

#### IX Workshop de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio



# IMOBILIZAÇÃO DE ZEÓLITA FAU EM FIBRAS POLIMÉRICAS PARA A ADSORÇÃO DE CORANTES

Bruno Cano Mascarenhas<sup>1,2</sup>, Francine Aline Tavares<sup>1,2</sup>, Elaine Cristina Paris<sup>2</sup>

I – UFSCar, Rodovia Washington Luiz, Km 235, SP 310, 13565-905, São Carlos, SP
2- LNNA – Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio, Embrapa Instrumentação, Rua XV de Novembro 1452, 13560-970, São Carlos, SP elaine.paris@embrapa.br

Classificação: Novos materiais e processos em nanotecnologia e suas aplicações no agronegócio

#### Resumo

Devido aos problemas ocasionados pela poluíção das águas, a busca por recursos que minimizem a degradação dos recursos hídricos tem aumentado. Há grande interesse no desenvolvimento de métodos de tratamento de ambientes aquáticos que promovam eficiente remoção de poluentes, dentre estes, se destaca o processo de adsorção. A grande problemática no uso de adsorventes é uma imobilização adequada, que proporcione a remoção e a reutilização. Neste trabalho foram obtidas partículas de zeólita faujasita (FAU) impregnadas em fibras poliméricas de ácido polilático (PLA), e a capacidade de adsorver corantes (rodamina B e azul de metileno) em meio aquoso foi avaliada. As fibras compósitas foram obtidas via eletrofiação, apresentando-se uniformes com 20% de partículas de FAU (m/m). As fibras compósitas revelaram-se promissoras, pois adsorveram com eficiência os corantes rodamina B (acima de 80%) e o azul de metileno (90%), após 90 min de contato com a solução de corante. Portanto, a impregnação de FAU em matriz de PLA viabilizou a aplicabilidade do material final como potencial adsorvente, pois diferentemente do particulado disperso em solução, este é facilmente retirado do meio mecânico.

Palavras-chave: Zeólita FAU; Fibras poliméricas, Compósito, Adsorção, Corantes.

## IMMOBILIZATION OF ZEOLITE FAU IN PLA FIBERS TO BE USED AS DYE ADSORBENT

#### Abstract

Due to the problems caused by water pollution, the search for resources that minimize the degradation of water resources has increased. There is a great interest in the development of methods for treatment of aquatic environments that promotes the efficient removal of pollutants, among them, the adsorption process. The major problem in the use of adsorbents is an adequate immobilization, which provides their removal and reuse. In this work, we obtained zeolite FAU (Faujasite) impregnated in polymeric fibers (poly (acidic), PLA) and its capacity to adsorb dyes (rhodamine B and methylene blue) in aqueous medium was evaluated. The electro-spinning method produced uniform fibers with 20% FAU particles (m/m) with good distribution. The composite fibers were promising because they efficiently adsorbed the dyes rhodamine B (above 80%) and methylene blue (90%) after 90 minutes of contact with the dye solution. Therefore, the impregnation of FAU in PLA matrix allowed the applicability of the final material as a potential adsorbent because, unlike the particulate dispersed in solution, it is easily removed from the mechanical medium.

Keywords: Zeolite FAU; Polymeric fibers, Composite, Adsorption, Dyes.

**Publicações relacionadas:** MASCARENHAS, B. C. A. Avaliação de diferentes condições de imobilização e funcionalização de zeólitas nanoestruturadas para a adsorção de poluentes orgânicos. Dissertação de Mestrado, PPGQ/UFSCar, São Carlos, 2017.

#### 1 INTRODUÇÃO

A produção de novos compostos químicos, destinados a satisfazerem as necessidades de subsistência ou para potencializar a criação de novos mercados consumidores emergentes, contribuem





#### IX Workshop de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio

para a poluição atmosférica, terrestre e ambientes aquáticos. As principais fontes de poluição dos recursos hídricos são os efluentes domésticos e industriais (ROCHA *et al.*, 2012). Uma das principais formas de poluição dos recursos hídricos está relacionada à presença de compostos orgânicos, tais como os corantes; os quais apresentam alta toxicidade sendo prejudiciais à saúde humana (AKSU *et al.*, 2005).

Os métodos comuns de tratamentos de recursos hídricos usados na remoção de efluentes contendo corantes têxteis apresentam desvantagens, como um elevado custo operacional (XINBO *et al.*, 2012). Dentre as técnicas de tratamento de efluentes, o processo de adsorção, utilizando-se adsorventes sólidos apresenta-se como um método eficaz para a remoção de contaminantes orgânicos. Um dos compostos adsorventes utilizados são as zeólitas, tais materiais proporcionam elevada capacidade para aplicação industrial, visto que, apresentam propriedades físico-químicas que favorecem seu uso como adsorvedores, trocadores iônicos, catalisadores e peneiras moleculares, pois oferecem várias possibilidades em termos de tamanho dos poros (OLIVEIRA *et al.*, 2014). Dentre esses materiais, destaca-se a zeólita Y, pertencente à família das zeólitas Faujasitas (zeólita FAU), em que a sua elevada capacidade de adsorção é atribuída principalmente à elevada área superficial e estrutura porosa complexa, com diâmetro de amplo poro (7,4  $\Box$ ) (CHAOUATI *et al.*, 2013).

Apesar da técnica de adsorção ser eficiente para remoção de poluentes, existe a dificuldade de remoção das partículas suspensas após o processo. Uma solução para este problema é desenvolver suportes para imobilização e remoção das partículas dos adsorventes empregados. Uma metodologia para a imobilização é a adição das nanopartículas em uma matriz polimérica via eletrofiação. As micro ou nanofibras apresentam propriedades únicas, como alta porosidade e área de superfície, sendo amplamente utilizadas para a adsorção (LI *et al.*, 2016). Dentre os polímeros mais estudados, o ácido polilático (PLA) tem despertado grande interesse na literatura (HADJIZADEH *et al.*, 2016), decorrente da sua versatilidade de aplicações. Nanofibras de PLA têm sido avaliadas como matriz para remoção de corantes e/ou íons Ni²+ e Cd²+ em meio aquoso (ISARANKURA *et al.*, 2016).

Este trabalho teve como objetivo a imobilização de partículas de zeólita FAU incorporadas em matriz polimérica de PLA (compósito PLA: FAU), a fim de avaliar a capacidade de adsorção de corantes em solução aquosa e a capacidade de remoção e reutilização do adsorvente.

#### 2 MATERIAL E MÉTODOS

A incorporação de zeólita (FAU) pura e/ou funcionalizada em matriz de PLA (FAU:PLA) foi realizada pelo método de eletrofiação, em que diferentes concentrações de FAU (m/m) foram adicionadas à matriz de PLA (relação de 10 a 40% (massa zeólita/massa PLA). A escolha e proporção de solventes empregados para a obtenção das fibras foram baseadas no trabalho prévio de MALAFATTI, 2016. As soluções de PLA foram preparadas e em seguida quantidades de material particulado foram dispersos via agitação magnética por 5 h. Após a dispersão da zeólita na solução polimérica, as fibras de PLA foram obtidas pelo método de eletrofiação, empregando-se 5 cm de distância entre a agulha e o coletor, e tensão elétrica de 20 kV. As vazões de trabalho foram avaliadas para cada solução polimérica, sendo variadas de 1,0 a 5,0 mL h<sup>-1</sup>. A caracterização foi realizada por meio de DRX e MEV-FEG.

Após a obtenção das fibras foram então realizados os ensaios de adsorção. As soluções dos corantes rodamina B e azul de metileno em concentrações de 5 ppm foram adicionadas a Erlenmeyers contendo massas previamente estabelecidas de zeólita pura e/ou funcionalizada. As concentrações de material particulado empregados foram mantidas na faixa de 0,1 a 3,0 g L<sup>-1</sup>. Todos os ensaios foram realizados em triplicata. Os experimentos foram conduzidos sob agitação magnética (900 rpm) por 24 h e a temperatura controlada (25°C) e posteriormente submetidos à centrifugação (11000 rpm 5 min<sup>-1</sup>). Em seguida, alíquotas da solução do sobrenadante foram analisadas através de UV-vis. As concentrações do corante no sobrenadante foram avaliadas em λ = 554 e 664 nm, para a rodamina B e o azul de metileno, respectivamente. Os ensaios de adsorção seguiram-se com os parâmetros (massa e tempo) otimizados conforme descritos acima. Os ensaios empregando-se fibras foram realizados nos mesmos moldes dos ensaios descritos para as partículas em solução. As concentrações de fibra utilizadas foram na faixa de 0,25 a 4,0 gL<sup>-1</sup>. A eficiência do material FAU:PLA foram comparados aos pós sem fixação.



#### IX Workshop de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio

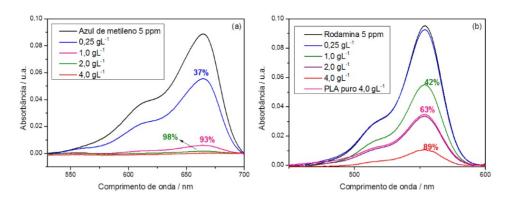


#### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As imagens obtidas por MEV indicaram que a concentração de polímero de 15% m/v era a ideal, notou que houve a formação de fibras uniformes mais homogêneas e ausentes de beads. Após obter a condição ideal das fibras de PLA, foi realizada a incorporação de 20% FAU sobre a matriz polimérica; a imagem de MEV para as fibras de PLA:FAU retrata a influência do material particulado na matriz polimérica e a formação de fibras uniformes.

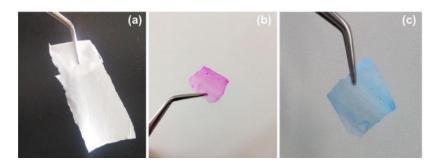
A inserção efetiva do material zeolítico na matriz polimérica foi evidenciada por intermédio de DRX, em que foi observado que a fibra de PLA exibe um sinal na região de  $2\theta = 16,8^{\circ}$ , caracterizando a fase  $\alpha$  do material. O mapeamento da dispersão das partículas de fase cerâmica sobre as fibras poliméricas foi realizado por EDS, na qual se revelaram a presença dos elementos Sódio (Na), Silício (Si) e Oxigênio (O) característicos da fase zeolítica distribuídas ao longo das fibras.

Os resultados obtidos nos ensaios de aplicação da fibra 15%PLA:20%FAU na adsorção de corantes azul de metileno e rodamina B em meio aquoso foram realizados e um "branco" foi feito para a certificação de quão eficiente é a fibra de PLA na adsorção de corantes em solução aquosa. A fibra de PLA pura degradou-se durante o processo, tornando-a inapta para o uso como possível potencial adsorvente. Os espectros de UV-vis (Figura 1) retratam a eficiência do material compósito na remoção dos corantes Azul de Metileno e Rodamina B em função do tempo. Foram necessárias concentrações de 1,0 e 4,0 g L<sup>-1</sup> de fibras para a remoção do corante, comparado ao resultado de adsorção para o particulado disperso em solução, não há mudanças significativas de concentração mínima necessária para a efetiva remoção de azul de metileno (0,2 g FAU em 1,0 g fibra). Contudo, em termos da rodamina B a massa real de FAU empregada é menor (0,8 g FAU em 4 g de fibras), isso é um indicativo de que boa parte do corante é adsorvido pelo PLA, correspondendo a cerca de 63% do total removido. Em ambos os casos, há equilíbrio de adsorção em cerca de 90 min.



**Figura 1.** UV-vis para os ensaios de remoção de corante azul de metileno (a) e rodamina B (b) de meio aquoso empregando-se fibra 15%PLA:20%FAU.

Observa-se na Figura 2 que a impregnação de Faujasita em matriz de PLA viabilizou a aplicabilidade do material final como potencial adsorvente, pois diferentemente do particulado disperso em solução, este é facilmente retirado do meio mecânico.



**Figura 2.** Fibras de 15%PLA: 20%FAU, antes (a) e após contato com corantes rodamina B (b) e azul de metileno (c).



### Rede groNano

#### IX Workshop de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio

De modo geral, a obtenção do compósito 15%PLA:20%FAU para a remoção de azul de metileno e rodamina B em meio aquoso foi satisfatória, sendo removido facilmente do meio em que foi empregado.

#### 4 CONCLUSÃO

Foi possível obter fibras de PLA e PLA:FAU com sucesso via eletrofiação, com concentrações de FAU até 20% (m/m) e vazão de 2,0 mL h<sup>-1</sup>, em que as fibras apresentaram-se uniformes. As fibras de PLA:FAU apresentaram boa eficiência em remoção de corantes em solução, sendo passíveis de remoção do meio aquoso por meio de separação mecânica.

#### **AGRADECIMENTOS**

Técnicos e Analistas da Embrapa Instrumentação pelo suporte técnico. Alunos do Grupo de pesquisa pela parceria. SISNANO/MCTI, CNPq, CAPES, FINEP, e Embrapa/Rede AgroNano pelo apoio financeiro.

#### REFERÊNCIAS

AKSU, Z.; TEZER, S. "Biosorption of reactive dyes on the green alga Chlorella vulgaris". Process Biochemistry, v. 40, n. 3, p.1347-1361, 2005.

CHAOUATI, N.; SOUALAH, A. & CHATER, M. "Adsorption of phenol from aqueous solution onto zeolites Y modified by silylation". C. R. Chim., v.16, n. 3, p. 222, 2013.

HADJIZADEH, A.; SAVOJI, H.; A.; AJJI, A.; "A Facile Approach for the Mass Production of Submicro/Micro Poly (Lactic Acid) Fibrous Mats and Their Cytotoxicity Test towards Neural Stem Cells," BioMed Research International, p.1-12, 2016.

ISARANKURA, N. Z. S. et al. "Effect of clay content on morphology and processability of electrospun keratin/poly(lactic acid) nanofiber". Int J Biol Macromol. v.2016, n. 85, p. 585, 2016. LI, G. et al. "Rapid capture of Ponceau S via a hierarchical organic—inorganic hybrid nanofibrous membrane". J. Mater. Chem. A, v. 4, p. 5423-5427, 2016.

MALAFATTI, J. O. Obtenção do sistema biodegradável PLA: amido para a incorporação do micronutriente manganês. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de São Carlos, UFSCar, São Carlos, 2016.

OLIVEIRA, T. G. et al. "Adsorção de CO<sub>2</sub> em peneiras moleculares micro e mesoporosas". Química Nova, v.37, n.4, p.610-617, 2014.

ROCHA, O. R. Sá da et al. "Avaliação do processo adsortivo utilizando mesocarpo de coco verde para remoção do corante cinza reativo BF-2R". Química Nova, v.35, n.7, p.1369-137, 2012

XINBO, W. et al. "Adsorption of basic yellow 87 from aqueous solution onto two different mesoporous adsorbents". Chem. Eng. J., v.180, p. 91-98, 2012.