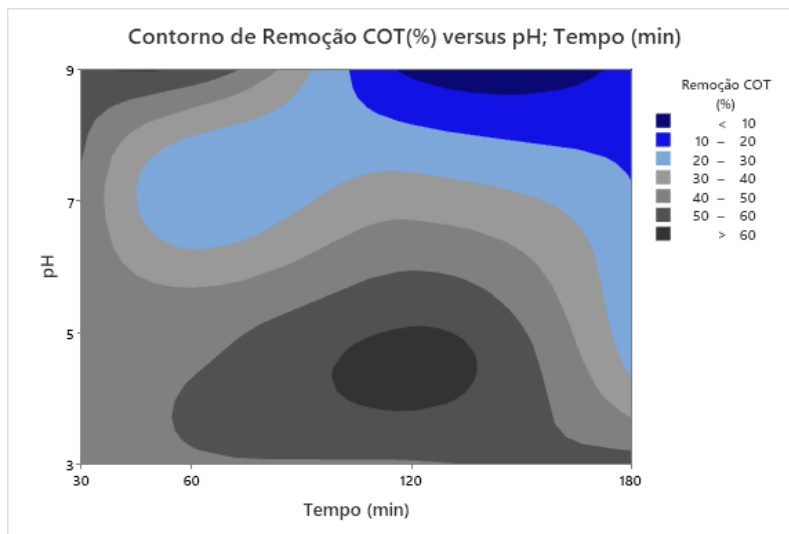


Figura 5.4-27 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFC.

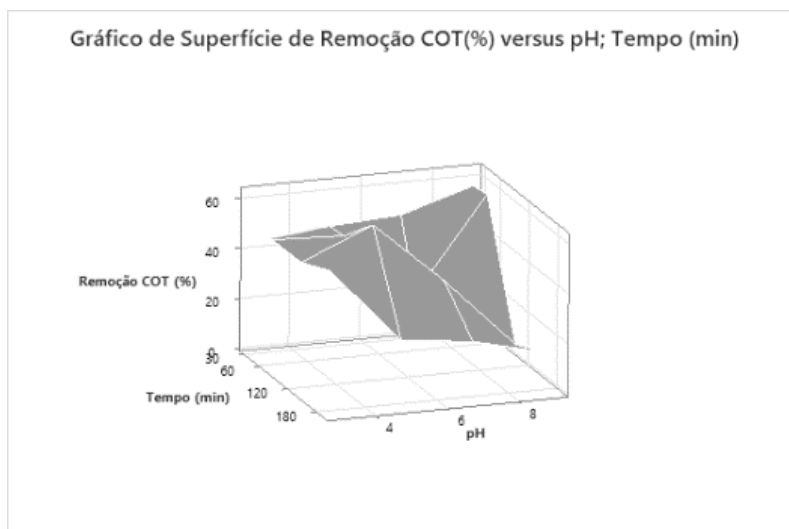


Figura 5.4-28 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFC.

Analisando os gráficos obtidos na interdependência de Massa e Tempo é possível identificar uma zona de menor remoção em experimentos com menor massa, 0,02. Ademais, apesar de apresentar uma variação na remoção, os experimentos se mantiveram com taxa de remoção entre 30% e 60%.

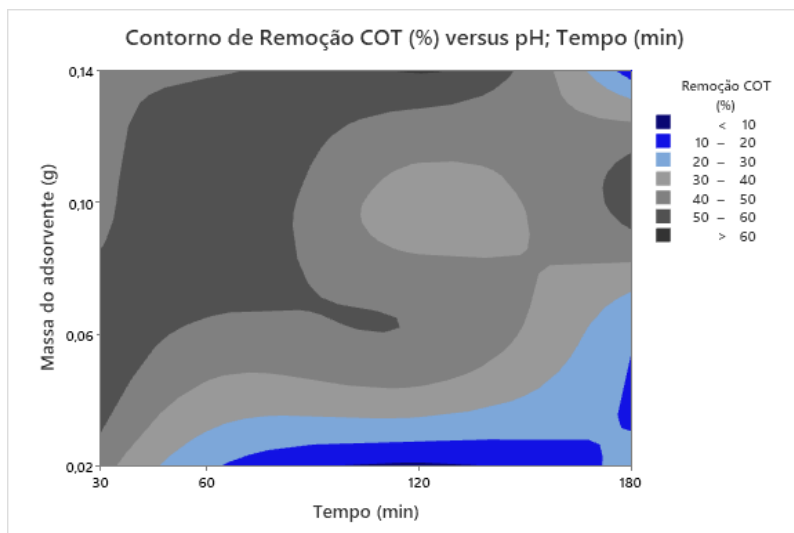


Figura 5.4-29 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFC.

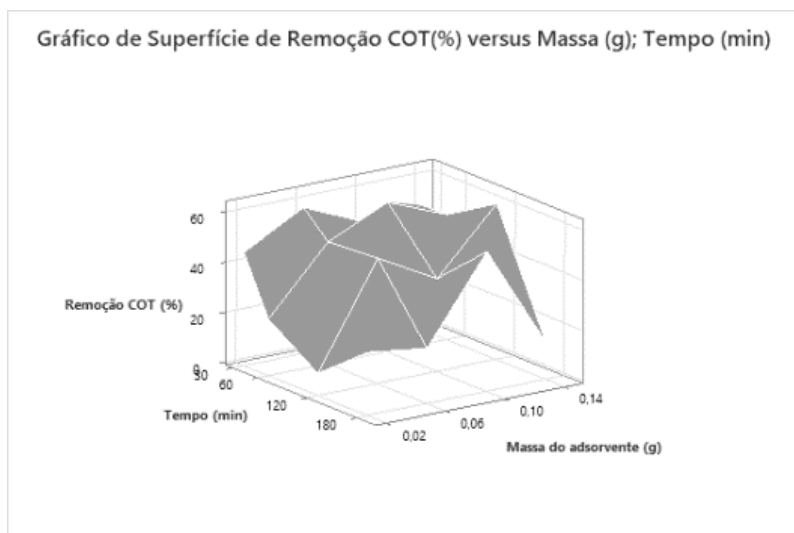


Figura 5.4-30 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFC.

5.4.2 Remoção de COT – CFCA

Os gráficos de contorno e superfície 3D revelam dois picos significativos de remoção de COT, sendo o primeiro localizado nas concentrações de 50 a 100 com tempo de agitação de 15 a 30 minutos, e o segundo a 150 mg.l-1, com tempo de agitação a partir de 60 minutos. Além disso, duas zonas de declínio são observadas no gráfico de superfície 3D, e podem ser identificadas a partir de colocação clara no gráfico de contorno, sendo a primeira identificada em concentrações próximas a 150 mg.l-1 e a segunda, em concentrações de 200 a partir de 60 minutos. Essas áreas de declínio sugerem que, após certos valores de concentração e tempo, a remoção de COT diminui, possivelmente devido à saturação dos sites de adsorção.

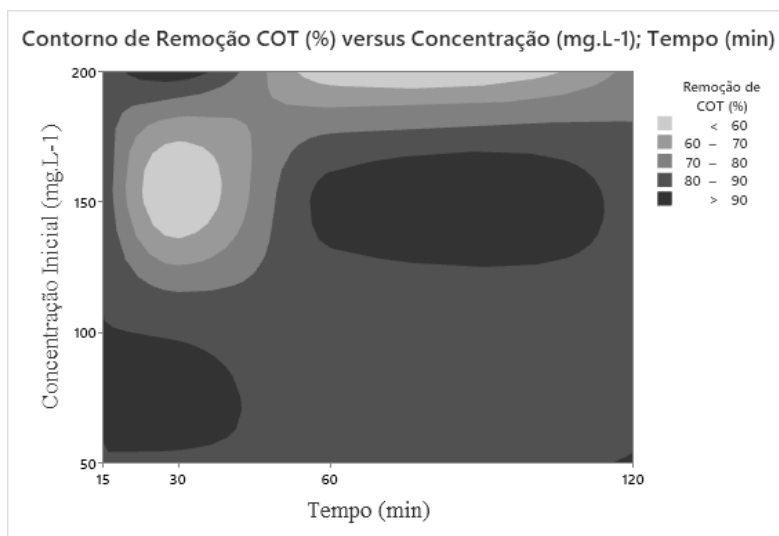


Figura 5.4-31 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFCA.

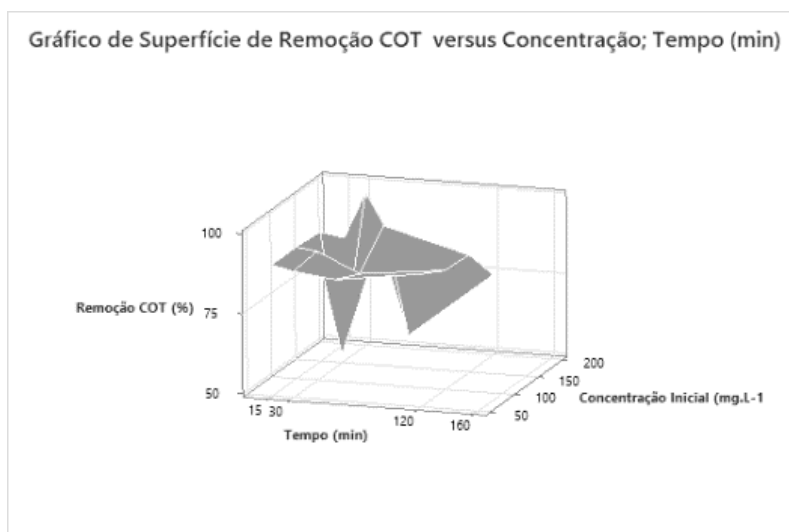


Figura 5.4-32 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, C_0 e Tempo – CFCA.

Duas áreas de menor remoção foram identificadas no gráfico de contorno, sendo elas próximas os pH 7 a 9, com vales visíveis no gráfico de superfície a 30 e próximos de 60 minutos. Indicando, que, nessas condições específicas, a eficiência de remoção de COT é reduzida, possivelmente devido à menor reatividade do adsorvente em pH mais alcalino e ao tempo de contato não ser suficiente para maximizar a adsorção.

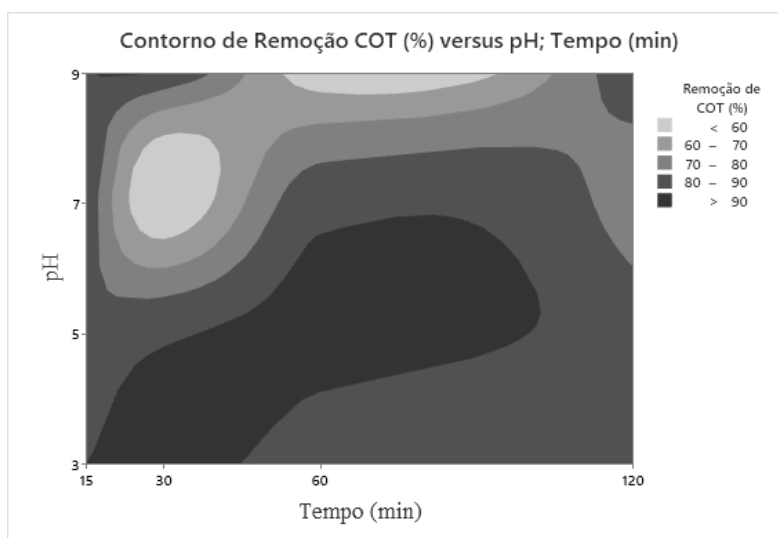


Figura 5.4-33 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFCA.

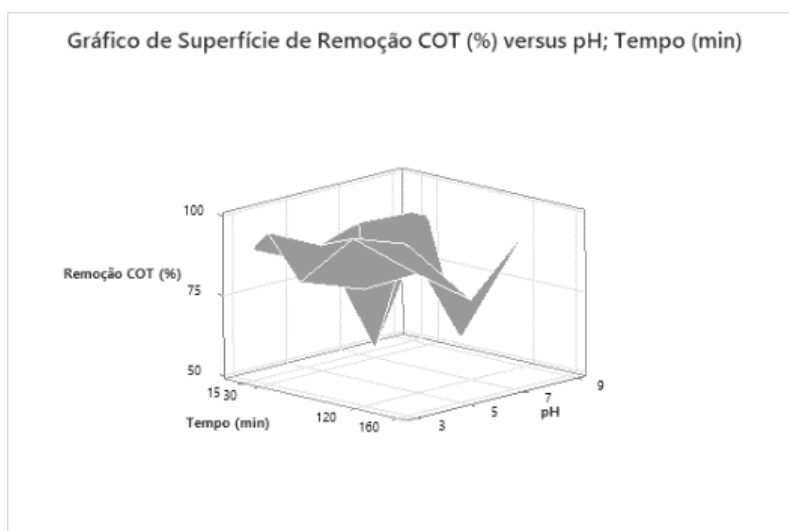


Figura 5.4-34 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, pH e Tempo – CFCA.

A análise dos gráficos que exploram a interdependência entre Massa e Tempo revela uma área de menor remoção nos experimentos com a menor massa, de 0,02, sendo ela aumentada conforme o aumento de massa nos testes. Dessa maneira, é possível identificar uma taxa de remoção crescente, o que é facilmente perceptível no gráfico de superfície que apresenta forme semelhante a uma rampa.

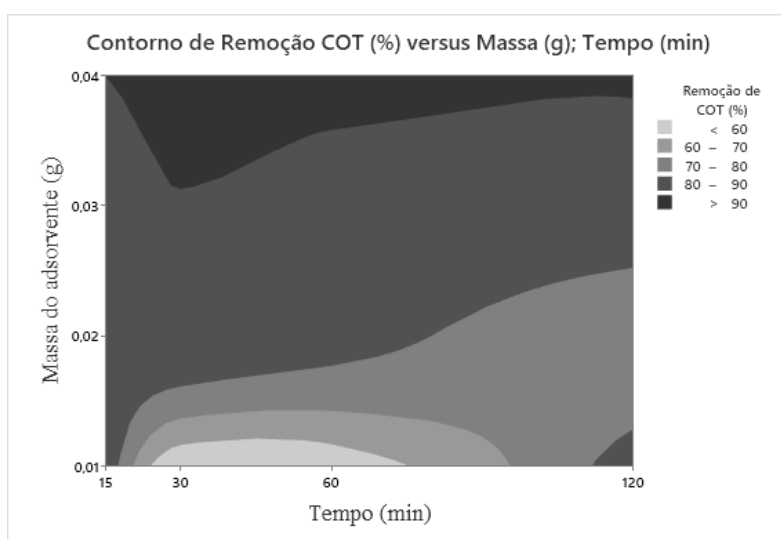


Figura 5.4-35 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFCA.

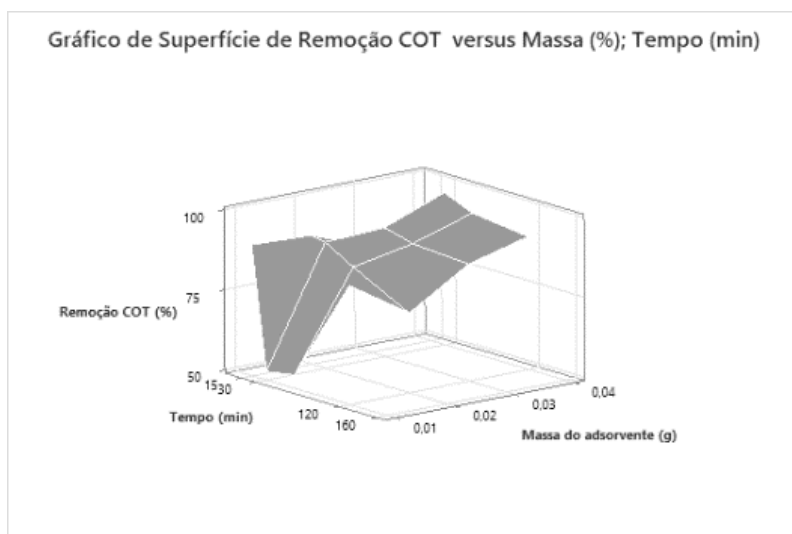


Figura 5.4-36 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de COT, Massa e Tempo – CFCA.

5.4.2.1.1 Remoção de CIT - CFC

Os gráficos de contorno e superfície 3D evidenciam que os resultados dos experimentos de remoção de CIT apresentaram valores próximos, isso é identificado pela predominância do intervalo de 40 a 60% de remoção, indicando uma certa estabilidade no processo de adsorção. Já a partir do gráfico de superfície 3D é possível identificar com facilidade um vale na contração de 200 mg L⁻¹, com experimentos com duração de 180 minutos.

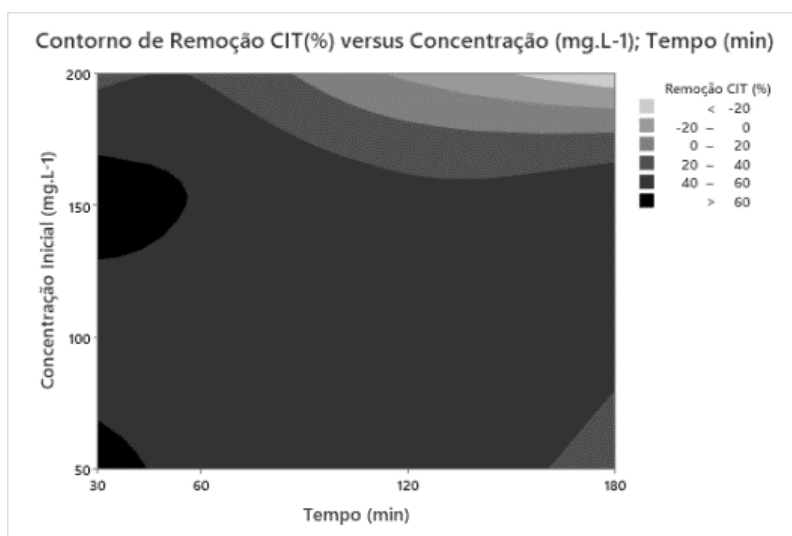


Figura 5.4-37 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, C_0 e Tempo – CFC.

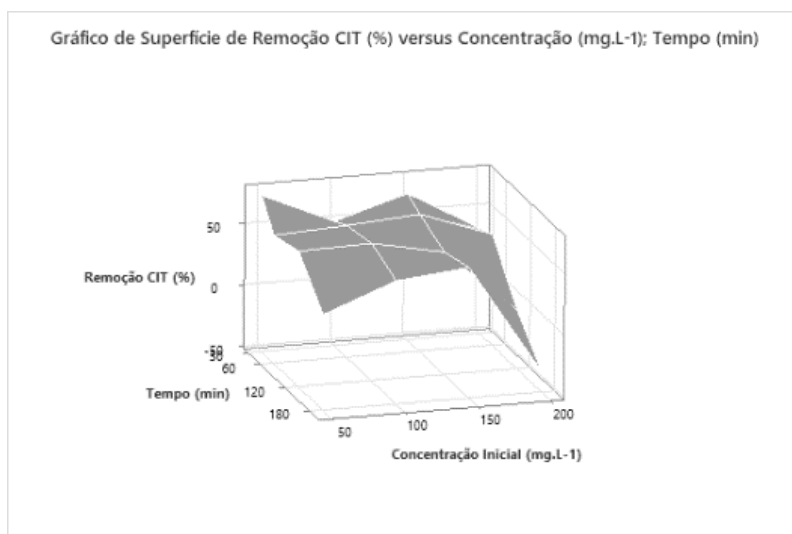


Figura 5.4-38 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, C_0 e Tempo – CFC.

A análise da Remoção de CIT em relação ao pH e ao Tempo revela pouca variação em grande parte dos resultados dos experimentos, apresentando uma zona com cores mais claras no gráfico de contorno e um vale no gráfico de superfície 3D a pH indicando que essas condições são menos favoráveis para a remoção de CIT.

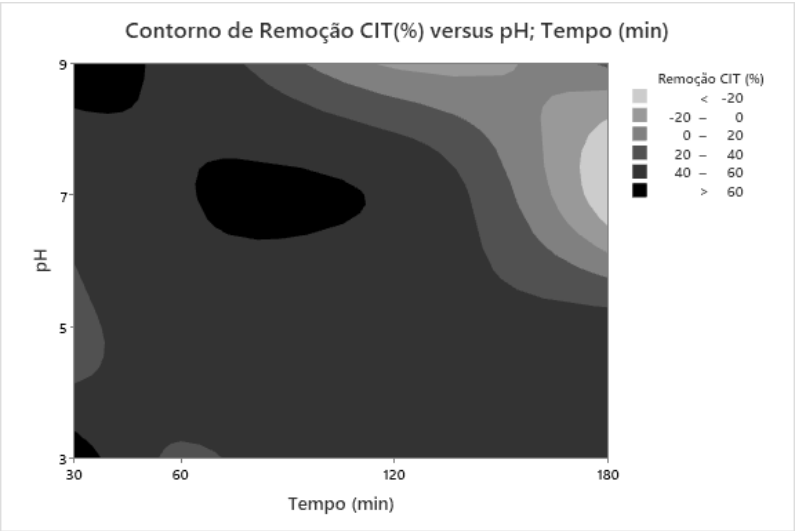


Figura 5.4-39 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFC.

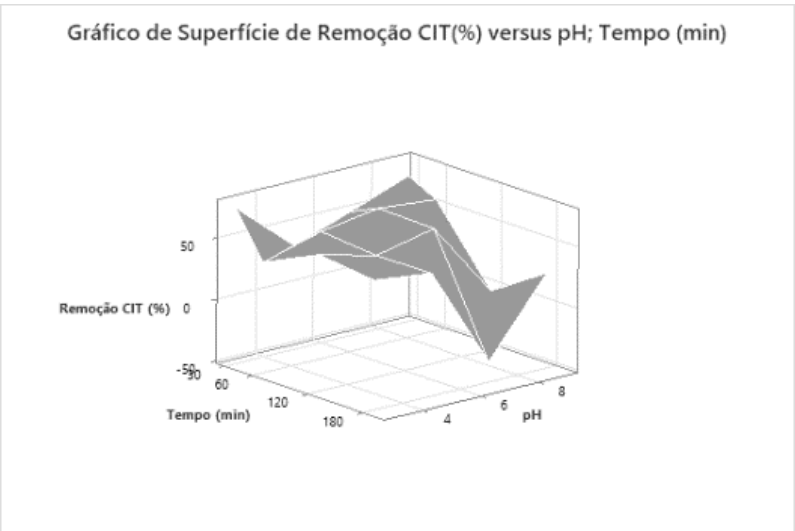


Figura 5.4-40 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFC.

A análise dos gráficos que exploram a interdependência entre Massa e Tempo revela uma zona de menor remoção nos experimentos com a massa de 0,02 em experimentos com longa duração. Indicando que a quantidade de adsorvente insuficiente leva a uma eficácia reduzida na remoção de CIT.

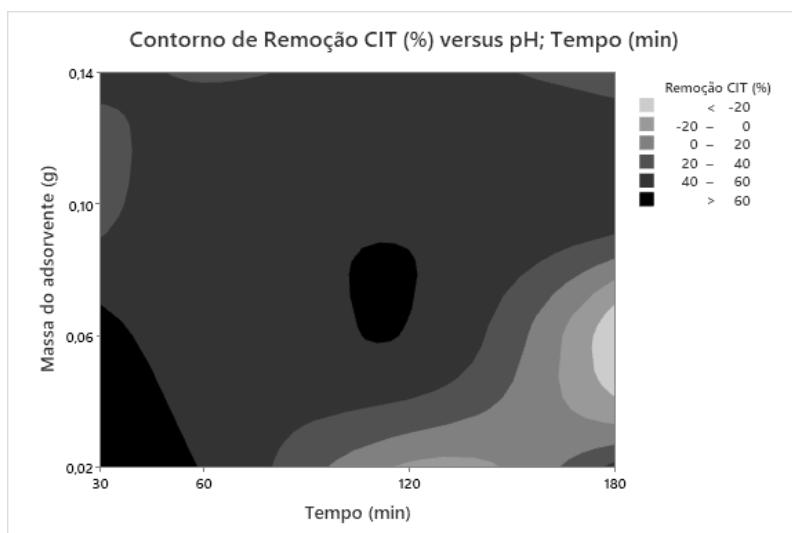


Figura 5.4-41 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFC.

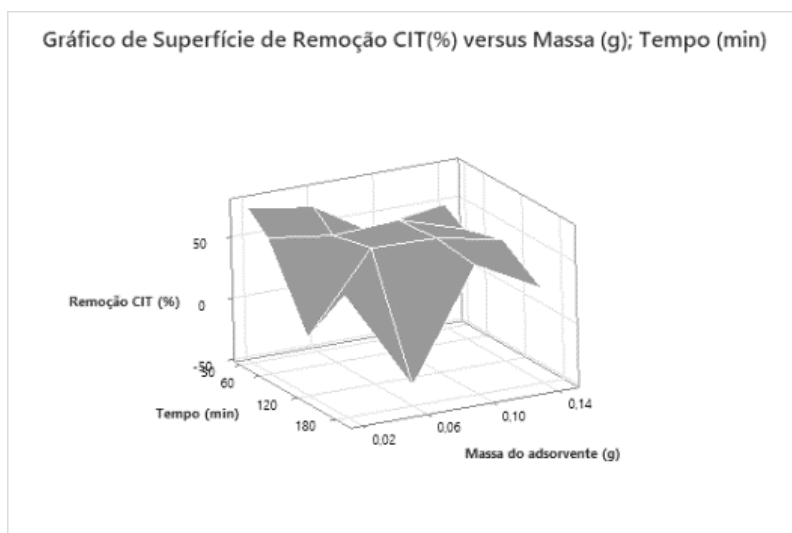


Figura 5.4-42 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFC.

Apesar de certa variação na remoção, os experimentos mantiveram uma taxa entre 20% e 60%, sugerindo que, embora a massa do adsorvente tenha impactos significativo na eficiência de remoção, os resultados se mantêm dentro de uma faixa moderada de eficácia.

5.4.3 Remoção de CIT - CFCA

Os gráficos de contorno e superfície 3D indicam que os experimentos de remoção de CIT resultaram em valores bastante próximos, como evidenciado pela predominância do intervalo de valores superiores a 50% de remoção. No gráfico de superfície 3D, destaca-se claramente um vale na concentração de 200 mg L⁻¹, especialmente em experimentos com duração de 120 minutos. Essa análise indica que, embora os resultados gerais sejam favoráveis, a concentração inicial e o tempo de agitação desempenham um papel crucial na eficácia da remoção.

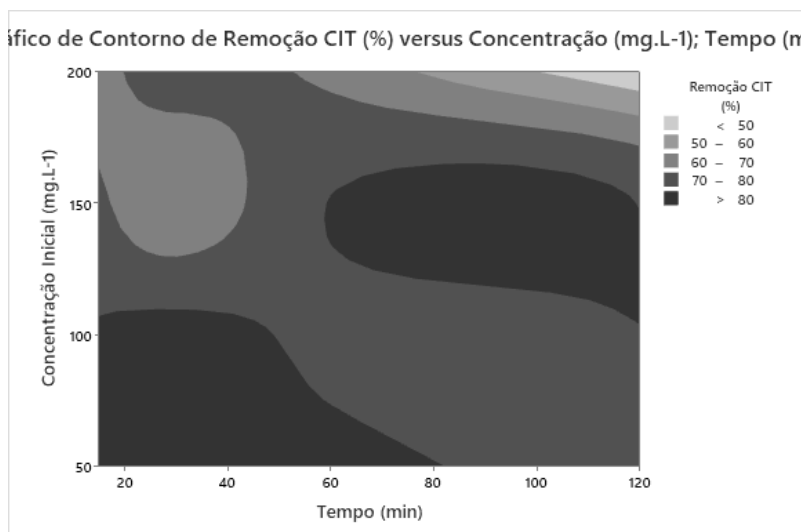


Figura 5.4-43 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, C_0 e Tempo – CFCA.

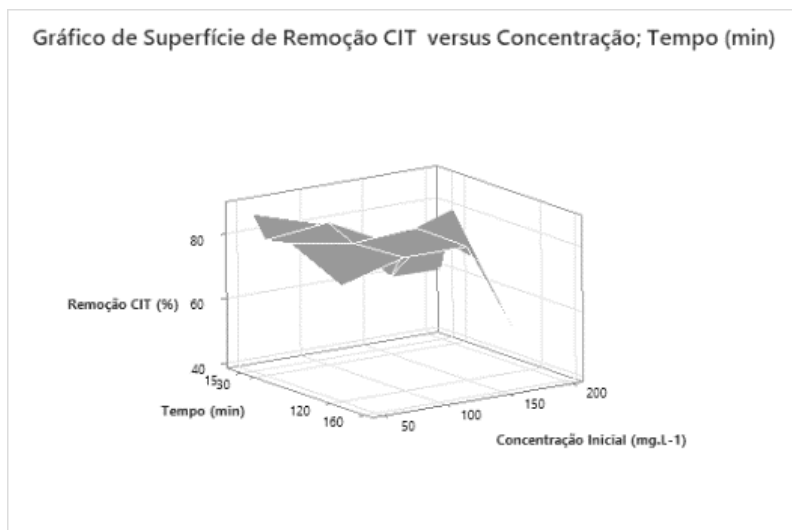


Figura 5.4-44 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, C_0 e Tempo – CFCA.

A análise da Remoção de COT em função do pH e do Tempo mostra uma variação mínima na maioria dos experimentos, com um vale facilmente perceptível em pH próximos a 7 e com tempo de duração próximos a 120 minutos. Esse comportamento pode indicar que, embora o pH tenha algum efeito na remoção de COT, outros fatores podem ter um papel mais significativo na determinação da eficiência.

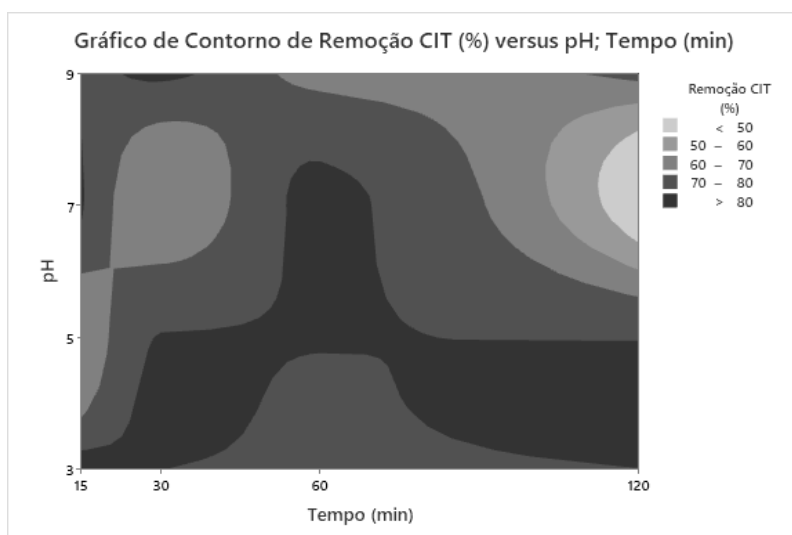


Figura 5.4-45 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFCA.

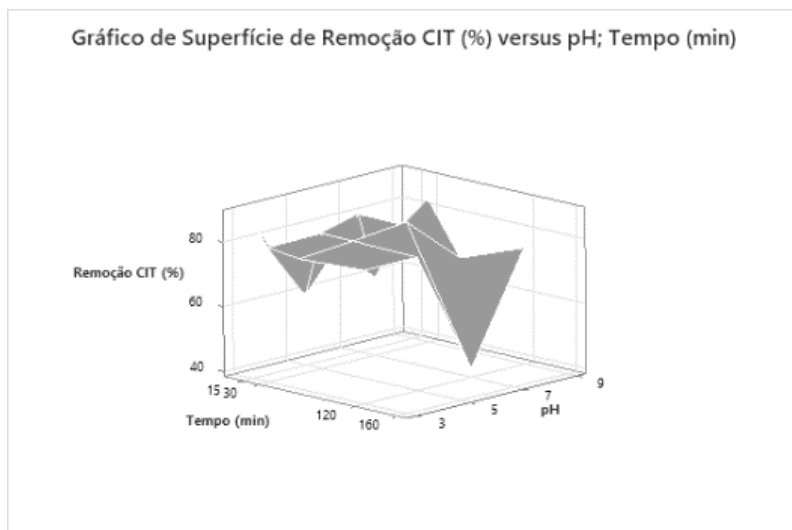


Figura 5.4-46 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, pH e Tempo – CFCA.

Os gráficos que examinam a interdependência entre Massa e Tempo revelam uma área de menor remoção nos experimentos com massa de 0,01 em testes de longa duração. Embora apresente esse ponto de menor remoção, os demais testes se mantiveram com resultados próximos, o que trouxe pouca variação no gráfico de superfície. Essa observação sugere que, enquanto a quantidade de adsorvente afeta a remoção de CIT, o impacto não é severo em massas maiores.

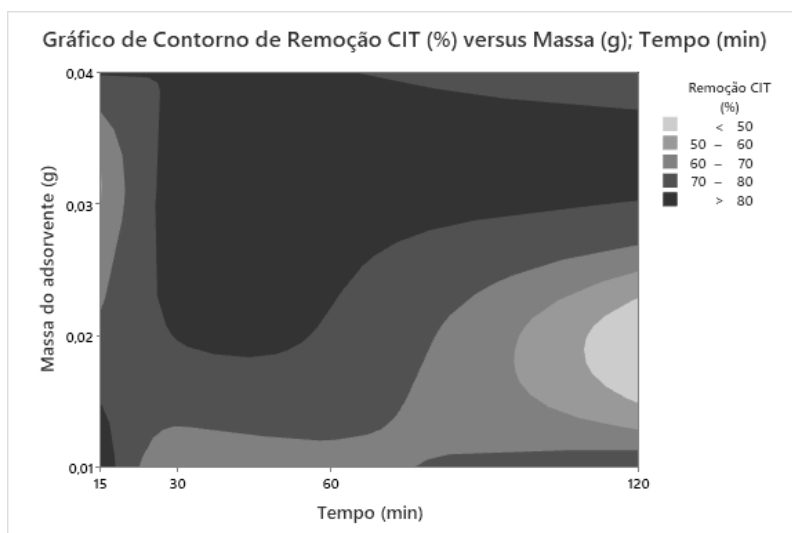


Figura 5.4-47 Gráfico de Contorno: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFCA.

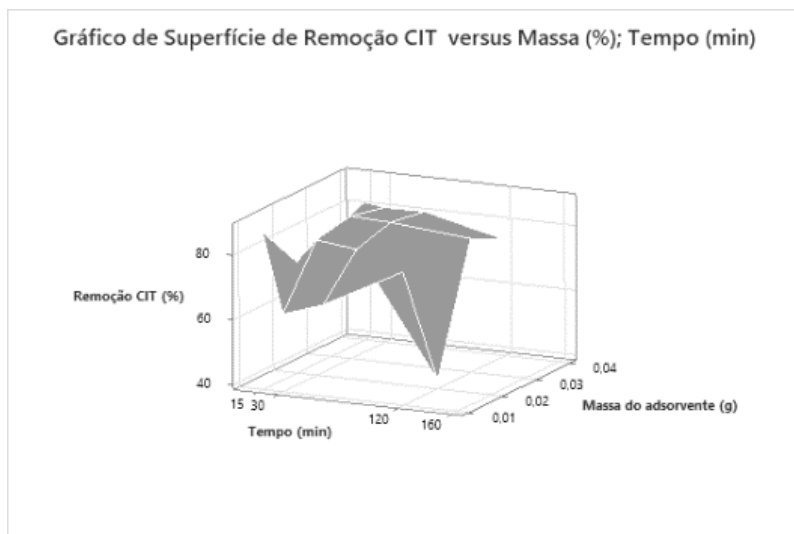


Figura 5.4-48 Gráfico de Superfície 3D: Interdependência entre remoção de CIT, Massa e Tempo – CFCA.

5.5 DESEJABILIDADE DAS CONDIÇÕES OPERACIONAIS

Objetivando identificar os melhores valores dos parâmetros para os planejamentos experimentais de Taguchi traçados para ambos os carvões, foram empregadas técnicas estatísticas robustas e ferramentas de análise de dados avançadas, visando a maximização da eficiente de remoção de Azul de Metileno, DQO, COT e CIT. Tendo em vista que as quatro respostas que foram obtidas através dos experimentos possuíam o mesmo objetivo, obter maior remoção possível, a desejabilidade foi realizada com devido objetivo.

5.5.1 Desejabilidade das condições operacionais - CFC

A partir do software Minitab® (Minitab Inc., 2022), foram obtidas oito condições operacionais com maior desejabilidade (Tabela 5.5-1). Dessa forma essas situações refletem as melhores condições a serem executadas para obter melhores valores das remoções analisadas.

Tabela 5.5-1 Condições operacionais otimizadas - CFC

Desejabilidade CFC				
Teste	Conc. Inicial (mg.L-1)	pH	Massa (g)	Tempo (min)
1	50,00	3,00	0,14	30
2	80,5436	5,29065	0,14	30
3	72,6397	4,97515	0,133119	30

4	72,6395	4,97514	0,133119	30
5	72,7027	4,97685	0,133159	30
6	72,7121	4,97711	0,133165	30
7	76,3325	5,07519	0,135445	30
8	77,7492	5,11358	0,136338	30

Desejabilidade CFC					
Teste	Remoção de AM (%)	Remoção de DQO (%)	Remoção de COT (%)	Remoção de CIT (%)	Desejabilidade
1	100,000	69,4914	68,2369	87,6714	1,00000
2	100,000	68,2326	61,0817	71,1821	0,98911
3	99,00	66,2814	61,0817	74,3944	0,98895
4	99,00	66,2813	61,0817	74,3944	0,98895
5	99,00	66,2908	61,0817	74,3718	0,98894
6	99,00	66,2922	61,0817	74,3684	0,98894
7	99,00	66,8356	61,0817	73,0689	0,98810
8	99,00	67,0482	61,0817	72,5603	0,98776

A partir dos experimentos propostos acima é possível notar que as diferenças entre os valores de desejabilidade são próximos, o que indica que o software encontrou a melhor faixa de trabalho para o CFC, evidenciando assim, a consistência e robustez do modelo.

A partir dos resultados dos experimentos propostos para a desejabilidade do planejamento experimental, é possível realizar uma análise dos resultados dos dezesseis testes iniciais realizados e os valores obtidos dos experimentos de desejabilidade. Dessa forma teremos abaixo um comparativo entre as quatro remoções analisadas, sendo elas Remoção de AM (%), Remoção de DQO (%), Remoção de COT (%) e Remoção de CIT (%).

5.5.1.1 Desejabilidade – Remoção de Azul de Metileno

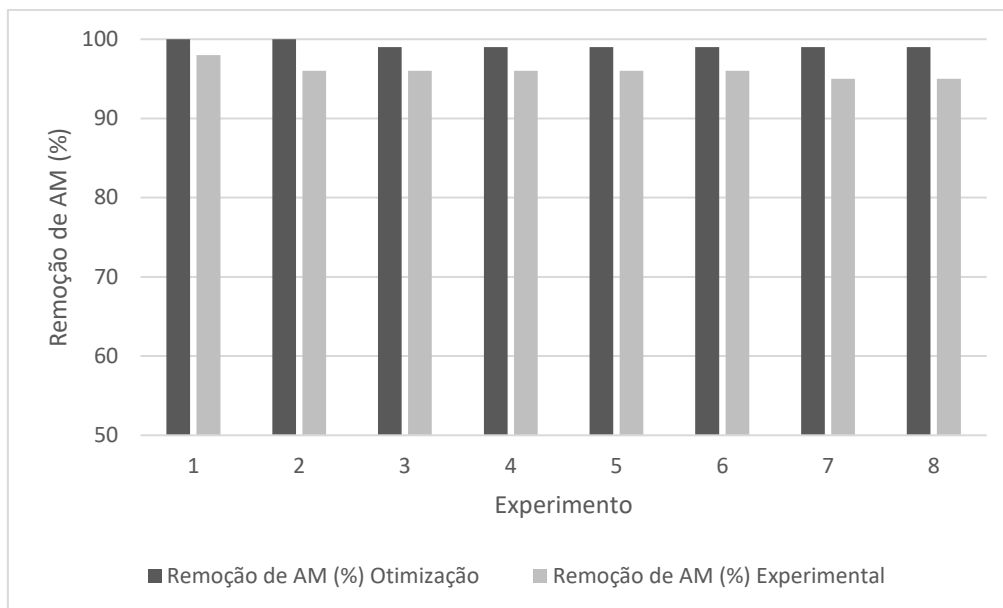


Figura 5.5-1 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de AM (%) - CFC.

Os resultados experimentais de remoção de AM variaram amplamente nos testes iniciais, com valores que vão de 4,40% até 99%. Ao comparar esses valores com as previsões da regressão, percebe-se que, em vários casos, a regressão superestimou significativamente os valores de remoção, como no caso da concentração inicial de 50 mg.L⁻¹ e pH 9, onde a previsão foi de 100% enquanto o valor experimental foi de 99%. A desejabilidade, por sua vez, propôs valores que se aproximaram mais dos obtidos experimentalmente, variando entre 95% e 100%, o que indica que a desejabilidade conseguiu alinhar melhor as previsões com a realidade dos experimentos, sugerindo uma melhora significativa na precisão do modelo.

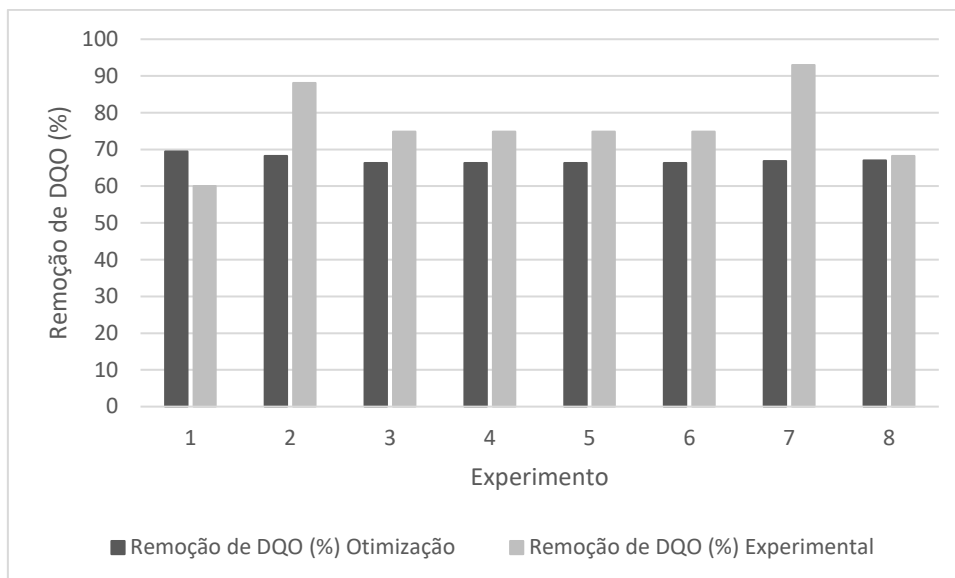


Figura 5.5-2 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de DQO (%) - CFC.

A remoção de DQO nos testes iniciais apresentou variações consideráveis, com os valores experimentais variando de 2,84% a 69,16%. Em muitos casos, os valores previstos pela regressão foram mais altos do que os obtidos experimentalmente, o que evidencia uma tendência do modelo de superestimar a remoção de DQO, especialmente em condições menos favoráveis, como altas concentrações e pH elevados. Com a desejabilidade, os valores previstos para DQO variaram entre 66,28% e 69,49%, enquanto os resultados experimentais variaram de 60% a 92,94%, o que sugere que, embora a desejabilidade tenha melhorado a precisão das previsões, ainda existem desafios para capturar completamente a complexidade da remoção de DQO em diferentes condições experimentais.

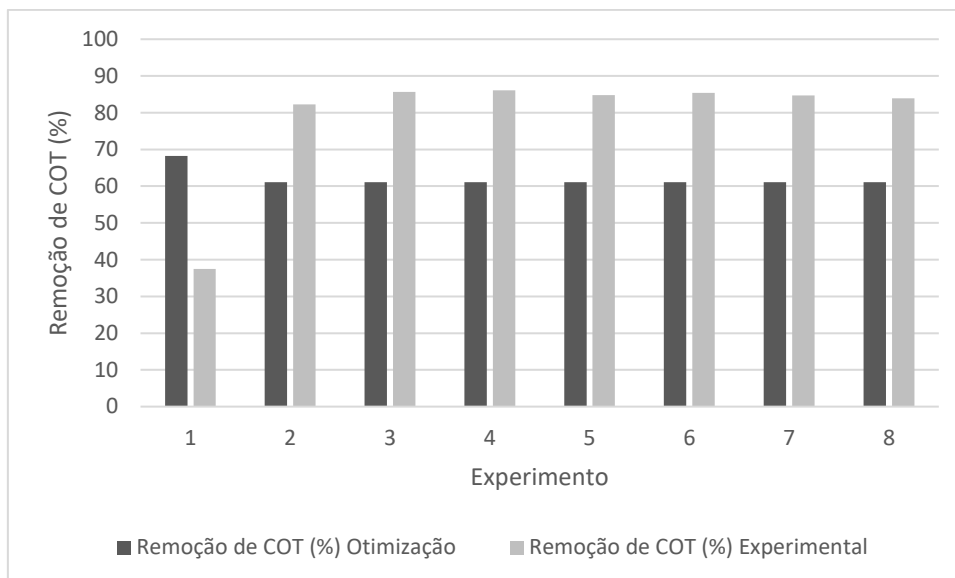


Figura 5.5-3 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de COT (%) - CFC.

A remoção de COT também apresentou variações significativas. Nos testes iniciais, os valores experimentais variaram de 7,83% a 61,08%, enquanto a regressão previu remoções que variaram de 17,77% a 61,41%. As diferenças observadas indicam que a regressão não foi totalmente eficaz em captar todas as variáveis que influenciam a remoção de COT. Na desejabilidade, os valores previstos pelo software variaram entre 61,08% e 68,23%, com os resultados experimentais variando de 37,46% a 86,13%, revelando que, embora a desejabilidade tenha fornecido previsões mais conservadoras, em alguns casos o modelo ainda pode necessitar de ajustes adicionais para refletir melhor as condições reais dos experimentos.

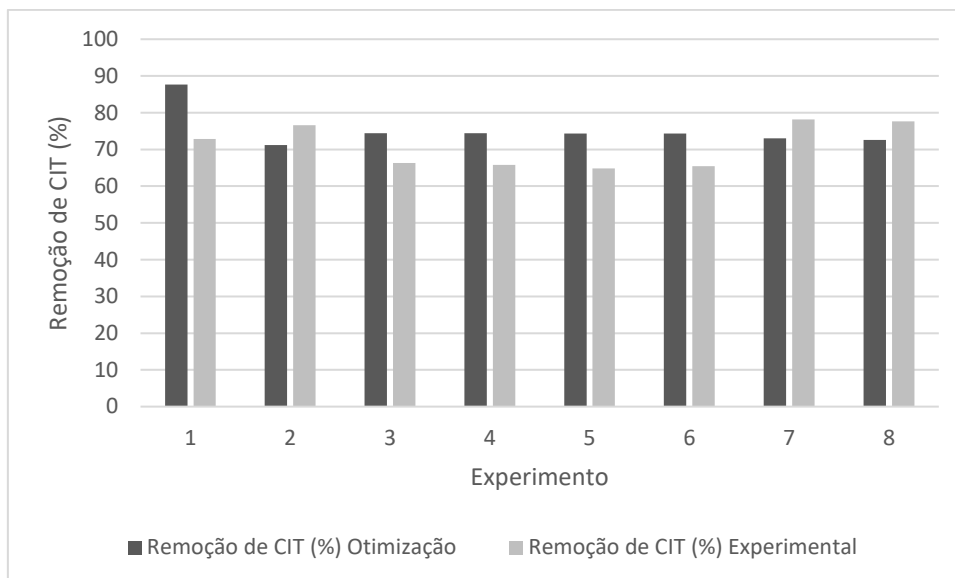


Figura 5.5-4 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de CIT (%) - CFC.

A remoção de CIT apresentou uma das maiores disparidades entre os valores previstos e os experimentais. Nos testes iniciais, os valores experimentais variaram de 0% a 66,20%, enquanto as previsões pela regressão variaram de 1,03% a 87,33%. Essa ampla variação ressalta a dificuldade do modelo de regressão em prever com precisão a remoção de CIT. A desejabilidade forneceu previsões entre 72,56% e 87,67%, com valores experimentais variando entre 64,87% e 78,13%. Embora os testes nos valores desejáveis tenham aproximado melhor os valores previstos dos reais, ainda há uma margem significativa de variação, especialmente em cenários onde a remoção de CIT é mais desafiadora.

5.5.1.1.1 Comparação com carvão Ativado P.A

Visando obter um comparativo da eficácia do CFC, foram realizados testes com Carvão Ativado P.A, da marca Merck. Os experimentos realizados com Carvão Ativado P.A foram executados nas mesmas condições dos experimentos realizados com CFC, e a partir disso foram realizadas as seguintes análises:

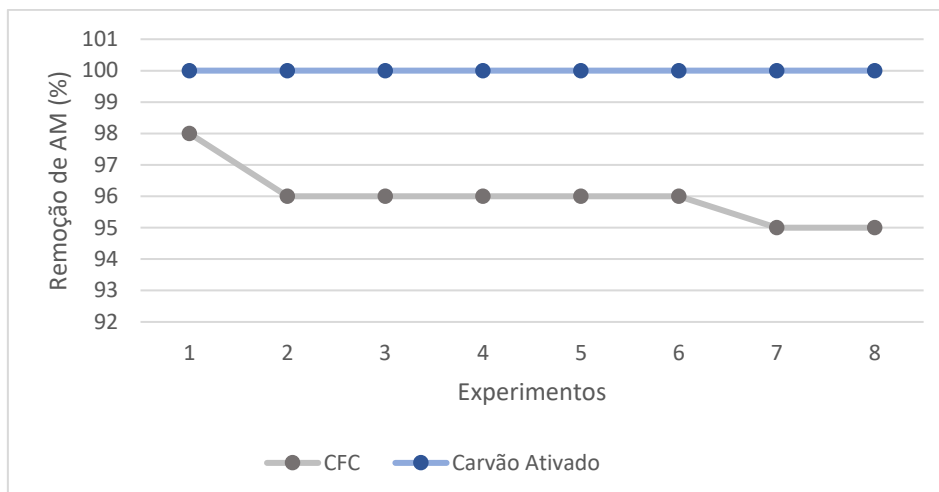


Figura 5.5-5 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de AM (%).

Na remoção de AM, o carvão ativado P.A apresentou uma eficiência superior em comparação ao CFC. Em todos os testes, o carvão ativado P.A alcançou 100% de remoção de AM, enquanto o carvão produzido apresentou valores levemente inferiores, variando entre 95% e 98%. Essa diferença, embora pequena, indica que o carvão ativado P.A possui uma capacidade ligeiramente superior para a remoção de AM.

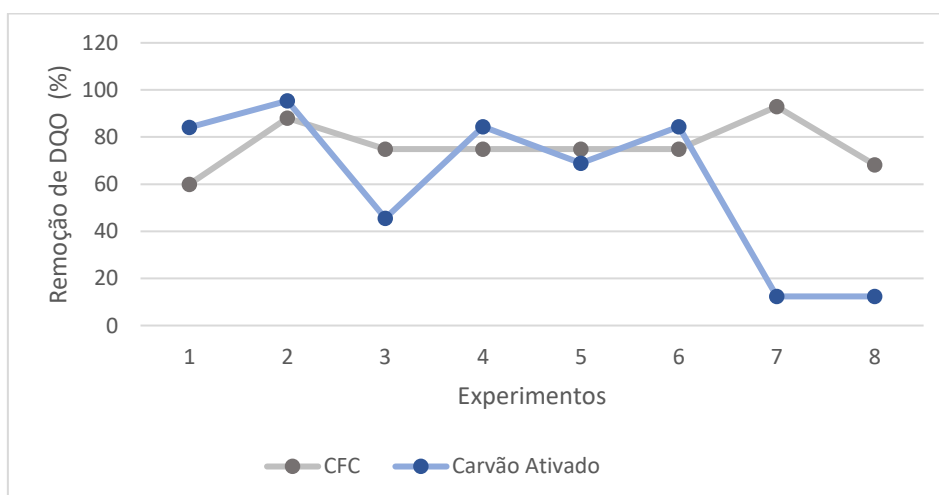


Figura 5.5-6 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de DQO (%).

A remoção de DQO mostrou uma diferença mais notável entre os dois carvões. O carvão ativado P.A alcançou remoções variando de 12,36% a 95,39%, com a maioria dos testes mostrando valores acima de 68%. Em contraste, o CFC apresentou remoções de DQO entre 60% e 92,93%. Notavelmente, o teste 7 para o CFC alcançou um valor de remoção de 92,93%,

o mais alto entre todos os testes realizados com esse carvão. No entanto, o carvão ativado P.A demonstrou uma remoção mais consistente e, em média, mais alta para DQO.

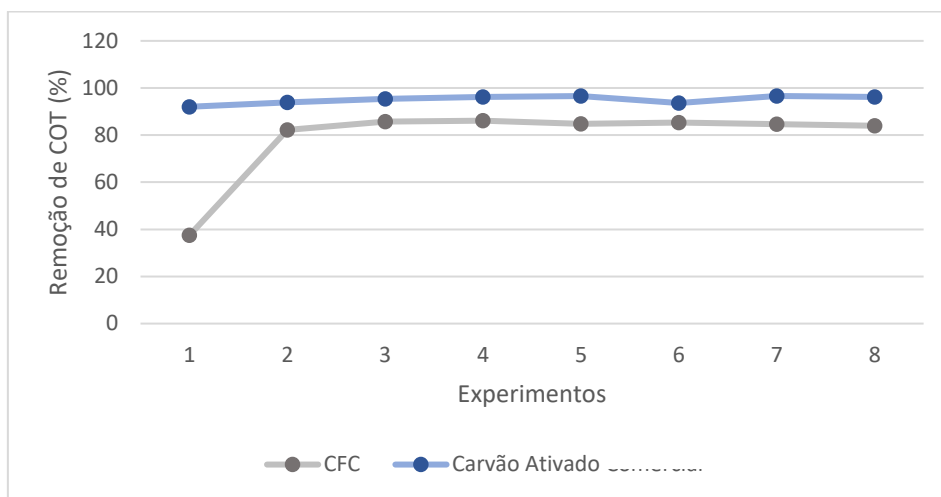


Figura 5.5-7 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de COT (%).

Na remoção de COT, o carvão ativado P.A novamente apresentou resultados superiores, com valores de remoção variando entre 92,03% e 96,58%. O CFC, por sua vez, mostrou valores de remoção de COT entre 37,46% e 86,12%. A remoção mais baixa de COT pelo CFC no teste 1 (37,46%) sugere uma capacidade inferior em comparação com o carvão ativado P.A, que manteve uma eficiência elevada em todos os testes.

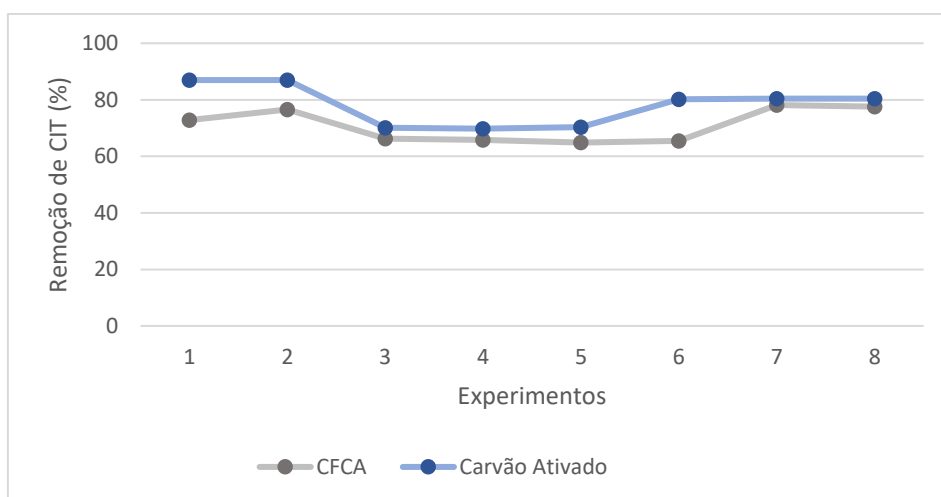


Figura 5.5-8 Comparativo entre CFC e Carvão Ativado P.A – Remoção de CIT (%).

Para a remoção de CIT, o carvão ativado P.A também apresentou uma vantagem. Os valores de remoção para o carvão ativado P.A variaram entre 69,79% e 86,99%, enquanto o

CFC alcançou remoções entre 64,87% e 78,13%. Embora ambos os carvões tenham demonstrado boas capacidades de remoção de CIT, o carvão ativado P.A novamente mostrou-se mais eficiente, especialmente em condições mais variáveis.

Em suma, o carvão ativado P.A demonstrou um desempenho superior em todos os parâmetros analisados quando comparado ao CFC. A remoção de AM foi consistentemente alta em ambos os carvões, mas o carvão ativado P.A foi mais eficiente nas remoções de DQO, COT e CIT. Esses resultados indicam que o carvão ativado P.A possui uma capacidade de adsorção mais robusta, tornando-o mais eficaz para a remoção de uma gama mais ampla de contaminantes em diferentes condições.

5.5.2 Desejabilidade das condições operacionais – CFCA

Desejabilidade CFCA			
Teste	Conc. Inicial (mg.L-1)	pH	Massa (g)
1	50,0000	3,00000	0,04000
2	50,0000	3,00000	0,04000
3	50,0000	7,49881	0,0376742
4	60,495	6,46965	0,0363172
5	60,573	6,46143	0,0363056
6	60,581	6,46063	0,0363045
7	66,655	6,69850	0,292243
8	101,920	5,69288	0,0308125

Desejabilidade CFCA					
Teste	Remoção de AM (%)	Remoção de DQO (%)	Remoção de COT (%)	Remoção de CIT (%)	Desejabilidade
1	100,00	100,00	100,00	87,4343	1,0000
2	100,00	100,00	100,00	94,5128	1,0000
3	100,00	95,024	96,456	87,1444	1,0000
4	100,00	96,108	96,456	87,0743	1,0000
5	100,00	96,116	96,456	87,0743	1,0000
6	100,00	96,117	96,456	87,0743	1,0000
7	100,00	89,261	90,606	84,3473	0,92740
8	97,686	89,808	90,366	81,7658	0,90700

Nesta análise, foram comparados os resultados dos 16 testes experimentais com as 8 otimizações propostas pelo software Minitab® (Minitab Inc., 2022)., aplicando o método de Taguchi ao segundo carvão. Os principais parâmetros analisados foram a remoção de Azul de

Metileno (AM), Demanda Química de Oxigênio (DQO), Carbono Orgânico Total (COT) e Carbono Inorgânico Total (CIT).

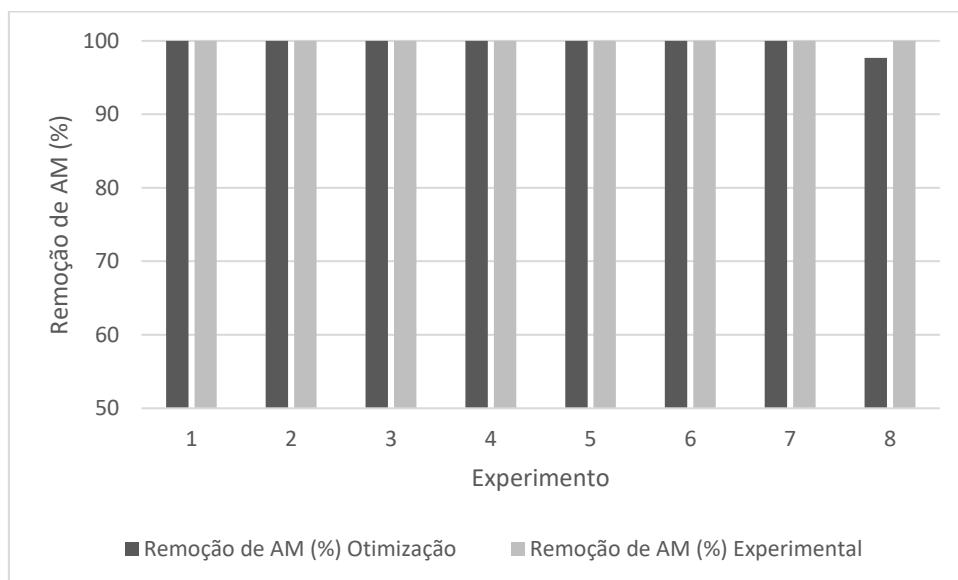


Figura 5.5-9 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de AM (%) - CFCA.

Durante a fase de desejabilidade, o software previu 100% de remoção em quase todos os casos, e os resultados experimentais corroboraram essas previsões. Nos testes experimentais, a remoção de AM apresentou uma alta eficiência, com a maioria dos valores experimentais alcançando 100%. A pequena variação observada no Teste 8, onde a remoção foi de 97,686% em comparação aos 100% previstos, indica uma leve variação operacional, mas, de modo geral, a desejabilidade foi bem-sucedida em prever a remoção de AM com precisão.

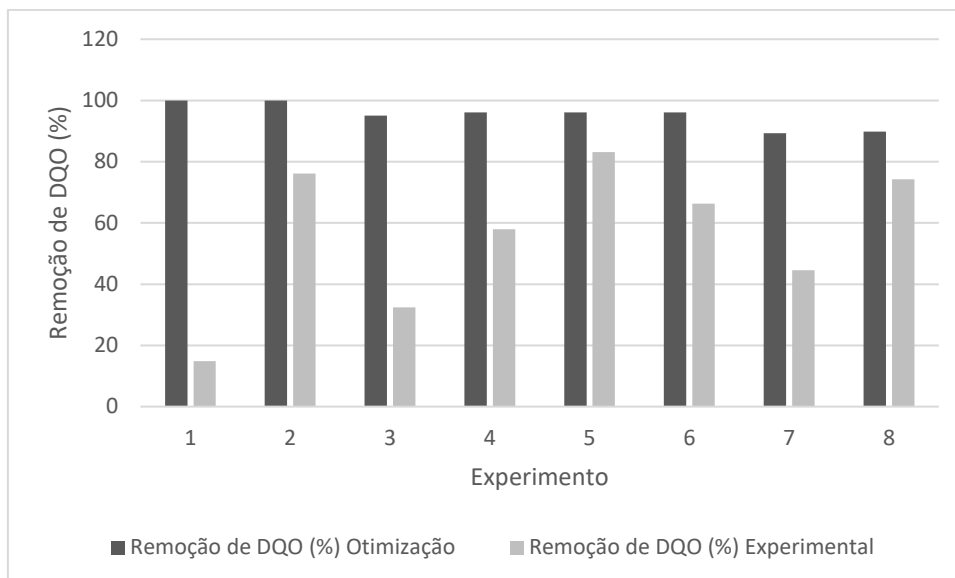


Figura 5.5-10 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de DQO (%) - CFCA.

A remoção de DQO nos testes iniciais mostrou variações consideráveis, com valores experimentais entre 34,59% e 95,02%. A regressão superestimou em outros, como observado nos Testes 3 e 7. Durante os testes de desejabilidade, as previsões para a remoção de DQO foram mais precisas, com valores experimentais próximos aos valores propostos pelo software. No entanto, ainda houve variações significativas, como no Teste 1, onde a remoção experimental foi de apenas 14,82%, sugerindo que a desejabilidade conseguiu captar a tendência geral, mas ainda enfrenta desafios em condições específicas.

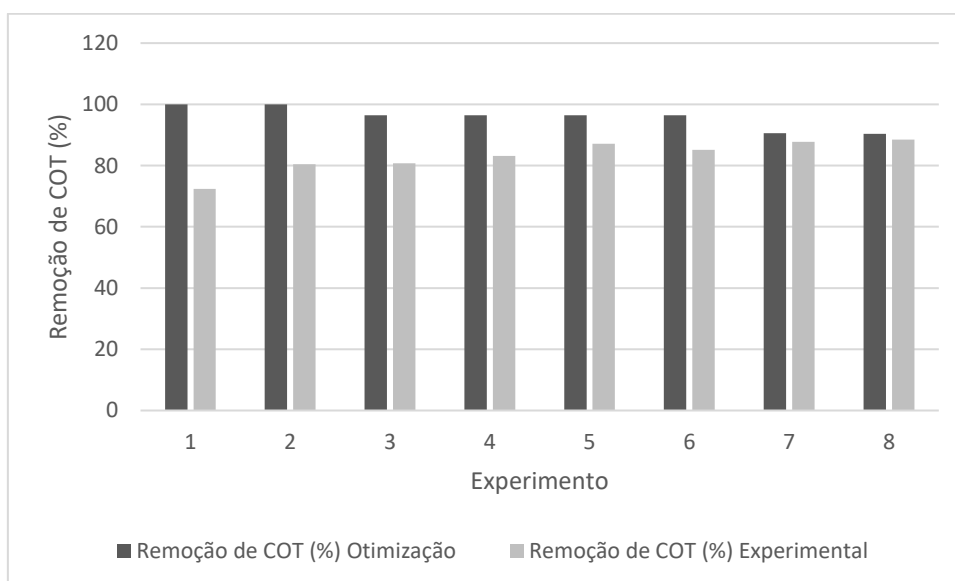


Figura 5.5-11 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de COT (%) - CFCA.

A remoção de COT apresentou variações tanto nos testes iniciais quanto na desejabilidade. Nos testes experimentais, os valores variaram de 44% a 96,45%, com a regressão frequentemente subestimando a capacidade de remoção, especialmente em pHs mais baixos e maiores tempos de contato. A desejabilidade, por sua vez, previu valores próximos de 100% em várias condições, e a maioria dos resultados experimentais confirmou essas previsões, embora com algumas exceções, como nos Testes 6 e 8, onde a remoção foi inferior ao previsto. Isso sugere que, embora a otimização tenha sido eficaz, ainda existem variações não capturadas pelo modelo, especialmente em condições de operação mais extremas.

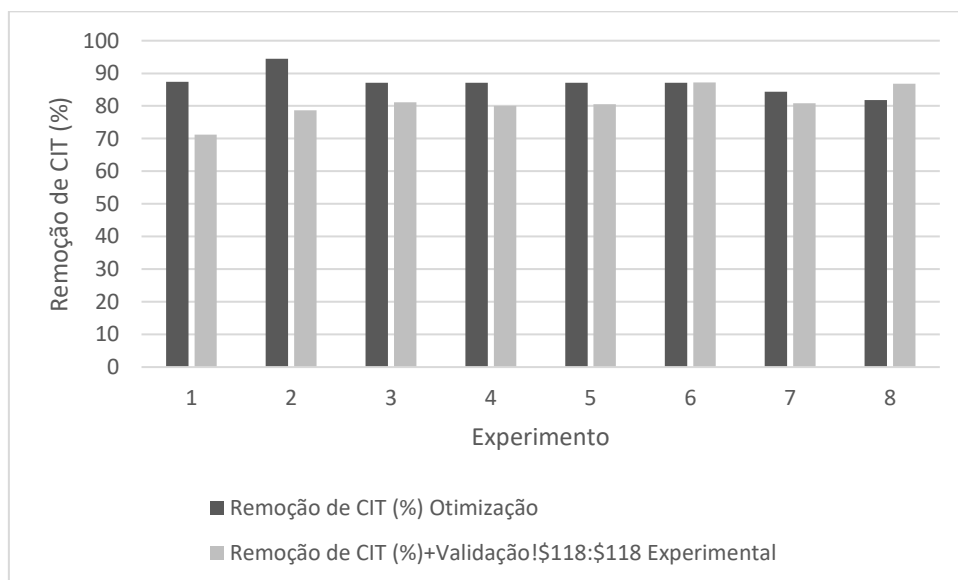


Figura 5.5-12 Respostas e valores previstos pela desejabilidade de Taguchi para Remoção de CIT (%) - CFCA.

A remoção de CIT apresentou uma das maiores variações entre os valores previstos e os experimentais nos testes iniciais, com valores experimentais variando de 60,05% a 87,07%. Em alguns casos, a regressão foi mais precisa, mas ainda encontrou desafios para prever com exatidão a remoção em todas as condições testadas. Na fase de desejabilidade, os valores preditos para CIT foram geralmente mais altos, sugerindo uma remoção eficiente, mas os resultados experimentais variaram consideravelmente, como no Teste 6, onde a remoção foi menor do que o previsto. Isso indica que, embora a desejabilidade tenha melhorado a precisão

das previsões, ainda há variabilidade significativa na remoção de CIT que pode não estar sendo completamente capturada pelo modelo otimizado.

5.5.2.1 Comparação com Carvão Ativado P.A

Visando obter um comparativo da eficácia do CFCA, foram realizados testes com Carvão Ativado P.A, da marca Merck. Os experimentos realizados com Carvão Ativado P.A foram executados nas mesmas condições dos experimentos realizados com CFCA, e a partir disso foram realizadas as seguintes análises:

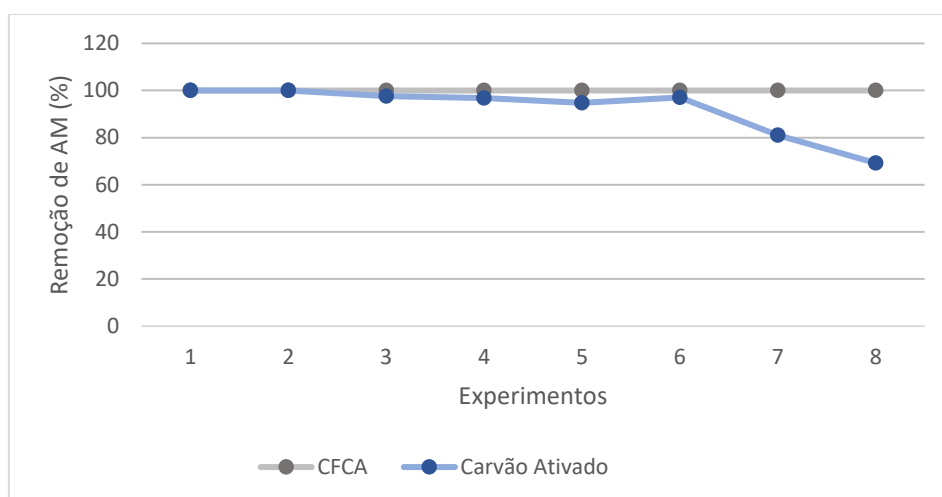


Figura 5.5-13 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de AM (%).

Ambos os carvões apresentaram alta eficiência na remoção de AM, com o CFCA alcançando 100% em todos os testes. O carvão ativado P.A, por outro lado, apresentou uma leve variação, com a menor remoção observada sendo de 69,23% no Teste 8, o que indica que, embora eficaz, ele pode não ser tão consistentemente eficiente quanto o CFCA.

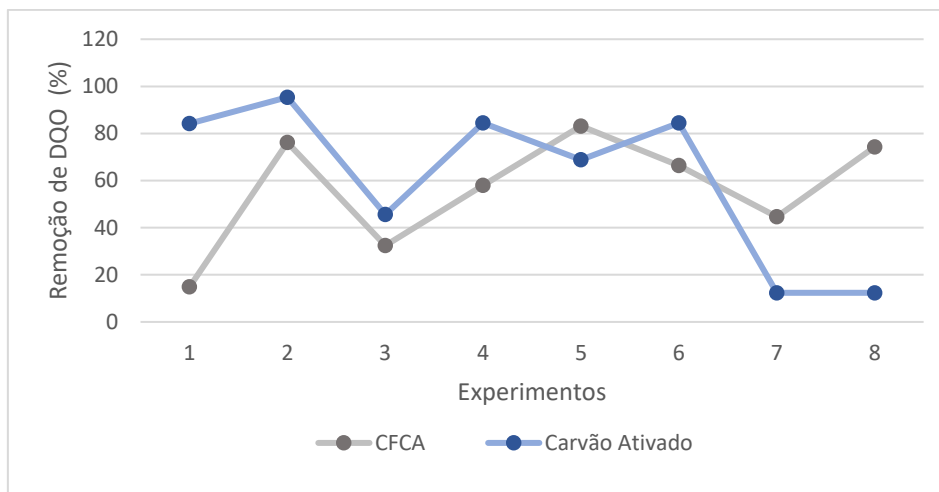


Figura 5.5-14 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de DQO (%).

Em termos de remoção de DQO, o carvão ativado P.A novamente apresentou um desempenho superior, com valores de remoção que chegaram até 95,39% (Teste 2). O CFCA, no entanto, apresentou uma variação maior, com a remoção de DQO variando de 14,82% (Teste 1) a 83,15% (Teste 5). Isso sugere que o carvão ativado P.A possui uma capacidade mais consistente e elevada de remover DQO em comparação ao CFCA.

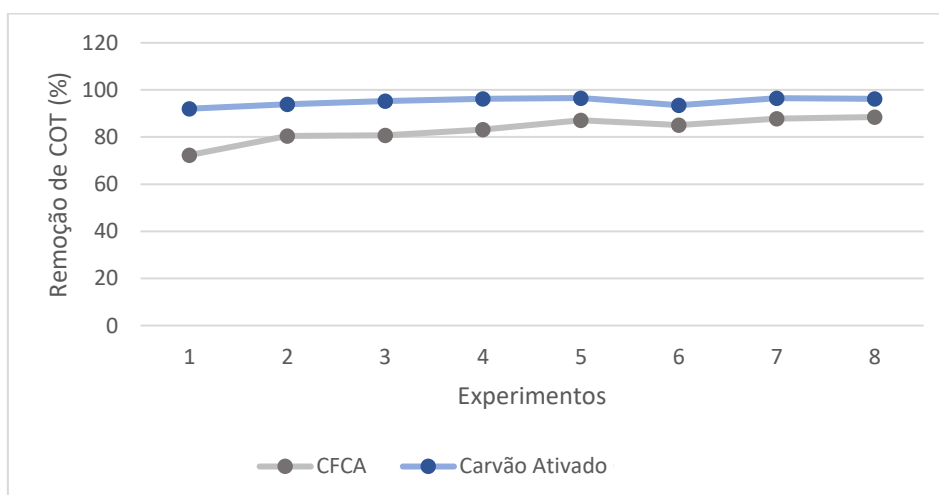


Figura 5.5-15 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de COT (%).

A remoção de COT também favoreceu o carvão ativado P.A, que alcançou valores entre 92,03% e 96,57%, indicando uma alta eficiência e consistência. Por outro lado, o CFCA teve uma variação maior, com valores de remoção de COT entre 72,34% e 88,50%, mostrando que, embora eficaz, o carvão produzido não é tão consistente quanto o carvão ativado P.A neste aspecto.

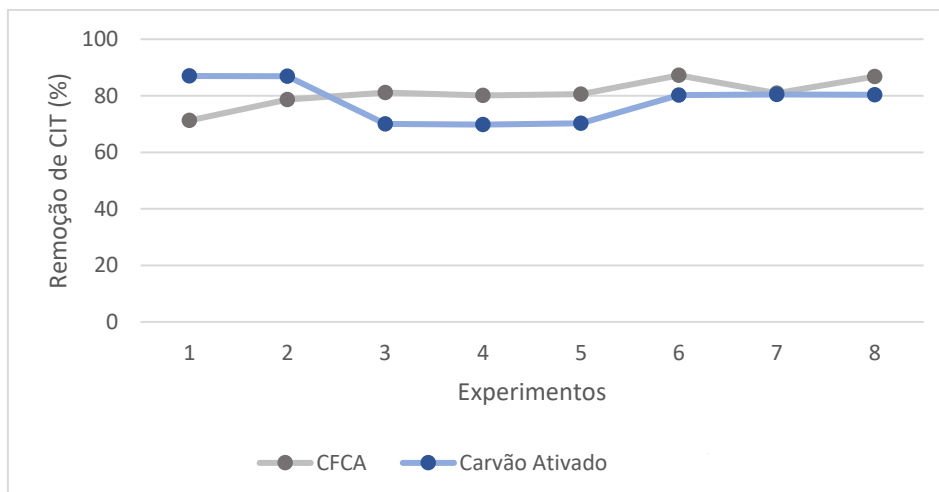


Figura 5.5-16 Comparativo entre CFCA e Carvão Ativado P.A – Remoção de CIT (%).

Finalmente, na remoção de CIT, o carvão ativado P.A novamente superou o CFCA, com valores de remoção variando entre 69,79% e 86,99%. O CFCA, por sua vez, teve valores variando entre 71,24% e 87,22%. A diferença, embora menor, ainda favorece o carvão ativado P.A, que mostrou uma leve superioridade em termos de remoção de CIT.

Em suma, o carvão ativado P.A demonstrou ser mais eficiente e consistente em todas as métricas analisadas, especialmente na remoção de DQO e COT. O CFCA apresentou um bom desempenho, mas com maior variabilidade nos resultados, o que sugere que, enquanto ele é capaz de realizar uma boa remoção de contaminantes, o carvão ativado P.A oferece uma performance mais confiável em uma gama mais ampla de condições.

6 CONCLUSÃO

Conclui-se que a metodologia adaptada para a produção dos carvões a partir de fibra de coco é eficaz. O processo de produção dos carvões foi eficaz, com resultados que indicam elevadas taxas de remoções para as quatro respostas obtidas. No entanto, apesar dos elevados valores de remoção de AM, o CFC deixou residual de cor esverdeada, enquanto o CFCA destacou-se ao não apresentar residuais.

Entre os dois carvões produzidos, o CFCA apresentou melhor desempenho na maioria dos parâmetros analisados. Estatisticamente, o CFCA atingiu 100% de remoção de AM, enquanto o CFC obteve 99%, porém com cor residual. Para o Demanda Química de Oxigênio o CFCA apresentou 95,02% de remoção enquanto o CFC atingiu 69,19%. Os valores obtidos para o Carbono Orgânico Total foram de 96,45% para o CFCA e 61,08% para CFC. Já a remoção de Carbono Inorgânico Total o CFCA obteve 87,07% enquanto o CFC obteve 74,40%.

A análise das isotermas de adsorção revelou que o CFC se ajustou melhor ao modelo de Langmuir, sugerindo que o processo de adsorção ocorre predominantemente em uma superfície homogênea, com formação de monocamadas. O modelo de Freundlich, embora apresentasse um ajuste razoável, não conseguiu capturar com precisão os dados em concentrações mais baixas. Já para o CFCA, ambos os modelos, Langmuir e Freundlich, não representaram adequadamente os dados experimentais, indicando que o processo de adsorção não seguiu os pressupostos básicos de nenhum dos modelos. Isso sugere que o comportamento de adsorção do CFCA pode ser mais complexo, demandando a aplicação de outros modelos ou uma análise mais detalhada. Assim, apesar de ambos os carvões apresentarem boa capacidade de adsorção, a análise das isotermas destaca diferenças nos mecanismos de adsorção entre o CFC e o CFCA, com o CFCA exigindo um aprofundamento em termos de caracterização do processo de adsorção.

A aplicação do planejamento operacional de Taguchi foi eficaz, proporcionando uma otimização significativa do processo e permitindo a avaliação sistemática de múltiplos fatores experimentais com um número reduzido de ensaios. Ademais, com a metodologia de Taguchi foi possível identificar as condições ótimas para maximizar a remoção dos compostos analisados.

Quando comparados os carvões ativados produzidos com o carvão ativado Merck, foi possível identificar um desempenho competitivo especialmente no CFCA quando comparado

ao carvão ativado P.A. O carvão ativado Merck alcançou remoções de AM na faixa de 100% onde o CFCA ficou muito próximo, com 98,6%. Essa proximidade indica que o CFCA pode ser considerado uma alternativa

Para trabalhos futuros, recomenda-se a análise da viabilidade econômica da produção do carvão ativado CFCA, a fim de avaliar seu potencial competitivo em larga escala. Além disso, seria relevante investigar a toxicidade dos efluentes sintéticos antes e após o processo de ativação utilizando KOH, garantindo a segurança ambiental do método proposto. Outra proposta seria aplicar a metodologia de produção de carvão adaptada a partir de outra biomassa, o que poderia expandir a aplicabilidade e eficiência do processo, além de explorar diferentes fontes sustentáveis para a produção de carvões ativados.

REFERÊNCIAS

- ... & Ide, C. N. (2023). Electro-oxidation: An Effective Alternative for the Degradation of Textile Dyes and Reduction of Toxicity in Industrial Effluents. *Revista de Gestão Social e Ambiental*, 17(6), e03429-e03429.
- ABBACI, F. et al. Bio/KOH ratio effect on activated biochar and their dye-based wastewater depollution. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v. 162, p. 105452, 2022.
- ALBROOMI, Hamaed Ibrahim et al. Factors affecting the removal of a basic and an azo dye from artificial solutions by adsorption using activated carbon. *J. Turk. Chem. Soc.*, v. 2, n. 1, p. 17-33, 2015.
- ARLOSOROFF, Saul; RUSHBROOK, Philip. Developing countries struggle with waste management policies. *Waste Management & Research*, v. 9, n. 1, p. 491-494, 1991.
- AZARGOHAR, R.; DALAI, A. K. Steam and KOH activation of biochar: Experimental and modeling studies. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 110, n. 2-3, p. 413-421, 2008.
- BURAKOV, Alexander E. et al. Adsorption of heavy metals on conventional and nanostructured materials for wastewater treatment purposes: A review. *Ecotoxicology and environmental safety*, v. 148, p. 702-712, 2018.
- CAMPOS, M., HUSSAIN, S., KHAN, H., de FRANÇA, A. S., GONÇALVES F. V., de OLIVEIRA, K. R. F.,
- CAROLIN, C. Femina; KUMAR, P. Senthil; JOSHIBA, G. Janet. Sustainable approach to decolourize methyl orange dye from aqueous solution using novel bacterial strain and its metabolites characterization. *Clean Technologies and Environmental Policy*, v. 23, n. 1, p. 173-181, 2021.
- Choy, K. K. H.; McKay, G.; Porter, J. F. Sorption of acid dyes from effluents using activated carbon. *Resources, Conservation and Recycling*, v. 27, p. 57-71, 1999.
- DASH, Bibek. Competitive Adsorption of dyes (congo red, methylene blue, malachite green) on Activated Carbon. 2010. Tese de Doutorado.
- DIAO, Yulu; WALAWENDER, W. P.; FAN, L. T. Activated carbons prepared from phosphoric acid activation of grain sorghum. *Bioresource technology*, v. 81, n. 1, p. 45-52, 2002.
- DUARTE-NETO, J. F. et al. Processos de adsorção de corantes em argilas esmectíticas: uma revisão. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 9, n. 1, p. 51-59, 2014.

FOUST.S.A; WENZEL.A; CLUMP.W.C; MAUS.L; ANDERSEM.B.L, Princípios das Operações Unitárias, 2ª Edição, LTC - Livros Técnicos e Científicos, Editora AS, RJ, 1982.

FRALEY, S. et al. 14.1: Design of experiments via taguchi methods-orthogonal arrays. Chemical Process Dynamics and Controls, p. 751, 2022.

FURLAN, Franciele Regina et al. Avaliação da eficiência do processo de coagulação-floculação e adsorção no tratamento de efluentes têxteis. 2008.

GUARATINI, Cláudia CI; ZANONI, Maria Valnice B. Corantes têxteis. Química nova, v. 23, p. 71-78, 2000.

HAO, Yeo Shi; OTHMAN, Norasikin; ZAINI, Muhammad Abbas Ahmad. Methylene blue and Congo red removal by activated carbons: A current literature. Acta Universitatis Sapientiae, Agriculture and Environment, v. 14, n. 1, p. 29-44, 2023.

JANUSZEWICZ, K. et al. Activated carbon produced by pyrolysis of waste wood and straw for potential wastewater adsorption. Materials 13: 2047. 2020.

K. (2023). The effect of calcination temperatures on the structural and optical properties of zinc oxide nanoparticles and their influence on the photocatalytic degradation of leather dye. Chemical Physics Impact, 6, 100196.

KAMATH, Ashwini A.; NAYAK, Nandini G.; SAGAR, Raghavendra. Coconut flower sheath derived activated charcoal as efficient and cost-effective adsorbent for crystal violet dye removal. Inorganic Chemistry Communications, v. 134, p. 109077, 2021.

LI, Yu-huan et al. Activated carbon preparation from pyrolysis char of sewage sludge and its adsorption performance for organic compounds in sewage. Fuel, v. 266, p. 117053, 2020.

LIMA, Adriana Ferreira de et al. Adsorção de azul de metileno em hidrocarvões de resíduos têxteis. Matéria (Rio de Janeiro), v. 25, 2020.

LIOU, Tzong-Horng. Development of mesoporous structure and high adsorption capacity of biomass-based activated carbon by phosphoric acid and zinc chloride activation. Chemical engineering journal, v. 158, n. 2, p. 129-142, 2010.

LUNARDI, Layane Martins. Remoção de corantes têxteis por adsorção com pó de serragem de pinus sp. 2014. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

ODY, Daniel Augusto. Remoção de corantes têxteis de efluentes por adsorção com carvão ativado. 2014.

MACCABE, W. L.; SMITH, J. C.; HARRIOTT, P. Unit Operations of Chemical Engineering. 5. ed. Nova Iorque: McGraw-Hill, 1993. p. 814-815.

Maranho, O. (1996). Influência da preparação da superfície na aderência de revestimentos de alumínio depositados por aspersão térmica a chama.

MARTINS, Tiago D. et al. Reactive blue 5G adsorption onto activated carbon: kinetics and equilibrium. *Journal of Chemical & Engineering Data*, v. 58, n. 1, p. 106-114, 2013.

OHIMOR, E. O.; TEMISA, D. O.; ONONIWU, P. I. Production of activated carbon from carbonaceous agricultural waste material: coconut fibres. *Nigerian Journal of Technology*, v. 40, n. 1, p. 19-24, 2021.

OLADOYE, P. O. et al. Methylene blue dye: Toxicity and potential technologies for elimination from (waste) water. *Results in Engineering*, 100678. 2022.

OLIVEIRA, Danielle P. et al. Mutagenic compounds generated from the chlorination of disperse azo-dyes and their presence in drinking water. *Environmental science & technology*, v. 40, n. 21, p. 6682-6689, 2006

POPURI, Ashok Kumar; GUTTIKONDA, Prashanti. Treatment of textile dyeing industry effluent using activated carbon. *International Journal of Chemical Sciences*, v. 13, n. 3, p. 1430-1436, 2015.

QIN, Hengji et al. Adsorption of Pb^{2+} and Cd^{2+} in agricultural water by potassium permanganate and nitric acid-modified coconut shell biochar. *Agronomy*, v. 13, n. 7, p. 1813, 2023.

RAHMAN, Mokhlesur M. et al. Removal of heavy metal ions with acid activated carbons derived from oil palm and coconut shells. *Materials*, v. 7, n. 5, p. 3634-3650, 2014.

RAO, Samruddhi et al. An overview of Taguchi method: evolution, concept and interdisciplinary applications. *International Journal of Scientific & Engineering Research*, v. 4, n. 10, p. 621-626, 2013.

RAY, Suprakas Sinha; GUSAIN, Rashi; KUMAR, Neeraj. Effect of reaction parameters on the adsorption. *Carbon Nanomaterial-Based Adsorbents for Water Purification*, p. 119-135, 2020

RODRÍGUEZ, Araceli et al. Adsorption of anionic and cationic dyes on activated carbon from aqueous solutions: Equilibrium and kinetics. *Journal of hazardous materials*, v. 172, n. 2-3, p. 1311-1320, 2009.

ROFIKOH, Vina; ZAMAN, Badrus; SAMADIKUN, Budi Prasetyo. The Potential of Commercial Biomass-Based Activated Carbon to Remove Heavy Metals in Wastewater—A Review. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, v. 22, n. 1, p. 132-141, 2024.

- Roy, R. K. (2001). Design of experiments using the Taguchi approach: 16 steps to product and process improvement. John Wiley & Sons.
- ROYER, Betina. Remoção de corantes têxteis utilizando casca de semente de araucaria augustifolia como biossorvente. 2008.
- RUTHVEN.M.D, Encyclopedia of Separation Technology, Volume 1, pág 94-126, 1997.
- SHAHROKHI-SHAHRAKI, Rahim et al. High efficiency removal of heavy metals using tire-derived activated carbon vs commercial activated carbon: Insights into the adsorption mechanisms. Chemosphere, v. 264, p. 128455, 2021.
- SHARMA, Yogesh C.; UPADHYAY, Siddh N. Removal of a cationic dye from wastewaters by adsorption on activated carbon developed from coconut coir. Energy & Fuels, v. 23, n. 6, p. 2983-2988, 2009.
- SILVA, Aracelis Ferreira da. Preparação, caracterização e aplicação de membranas de Poli (Fluoreto de Vinilideno) para a redução de cor de efluente têxtil modelo. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Unicamp, 2004
- SOLMAZ, Seval Kutlu Akal et al. Colour and COD removal from textile effluent by coagulation and advanced oxidation processes. Coloration Technology, v. 122, n. 2, p. 102-109, 2006
- SOUZA, Renata Santos et al. Adsorção de cromo (VI) por carvão ativado granular de soluções diluídas utilizando um sistema batelada sob pH controlado. Acta Amazonica, v. 39, p. 661-668, 2009.
- Taguchi, G. (1986). Introduction to quality engineering: designing quality into products and processes.
- TAMIRU, M.; GUTA, B. Various absorbents and parameters affecting removal of water hardness from wastewater: review. International Journal of Water and Wastewater Treatment, v. 6, n. 3, 2020.
- VAN LIENDEN, Christopher et al. Metals removal from stormwater by commercial and non-commercial granular activated carbons. Water Environment Research, v. 82, n. 4, p. 351-356, 2010.
- YAGUB, Mustafa T. et al. Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: a review. Advances in colloid and interface science, v. 209, p. 172-184, 2014.

ZERIN, N. H. et al. End-of-life tyre conversion to energy: A review on pyrolysis and activated carbon production processes and their challenges. *Science of the Total Environment*, p. 166981, 2023.

ZHANG, Ling et al. Coconut-based activated carbon fibers for efficient adsorption of various organic dyes. *RSC advances*, v. 8, n. 74, p. 42280-42291, 2018.

ANEXO 01

CFC

Concentração Inicial (mg.L-1)	pH	Massa do adsorvente (g)	Tempo (min)	Concentração Final	Remoção	DQO BRUTO	DQO	Remoção DQO (%)	TIC BRUTO	TIC	Remoção TIC	TOC BRUTO	TOC	REMOÇÃO O TOC
50	3	0,02	30	37,5	25%	106,18	67,83	36%	17,09	4,376	74,39%	43,635	24,378	44,13%
50	5	0,06	60	1,77	96%	108,39	71,89	33,67%	11,595	5,622	51,51%	38,3	20,07	47,59%
50	7	0,1	120	0,69	99%	110,6	48,26	56,37%	13,685	5,798	57,63%	35,3	22,584	36,02%
50	9	0,14	180	0,75	99%	103,96	49,95	51,95%	12,77	9,558	25,15%	34,725	29,918	13,84%
100	3	0,06	120	48,6	51%	109,1	100,43	7,95%	11,065	4,516	59,18%	60,775	31,024	48,95%
100	5	0,02	180	61,4	39%	114,85	110,77	3,55%	10,87	5,68	47,74%	55,88	42,39	24,14%
100	7	0,14	30	3,54	96%	149,3	78,26	47,58%	11,65	5,984	48,63%	57,15	29,422	48,51%
100	9	0,1	60	3,99	96%	160,75	49,57	69,16%	12,8	5,802	54,67%	57,59	23,87	58,55%
150	3	0,1	180	37,1	75%	246,9	159,13	35,55%	10,945	5,086	53,53%	83,14	37,616	54,75%
150	5	0,14	120	6,05	96%	229,65	93,91	59,11%	11,015	5,824	47,12%	84,31	32,812	61,08%
150	7	0,02	60	140,1	7%	241,15	208,5	13,54%	11,6	4,764	58,93%	85,945	67,438	21,53%
150	9	0,06	30	75	50%	218,2	154,84	29,04%	13,035	4,4	66,24%	89,035	38,04	57,27%
200	3	0,14	60	107,1	46%	482,3	238,9	50,47%	10,925	6,794	37,81%	144,37	73,94	48,78%
200	5	0,1	30	124,9	38%	476,55	247,74	48,01%	10,8	7,236	33%	144,72	76,964	46,81%
200	7	0,06	180	146,3	27%	401,9	390,45	2,85%	11,8	11,8	0	131,465	103,965	20,91%
200	9	0,02	120	191,2	4%	488,05	447,85	8,24%	13,615	13,615	0	141,065	130,02	7,82%

CFCA

Concentração Inicial (mg.L-1)	pH	Massa do adsorvente (g)	Tempo (min)	Concentração f	Remoção	DQO BRUTO	DQO	Remoção DQO (%)2	TIC BRUTO	TIC	Remoção TIC2	TOC BRUTO	TOC	REMOÇÃO O TOC2
50	3	0,01	15	5,65	88,70%	106,18	10,8	89,82%	17,09	2,209	87,07%	43,635	4,399	89,91%
50	5	0,02	30	0	100%	108,39	9,6	91,14%	11,595	2,289	80,25%	38,3	4,456	88,36%
50	7	0,03	60	0	100%	110,6	14,4	86,98%	13,685	2,472	81,93%	35,3	4,667	86,77%
50	9	0,04	120	0	100%	103,96	24	76,91%	12,77	3,285	74,27%	34,725	3,315	90,45%
100	3	0,02	60	0	100%	109,1	19,2	82,40%	11,065	2,352	78,74%	60,775	10,233	83,16%
100	5	0,01	120	9,99	90%	114,85	24	79,10%	10,87	2,211	79,65%	55,88	7,733	86,16%
100	7	0,04	15	0	100%	149,3	19,2	87,13%	11,65	2,217	80,96%	57,15	5,693	90,03%
100	9	0,03	30	0	100%	160,75	14,4	91,04%	12,8	2,236	82,53%	57,59	6,194	89,24%
150	3	0,03	120	0	100%	246,9	24,8	89,95%	10,945	2,217	79,74%	83,14	12,034	85,52%
150	5	0,04	60	0	100%	229,65	32,4	85,89%	11,015	2,184	80,17%	84,31	6,165	92,68%
150	7	0,01	30	76	49,33%	241,15	130,8	47,75%	11,6	4,358	62,43%	85,945	41,546	51,65%
150	9	0,02	15	13,87	90,75%	218,2	31,8	85,42%	13,035	3,554	72,73%	89,035	9,55	89,27%
200	3	0,04	30	2,99	98,50%	482,3	24	95,02%	10,925	2,181	80,03%	144,37	5,116	96,45%
200	5	0,03	15	56,9	71,55%	476,55	86,4	81,86%	10,8	4,314	60,05%	144,72	26,022	82,01%
200	7	0,02	120	54	73%	401,9	116,4	71,03%	11,8	6,936	41,22%	131,465	34,28	73,92%
200	9	0,01	60	151,5	24,25%	488,05	319,2	34,59%	13,615	4,536	66,86%	141,065	66,158	52,10%