



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS BODOCONGÓ
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
CURSO DE BACHARELADO EM QUÍMICA INDUSTRIAL**

ANDREZZA DE ARAÚJO SILVA GALLINDO

**TESTES DE DESENVOLVIMENTO DE NIQUELAGEM EM ESCALA
LABORATORIAL PARA FINS DE TRATAMENTO DO RESÍDUO POR
ADSORÇÃO DE NÍQUEL EM PÓ DE CASCA DE COCO VERDE**

**CAMPINA GRANDE
2018**

ANDREZZA DE ARAÚJO SILVA GALLINDO

**TESTES DE DESENVOLVIMENTO DE NIQUELAGEM EM ESCALA
LABORATORIAL PARA FINS DE TRATAMENTO DO RESÍDUO POR
ADSORÇÃO DE NÍQUEL EM PÓ DE CASCA DE COCO VERDE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Coordenação de Química da Universidade Estadual da Paraíba como requisito parcial à obtenção do Título de Bacharel em Química Industrial.

Orientadora: Profa. Dra. Sara Regina Ribeiro Carneiro de Barros

Coorientadora: Profa. Dra. Pablicia Oliveira Galdino.

**CAMPINA GRANDE
2018**

ANDREZZA DE ARAÚJO SILVA GALLINDO

**TESTES DE DESENVOLVIMENTO DE NIQUELAGEM EM ESCALA
LABORATORIAL PARA FINS DE TRATAMENTO DO RESÍDUO POR
ADSORÇÃO DE NÍQUEL EM PÓ DE CASCA DE COCO VERDE**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado a Coordenação de Química da
Universidade Estadual da Paraíba como
requisito parcial à obtenção do Título de
Bacharel em Química Industrial.

Aprovada em: 26/06/2018.


BANCA EXAMINADORA




Profa. Dra. Sara Regina Ribeiro Carneiro de Barros (Orientadora)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB/DQ)



Profa. Dra. Pablicia Oliveira Galvão (Co-orientadora)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB/DQ)



Profa. Dra. Márcia Izabel Cirne França (Examinadora)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB/DQ)



Profa. Dra. Márcia Ramos Luiz (Examinadora)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB/DESA)

É expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano do trabalho.

G168t Gallindo, Andrezza de Araujo Silva.
Testes de desenvolvimento de niquelagem em escala laboratorial para fins de tratamento do resíduo por adsorção de níquel em pó de casca de coco verde [manuscrito] : / Andrezza de Araujo Silva Gallindo. - 2018.
51 p. : il. colorido.

Digitado.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 2018.

"Orientação : Profa. Dra. Sara Regina Ribeiro Carneiro de Barros, Coordenação do Curso de Licenciatura em Química - CCT."

"Coorientação: Profa. Dra. Pablícia Oliveira Galdino, Coordenação do Curso de Química Industrial - CCT."

1. Resíduo de niquelagem. 2. Biossorção. 3. Planejamento fatorial. 4. Biomassa. I. Título

31.04.CDD.638.163

RESUMO

O projeto desenvolveu testes de niquelagem em painéis de latão para caracterização do resíduo e tratamento do mesmo por adsorção utilizando a biomassa pó de casca de coco verde e definiu como método de trabalho 1A para eletrodeposição, 55°C de temperatura máxima para niquelagem e 10 minutos de ensaio para deposição ideal do metal no painel. A produção da biomassa seguiu a revisão de literatura que será abordada na pesquisa e foram obtidas 4 amostras de pó, variando a granulometria de 80 a 200 mesh e umidade de 16,1% a 20,3%. A umidade variou de acordo com o tratamento químico sofrido pelo pó e todos os dados levaram a construção do planejamento fatorial 2^3 ideal para avaliação da adsorção de níquel pelo pó, em resíduo de niquelagem em escala laboratorial, para aplicação em trabalhos futuros.

Palavras-Chave: Resíduo de Niquelagem, Pó de casca de coco verde, Biossorção, Planejamento Fatorial

ABSTRACT

The project developed nickel tests in brass panels for characterization of the residue and treatment of the same by adsorption using the biomass powder of green coconut shell and defined as working method 1A (Ampere) for electrodeposition, 55 ° C maximum temperature for nickel plating and 10 minutes of testing for optimum metal deposition on the panel. The nickel plating followed the Standards of the Surtec Company Industrial Manual. The biomass production of green coconut husk powder followed the literature review that will be approached in the research and 4 dust samples were obtained, ranging from 80 to 200 mesh and 16.1% to 20.3% moisture. Moisture varied according to the chemical treatment of the powder and all the data led to the construction of the ideal factorial design 2^3 for the evaluation of the nickel adsorption by the powder, in nickel residue at laboratory scale, for application in future works.

Keywords: Nickel Residue, Green Coconut Bark Powder, Biosorption, Factorial Planning.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Um sistema ligando os fatores às respostas.....	16
Figura 2: Niquelagem industrial de peças metálicas de latão	18
Figura 3: Niquelagem de latão em escala laboratorial.....	19
Figura 4: Sistema de Niquelagem de Latão.....	21
Figura 5: Etapas de produção do pó de casca de coco verde	22
Figura 6: Pó de casca de coco verde.....	24
Figura 7: Tratamento de resíduo de niquelagem por adsorção com pó de casca de coco verde tratado quimicamente.....	27
Figura 8: Fotos do Painel 1 niquelado com (a) e sem (b) flash	31
Figura 9: Fotos do Painel 2 niquelado com (a) e sem (b) flash	32
Figura 10: Fotos do Painel 3 niquelado com (a) e sem (b) flash.....	33
Figura 11: Fotos do Painel 4 niquelado com (a) e sem (b) flash.....	34
Figura 12: Fotos do Painel 5 niquelado com (a) e sem (b) flash.....	35
Figura 13: Fotos do Painel 6 niquelado com (a) e sem (b) flash.....	36
Figura 14: Sistema de biossorção e resíduo bruto.....	40
Gráfico 1: pH dos Banhos Eletrolíticos de Níquel	41
Gráfico 2: pH dos Resíduos e do Sistema de Biossorção	42
Gráfico 3: Condutividade dos Resíduos e do Sistema de Biossorção.....	43

LISTA DE TABELAS E QUADROS

Tabela 1. Uso de algumas biomassas na remoção de íons metálicos de níquel em soluções aquosas.....	14
Tabela 2: Planejamento fatorial 2^3 dos ensaios para determinação de eficiência de adsorção de níquel presente em resíduo de niquelagem em escala laboratorial, pelo pó de casca de coco verde.....	26
Tabela 03: Concentrações para montagem dos banhos em escala laboratorial.....	28
Quadro 1: Concentração final de níquel encontrada nas águas de lavagem oriundas de um processo de niquelagem da indústria DOURECA – Produtos Plásticos, LDA.....	29
Quadro 2: Concentrações de níquel determinadas nos resíduos das niquelagens por titulação.....	30
Quadro 3: Dados da produção do pó de casca de coco verde.....	39
Quadro 4: Dados obtidos pós-tratamento químico do pó de casca de coco verde.....	40

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	REVISÃO DE LITERATURA	12
2.1	Níquel.....	12
2.2	Cocos nucifera.....	13
2.3	Bioadsorventes e técnica de biossorção	14
2.4	Planejamento Fatorial.....	16
3	METODOLOGIA	18
3.1	Conversão de escala industrial para laboratorial	18
3.2	Preparo do banho eletrolítico de sais de níquel	19
3.3	Niquelagem de Latão.....	20
3.4	Método de Produção do pó de casca de coco verde	22
3.5	Escolha das variáveis de entrada e resposta do planejamento fatorial	24
3.6	Método de Tratamento de resíduo por biossorção	26
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	28
4.1	Niquelagem de latão	28
4.2	A avaliação da qualidade da niquelagem dos painéis	31
4.3	Produção do pó de casca de coco verde.....	38
4.3.1	<i>Rendimento</i>	38
4.3.2	<i>Teor de Umidade (%)</i>	39
4.4	Caracterização dos resíduos	40
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	45
6	REFERÊNCIAS	46

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, como resultado do investimento no desenvolvimento tecnológico e industrialização, a geração de resíduos lançados ao meio ambiente contendo substâncias prejudiciais a saúde têm poluído gradualmente corpos de água. Cientistas e engenheiros estão pesquisando por soluções para minimizar a quantidade de contaminantes nos resíduos. As metalúrgicas e indústrias químicas como processadoras de metais tóxicos, também têm suas parcelas de contribuição neste impacto ambiental (R. Malik et al. 2017).

No ano de 2015, por exemplo, a produção mundial de níquel primário foi de 1,973 milhão de toneladas, segundo dados da INSG World Nickel Statistics. No Brasil, a produção de níquel eletrolítico no ano de 2015 foi de 22,650 mil toneladas, com consumo aparente de 8,9 mil toneladas, calculando-se um consumo per capita da ordem de 0,04 kg/hab.

Os dados da produção do níquel metal no anuário estatístico metalúrgico brasileiro de 2016, o colocam em 4º a 6º lugar dentro das variáveis estatísticas de produção, exportação e importação de metais não-ferrosos. Dentro destas atividades metalúrgicas que fazem uso do metal níquel na sua linha de produção encontra-se a galvanoplastia.

A técnica da galvanoplastia é um método de revestimento de superfícies metálicas ou não, por eletrodeposição de metais contidos em eletrólitos, com a finalidade de proteger o substrato da ação da corrosão, aumentar a espessura e dureza e para fins decorativos. A galvanoplastia se processa em tanques munidos de dois barramentos laterais (ânodo) e um central (cátodo), onde se encontram os banhos de soluções eletrolíticas que podem ser ácidas, alcalinas (cianídricas ou não) ou neutras, preparadas especificamente para cada metal a ser depositado (FILHO, 2008; MANUAL SURTEC, 2009)

Estes banhos são comercializados prontos, na forma de fórmulas patenteadas ou, são preparados no próprio local de trabalho usando reagentes específicos, quando se tem conhecimento técnico da composição. Durante o processo de eletrodeposição são geradas grandes quantidades de águas de arraste e lavagem (efluentes), ácidas ou alcalinas, contendo metais pesados na forma de cátions e seus respectivos ânions e outros aditivos dependendo do tipo de banho. Os efluentes gerados neste processo, necessitam de tratamento para a segregação dos íons presentes para que esta água possa retornar ao meio

ambiente dentro dos padrões estabelecidos pelos órgãos ambientais (FILHO, 2008; MANUAL SURTEC, 2009).

Leis ambientais que regulam o lançamento de efluentes com baixas concentrações de metais, contribuem para diminuição do impacto ambiental desses rejeitos. Os limites máximos permitidos para Condições e Padrões de Lançamento de Efluentes, segundo a Resolução CONAMA N° 430/2011 para os metais Chumbo (Pb), Níquel (Ni), Cádmio (Cd), Zinco (Zn) e Cobre (Cu) são respectivamente, 0,5 mg/L, 2 mg/L, 0,2 mg/L, 5 mg/L e 1,0 mg/L.

Um método alternativo bastante eficaz e versátil utilizado na remoção de metais tóxicos em solução aquosa é a adsorção e nos últimos anos a utilização dos resíduos agroindustriais como adsorventes para a recuperação de efluentes industriais tem se mostrado uma prática viável. O Coco nucifera é uma matéria prima que vêm sendo bastante empregada em artigos científicos nos últimos anos, com a finalidade de remover diferentes espécies metálicas de soluções aquosas, apresentando algumas vantagens quando comparado a outras biomassas adsorventes, como por exemplo seu baixo custo, pois é um subproduto da industrialização da água de coco, indústria farmacêutica, processos de fermentação e resíduo agrícola.

As cascas de coco verde são um material de difícil decomposição, levando mais de oito anos para sua completa biodegradação (SOUSA, 2007). Portanto, a reutilização da casca do coco verde processada, além de apresentar importância econômica e social, é também importante sob o ponto de vista ambiental.

Diante do exposto, este trabalho têm como objetivo geral testar e desenvolver uma niquelagem de latão em escala laboratorial e a produção de pó de casca de coco verde, para otimizar o número de experimentos e construir o planejamento fatorial para adsorção de níquel em resíduo. As etapas do trabalho, assim como os objetivos específicos serão: projetar banho eletrolítico industrial de níquel em escala laboratorial; executar ensaio de niquelagem de latão observando a interferência da variação de concentração dos sais do banho na qualidade da amostra aquosa até que seja considerada um resíduo; produzir o pó de coco verde, através de experimentos relacionados à umidade e granulometria, e, aplicar planejamento fatorial construído com os dados selecionados ao longo do projeto, para o tratamento do resíduo da niquelagem utilizando a biomassa pó de casca de coco verde.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Níquel

Elemento químico localizado no grupo 10 da tabela periódica, cujo símbolo é Ni. Possui número atômico 28 e número de massa 58,7 u.m.a. É o vigésimo segundo elemento mais abundante, em peso, na crosta terrestre e encontrado na natureza como NiS, NiAsO₄, NiSbO₄, e em quantidades de até 5% em forma de sulfeto (SOUSA, 2007). É um metal duro branco-prateado que pode formar ligas com o ferro, cobre, cromo e zinco (PINO, 2005).

Na área de galvanoplastia é utilizado como revestimento de outros metais, aumentando a resistência a corrosão das peças produzidas. O revestimento é realizado por eletrólise e o latão, que é uma liga de cobre, trata-se de um dos materiais que passa por este procedimento nos setores industriais de metalurgia (SARTORI, 2007; MANUAL SURTEC, 2009).

Os íons de metais tóxicos são propensos à coleta e expansão na cadeia biológica, no corpo humano não podem existir na forma de íons. Combinado à composições orgânicas no corpo humano, formam complexos metálicos ou quelatos prejudiciais aos seres humanos. Os íons de níquel são os microelementos necessários para o metabolismo da proteína humana e o ajuste hormonal. Além disso, o íon níquel também desempenha um papel na estimulação da função da hematopoiese, promovendo a regeneração dos glóbulos vermelhos e a estabilidade do fator lábil durante o processo de coagulação. No entanto, a ingestão e a exposição a longo prazo ao níquel metal impactam seriamente o metabolismo humano normal, causando dermatite. O níquel também irrita o sistema respiratório e induz hipercalcemia, além de levar a doenças ocupacionais (J. He et al.2018).

De acordo com o Padrão de Potabilidade, Portaria N° 2914/2011 da OMS, o limite de concentração de níquel em água para consumo humano é de 0,07 mg/L, pois acima deste valor máximo permitido o níquel apresenta riscos à saúde. O Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA), através da resolução 430 de maio de 2011, que dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, estabelece que a concentração máxima permitida para descarte deste metal (por efluentes de qualquer fonte poluidora) no corpo receptor, seja de 2,0 mg/L Ni.

O níquel é liberado na atmosfera por indústrias que o utilizam em sua forma pura ou suas ligas, pela queima de petróleo ou carvão e pela incineração de lixo. No ar o níquel adere-se a pequenas partículas de pó que logo são depositadas no solo ou removidas pela chuva (PINO, 2005).

2.2 Cocos nucifera

Cocos nucifera (L.) (Arecaceae) é comumente chamado de " coqueiro ". Cocos nucifera (L.) é um membro importante da família Arecaceae (família de palma) popularmente conhecida como coco, coco, coco-da-bahia ou coco-da-praia (LIMA, 2015). Este fruto é utilizado como fonte de alimentação e bebida, óleo, fibra, combustível, madeira e outros produtos (PINO, 2005).

Alguns dos exemplos de seus derivados são: água de coco verde, fabricação de cosméticos, complementação na ração de gado, a fibra é utilizada na produção de tapetes, colchões, substratos para mudas; a casca de coco é usada em diferentes utensílios como canecas, colheres, vasos (SENHORAS, 2003; CARRIJO, 2002; ANNUNCIADO, 2005).

O Coco nucifera também é uma matéria prima que vêm sendo bastante empregada em artigos científicos. Pino 2005, discute a biossorção de metais pesados utilizando pó da casca de coco verde (cocos nucifera), avaliando seis espécies metálicas a partir de resultados sobre as isotermas de adsorção e a cinética do processo. Sousa 2007, avaliou a adsorção de metais tóxicos em efluente aquoso usando pó da casca de coco verde tratado, com foco no tratamento por adsorção em coluna de leito fixo. Rodrigues et al. 2007, o coco nucifera foi estudado em outro aspecto, na extração ultra-sônica de compostos fenólicos do coco em pó.

Oliveira 2010, estudou o aproveitamento da casca do coco verde para produção de celulases. Magalhães et al. 2011, utilizou o pericarpo de coco verde (cocos nucifera L. - arecaceae) para remoção de resíduos de íons cromo (VI) em soluções aquosas. Silva et al. 2013 realizou a caracterização físico-química da fibra de coco verde para a adsorção de metais pesados em efluente de indústria de tintas.

Mais recentemente, na Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, Francisco et al. 2015, estudou a caracterização química de resíduos sólidos agrofloretais visando à sua utilização como adsorventes de metais em água, no qual foi realizado um estudo da correlação entre os grupos funcionais presentes na estrutura química das fibras

de casca de coco, cacau e de eucalipto e sua capacidade de adsorção de íons de Cd^{+2} e Cu^{+2} da água. Diante do exposto, o coco nucifera pode ser considerado uma matéria prima viável para ser estudado como biomassa adsorvente de metais tóxicos em meio aquoso.

2.3 Bioadsorventes e Técnica de Biossorção

Os tratamentos comumente realizados pelas industriais são os físico-químicos, tais como: precipitação química, coagulação, troca iônica, adsorção com carvão ativado, osmose reversa e eletrodialise. Sobre suas respectivas vantagens e desvantagens, estão que as técnicas de tratamento eletroquímico, de osmose reversa e de troca iônica apresentam custo elevado, porém, o tratamento eletroquímico e o por troca iônica possibilitam a recuperação do metal e a osmose reversa a geração de um efluente puro (reciclagem). (VOLESKY, 2001; ZOUBOULIS, 2004; GASPAR, 2003; SOUSA, 2007).

As técnicas de precipitação química e filtração apresenta baixo custo, porém não são muito efetivas (nelas são inseridas etapas de separações difíceis), a precipitação por exemplo, não garante os limites de concentração requeridos pela legislação ambiental vigente para algumas espécies metálicas ($< 1\text{mg/L}$). Outro agravante é a geração do lodo, resíduos sólidos que são armazenados e estocados, constituindo um problema ambiental. (VOLESKY, 2001; ZOUBOULIS, 2004; GASPAR, 2003; SOUSA, 2007).

A adsorção de metais tóxicos por biomassas é um técnica sustentável que também vêm sendo estudada entre pesquisadores (N.P. Raval et al. 2016). A literatura apresenta diversos trabalhos com a utilização de diferentes tipos de biomassas para recuperação de efluentes industriais pela adsorção de Níquel e alguns deles estão listados na tabela 1.

Tabela 1. Uso de algumas biomassas na remoção de íons metálicos de níquel em soluções aquosas.

Biomassa	Referência
Espiga de coco modificada	Ewecharoen et al., 2008
Resíduos de moagem de culturas (casca de grama preta)	Saeed et. al., 2005
Casca de Lathyrus sativus	Panda et al., 2007

Casca de castanha de caju (CNS)	Kumar et. al., 2011
Serragem	Ma et. al., 2014
Casca de Carbono Citrus Limettioides (CLPC)	Sudha et. al., 2015
Fonte: Adaptado de N.P. Raval et al. 2016	

A aplicação de produtos vegetais como casca de coco, conchas e fibras para a remoção de metais tóxicos tem muitas vantagens em relação a outros métodos, como a disponibilidade em grandes quantidades, a natureza renovável do produto, causar menores danos ao meio ambiente e o baixo custo. Em estudos anteriores e até o momento, a remoção de metais tóxicos foi investigada em suas baixas concentrações. Descobriu-se que a casca de coco pode ser usada como um adsorvente de baixo custo para a remoção de metais tóxicos em solução aquosa contendo baixas concentrações dos metais na faixa de 5-50 mg/L (R. Malik et al. 2017).

A casca de coco e a fibra de coco apresentam vários estágios de decomposição, com lignina, celulose, ácidos húmicos e fúlvicos. Estes compostos contém hidroxilas e grupos ácidos fracos que podem estar envolvidos nos processos de adsorção através da ligação química de metais e compostos orgânicos polares. (J. Chwastowski et al. 2017; OLIVEIRA, 2010).

O processo de biossorção dos metais tóxicos é afetado por diferentes fatores operacionais como: pH, força iônica, concentração da biomassa, temperatura, tamanho de partícula, presença de outros íons na solução, entre outros. O entendimento dos mecanismos pelos quais os biossorventes acumulam metais é importante para o desenvolvimento de processos de concentração, remoção, e recuperação de metais de soluções aquosas. A captura dos íons das espécies metálicas pode acontecer por diferentes mecanismos, tais como: Complexação, Coordenação, Quelação de metais, Troca iônica, Microprecipitação inorgânica e Adsorção. Adsorção é o processo pelo qual as moléculas aderem-se a uma superfície sólida. A atração baseia-se geralmente nas cargas eletrostáticas. Qualquer um destes mecanismos ou mesmo uma combinação destes pode estar ocorrendo, imobilizando uma ou várias espécies metálicas na biomassa (PINO, 2005).

2.4 Planejamento Fatorial

Um dos problemas mais comuns para quem faz experimentos é determinar a influência de uma ou mais variáveis sobre outra variável de interesse. Como por exemplo, numa titulação, ao estudar uma reação química, objetivando descobrir como o rendimento seria afetado pela variação da temperatura ou utilização de um catalisador diferente. Segundo termos estatísticos, diz-se que há o interesse em descobrir como a resposta (o rendimento da reação) depende dos fatores temperatura e catalisador. É possível abordar esse problema como um caso particular da situação apresentada esquematicamente na Figura 1. Um certo número de fatores, F_1, F_2, \dots, F_k , atuando sobre o sistema em estudo, produz as respostas R_1, R_2, \dots, R_j . O sistema atua com uma função – desconhecida, em princípio, senão não se precisaria de experimentos – que opera sobre as variáveis de entrada (fatores) e produz como saída as respostas observadas (NETO; SCARMÍNIO; BRUNO, 2010).

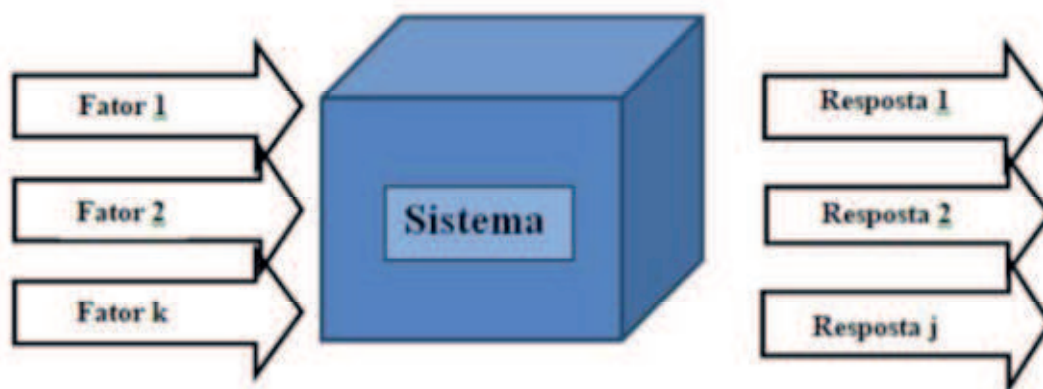


Figura 1: Um sistema ligando os fatores às respostas. Fonte: Adaptada de Neto; Scarmínio; Bruno (2010).

O objetivo dos experimentos é descobrir essa função, ou pelo menos obter uma aproximação satisfatória para a mesma. Com esse conhecimento, será possível uma maior compreensão da natureza da reação com estudo, e assim escolher as melhores condições de operação do sistema. No planejamento de qualquer experimento, a primeira etapa consiste na decisão de quais são os fatores e as respostas de interesse. Os fatores, em geral, são as variáveis que o experimentador tem condições de controlar. Podem ser qualitativos, como o tipo de catalisador, ou quantitativos, como a temperatura. Às vezes, num determinado

experimento, sabe-se que existem fatores que podem afetar as respostas, mas que não há condições de, ou não o interesse em controlar (NETO; SCARMÍNIO; BRUNO, 2010).

As respostas são as variáveis de saída do sistema, no qual consiste-se o interesse, e que serão – ou não – afetadas por modificações provocadas nos fatores (as tais manipulações). Também podem ser qualitativas ou quantitativas. Dependendo do problema, podem existir várias respostas de interesse, que talvez precisem ser consideradas simultaneamente. Identificando-se todos os fatores e respostas o próximo passo será definir com o máximo de clareza, o objetivo que pretende-se alcançar com os experimentos, para enfim ser realizada a escolha do planejamento mais apropriado (NETO; SCARMÍNIO; BRUNO, 2010).

O planejamento fatorial 2^3 foi o utilizado no projeto, para o estudo de 3 variáveis de entrada (concentração em mol/L, granulometria em mesh e tipos de tratamento químico) que interferem no sistema de bioissorção (constituído pelo contato entre a biomassa pó de casca de coco verde e o resíduo da niquelagem), assim como interferem diretamente na resposta de interesse a ser obtida, a concentração de níquel adsorvido em ppm.

3 METODOLOGIA

3.1 Conversão de escala industrial para laboratorial

Seguem o esquema de tanques na figura 2 para produção de niquelagem em escala industrial, de acordo com interpretação realizada do manual Surtec, 2009:

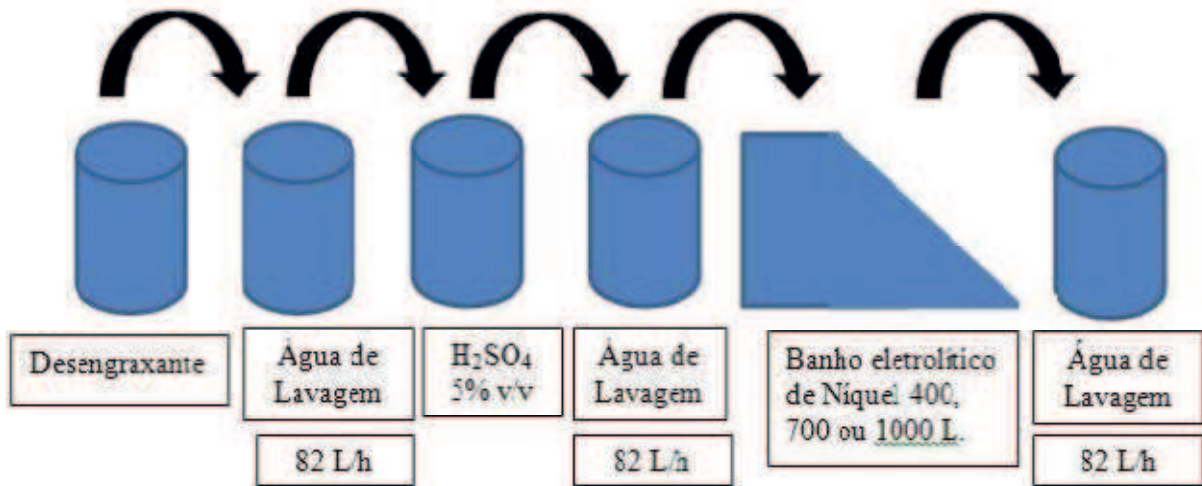


Figura 2: Niquelagem industrial de peças metálicas de latão.

Segundo o Manual Surtec o volume do banho de níquel em escala laboratorial é de 267 mL (Manual Surtec 2009, P.97 a 99). Obtendo-se o coeficiente de proporção temos:

$$\text{Coef. de Prop.} = \frac{267 \text{ mL (escala laboratorial)}}{400.000 \text{ (escala industrial)}} = 0,0006675$$

Multiplicando o coeficiente pela vazão de águas de lavagem, visto que suas vazões dependem do volume do banho eletrolítico temos:

$$82 \text{ L/h} \times 0,0006675 = 54,735 \text{ mL/h ou } 55 \text{ mL/h}$$

Logo, foi determinado o volume dos tanques de produção de niquelagem em escala laboratorial, para niquelagem em 2 horas, através da tentativa de diminuição das escalas. Visto que o volume de 110 mL permitia que os painéis de latão ficassem completamente submersos quando imergidos nos banhos, o mesmo volume foi utilizado para o

desengraxante e a solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 5% v/v. Segue o sistema na figura 3 em escala laboratorial escolhido para o desenvolvimento de niquelagens no projeto:

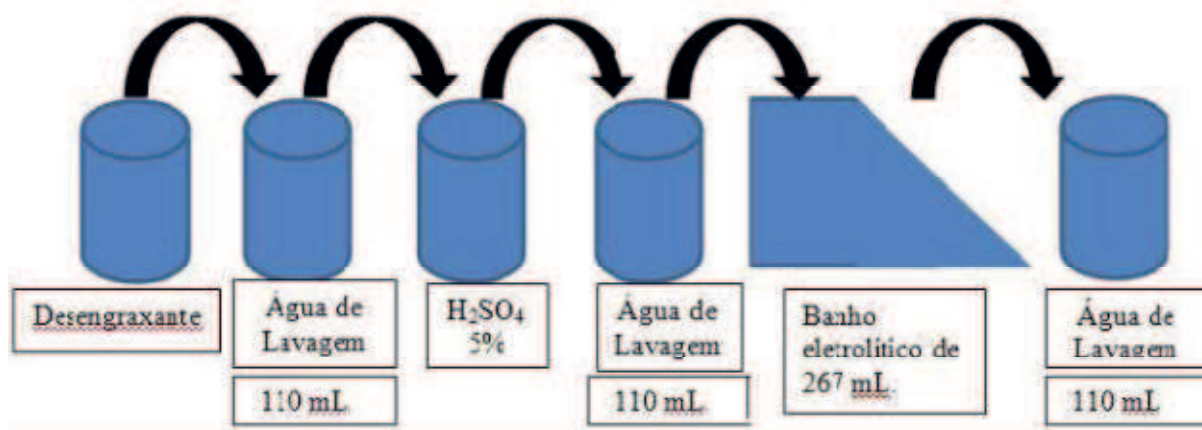


Figura 3: Niquelagem de latão em escala laboratorial.

Para avaliar a proximidade da concentração de níquel do resíduo da niquelagem em escala industrial com a concentração de níquel no resíduo oriundo de niquelagem em escala laboratorial foram realizadas titulações em duplicata em 1 amostra com concentração do maior nível e 1 amostra com concentração do menor nível do banho de sais de níquel.

Foram pipetados 2 mL do resíduo para erlenmeyer de 250 mL, adicionados 50 mL de água destilada, 10 mL de hidróxido de amônio P.A. e 1 g de murexida. Em seguida titulou-se a amostra com solução de EDTA 0,1 M até a coloração violeta. O cálculo utilizado para determinação da concentração de níquel foi: volume em mL gastos de EDTA 0,1 M durante a titulação x fator de correção $1 \times 2,9345 = \text{g/L}$ de Ni (Surtec, 2009).

3.2 Preparo do banho eletrolítico de sais de níquel

Inicialmente, utilizando-se uma proveta de 200 mL foram medidos 111 mL da solução de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,61 mol/L e transferidos para um béquer de 500 mL. Em seguida, em uma proveta de 50 mL foram medidos 20 mL da solução de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,90 mol/L e transferidos para o mesmo béquer de 500 mL contendo a alíquota de $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,61 mol/L previamente medida. O béquer foi vedado e reservado.

Na sequência, uma alíquota do $\text{H}_3\text{BO}_3(\text{s})$ P.A. foi transferida para uma vidraria auxiliar. Utilizando-se esta alíquota e com auxílio de uma espátula, efetuou-se a pesagem

do sólido em um béquer, realizando-se uma medida de 12,0155g de ácido bórico numa balança analítica de quatro dígitos e adicionou-se a massa pesada a mistura aquosa de sais de níquel previamente reservada. Também foi necessário riçar o béquer com 6 mL de H₂O deionizada para total transferência da massa pesada de ácido bórico para mistura das soluções de sais de níquel.

Ainda no preparo do banho, em uma proveta de 200 mL foram medidos 130 mL de água deionizada, transferiu-se para mistura de soluções dos sais de níquel e atingiu-se com o devido acréscimo de volume de água, o total de 267 mL de banho eletrolítico de níquel. O banho produzido foi homogeneizado com auxílio de um bastão de vidro e depois aquecido à Banho Maria (dentro de uma capela de exaustão ligada) até completa dissolução do ácido bórico na mistura, realizando-se simultaneamente o controle de temperatura no banho de níquel com um termômetro, não permitindo que fossem ultrapassados 59°C.

Por fim, o pH do banho foi medido em pHmetro e com auxílio de uma pêra acoplada a uma pipeta graduada de 5 mL, foram medidos e transferidos para o banho eletrolítico 3,0 mL de NaOH 0,1 mol/L e corrigiu-se o pH do banho de 3,72 para o pH de 4,58 segundo a leitura em pHmetro pós-adição da base. A produção do banho eletrolítico de níquel foi finalizada quando se atingiu a faixa de pH de 4,5-5,5 desejada para o trabalho. O banho eletrolítico de níquel foi armazenado em frasco de plástico previamente limpo, seco e identificado.

3.3 Niquelagem de Latão

Primeiramente montou-se o sistema de niquelagem em escala laboratorial, também chamado de teste em Célula de Hull. Posicionou-se o retificador (controlador de fonte) em bancada e conectou-se ao mesmo as duas pontas de provas nos polos positivo e negativo de saída de corrente, que foram previamente soldadas em jacarés de ferro na extremidade oposta à conexão com o retificador. Em seguida posicionou-se a célula de hull (cuba de vidro em formato hexagonal) na bancada próxima ao retificador e em uma de suas extremidades acoplou-se internamente um ânodo de níquel, utilizando-se o jacaré de fio vermelho (polo positivo da corrente).

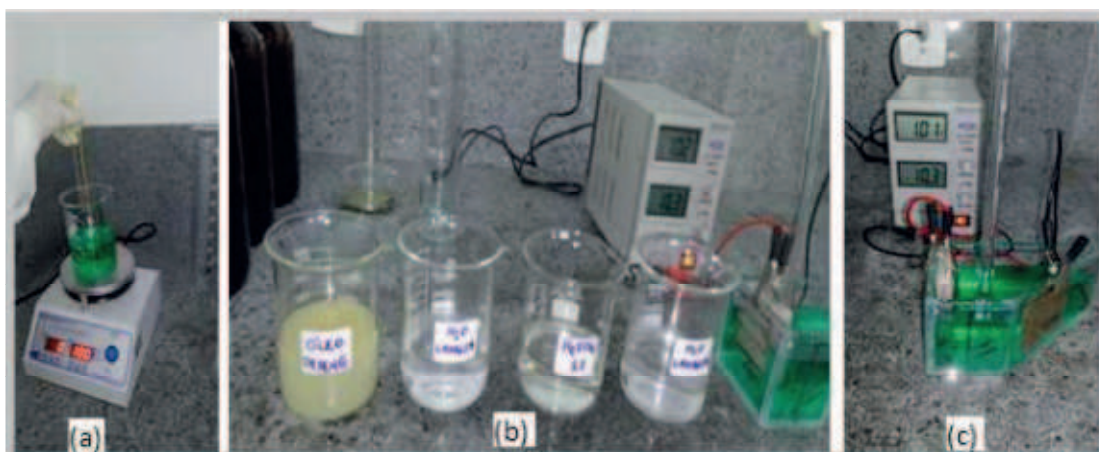


Figura 4: Sistema de Niquelagem de Latão (figura 2a: aquecimento do banho; figura 2b: pré-tratamento do painel de latão; figura 2c: eletrólise em meio aquoso).

Na sequência foi realizado o pré-tratamento do painel de latão, ou seja, o desengraxe da peça, depois a lavagem em água corrente, em seguida a ativação sulfúrica a 5% v/v e novamente a lavagem da peça em água corrente. Após o pré-tratamento, acoplou-se utilizando-se o jacaré de fio preto (polo negativo da corrente) o painel à célula de Hull, na extremidade oposta à do ânodo de níquel. Paralelamente ao pré-tratamento do painel, o banho que estava armazenado em frasco, foi transferido novamente para um béquer de 600mL e aquecido em chapa aquecedora automática até uma faixa de temperatura de 55 a 60°C, que foi registrada e controlada no banho com auxílio de um termômetro.

Ao atingir a temperatura de 55-60°C transferiu-se o banho para a célula de hull com capacidade de 267 mL, ligou-se imediatamente o retificador, controlou-se a voltagem para atingir 1A e iniciou-se a agitação mecânica do banho com auxílio de um bastão de vidro, no tempo de 10 minutos de eletrólise cronometrados.

Após a eletrólise, o painel foi retirado do banho e passou por um processo de lavagem, sendo inserido em béquer contendo água deionizada. Ao fim de cada 3 eletrólises no mesmo banho, as águas de lavagem finais obtidas foram armazenadas junto ao volume de banho restante, sendo obtido o resíduo final do ensaio. O procedimento de niquelagem foi realizado 24 vezes, cada vez com um banho produzido diferente, seguindo as concentrações exigidas pelo planejamento fatorial para cada um dos 8 ensaios realizados em triplicata.

3.4 Método de Produção do pó de casca de coco verde

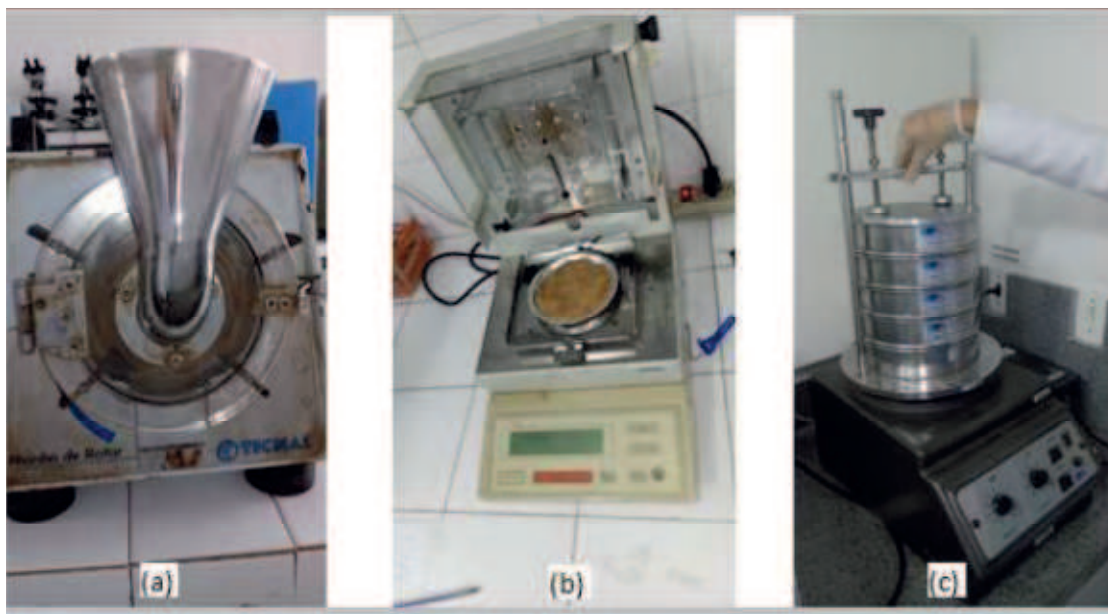


Figura 5: Etapas de produção do pó de casca de coco verde (figura 3a: moagem das cascas secas em moinho de rotor; figura 3b: medida do teor de umidade em balança com infravermelho; figura 3c: redução de granulometria de biomassa moída em agitador mecânico e tamises).

As amostras foram coletadas numa empresa distribuidora de cocos localizada em Campina Grande – PB, diretamente do alojamento para descarte de resíduos e específico para armazenar temporariamente cascas de coco verde. A coleta foi realizada por amostragem e foram selecionados cocos verdes entre os mais antigos e recém descartados, porém nenhum dos cocos coletados estava em decomposição.

Primeiramente as cascas foram reduzidas a porções menores, com auxílio do funcionário da empresa que utilizou uma faca apropriada para o corte. Em seguida as cascas foram armazenadas em sacos comuns e encaminhadas ao Laboratório de Química Analítica e Quimiometria da Universidade Estadual da Paraíba (LQAQ/UEPB), transferidas para 2 bandejas previamente limpas e secas. As cortas então foram novamente cortadas em porções menores com auxílio de uma faca afiada tomando-se o cuidado de remover o máximo de fibras aderidas a casca verde. Na sequência as cascas verdes foram lavadas com água deionizada, retirou-se o excesso de água e foram pesadas ainda úmidas em balança semi-analítica, utilizando-se uma bandeja de alumínio grande e anotou-se a

massa medida de cascas úmidas. Paralelamente a estufa havia sido ligada e programada para atingir até 105,3°C. Quando a temperatura da estufa estabilizou, as bandejas com as cascas foram colocadas no equipamento, secas a 105,3°C por 24h, em seguidas retiradas e dispostas em bancada a temperatura ambiente até esfriar. O experimento foi realizado mais 3 vezes, desde a coleta das amostras até a secagens em estufa, na mesma temperatura de 105,3°C por 20h, 16h, 12h. As amostras secas de cascas de coco verde obtidas nos 4 experimentos foram pesadas em balança semianalítica e anotou-se a massa medida de cascas secas para cálculo de rendimento.

Em seguida as cascas secas das 4 produções foram separadamente moídas em moinho rotacional, coletadas e armazenadas em embalagens plásticas herméticas. Vale salientar que o moinho apresentou perda de carga através de sua porta, que ficava entre a boca de alimentação do material bruto e a boca de saída do material moído. A perda de carga foi contornada procurando envolver a porta e a boca de saída com embalagens plásticas grandes, transferindo em seguida o material moído coletado para as embalagens herméticas.

Os teores de umidade dos 4 tipos de biomassa moídas obtidas, foram determinados utilizando-se balança com infravermelho. Primeiramente foram pesadas 2,00g na balança com infravermelho utilizando-se o prato para pesagem metálico do equipamento e uma espátula, em seguida foram selecionados no display: Modo automático → Leitura, aguardou-se o resultado em massa de pó seco (g) e teor de umidade removido da biomassa (%) e anotou-se os dados para posterior cálculo de teor de umidade restante na biomassa (%). Os 4 tipos de biomassas moídas foram misturadas e armazenadas em única embalagem hermética.

A biomassa moída foi separada em diferentes granulometrias utilizando-se 4 peneiras e 1 panela (tamises de 45 mesh, 80 mesh, 100 mesh, 200 mesh e panela) acopladas em ordem crescente do topo à base a um agitador automático e o produto obtido foi armazenado em 3 diferentes faixas granulométricas dentro de embalagens com selo hermético e identificadas: a primeira faixa de 45-79 mesh (contendo fibra e pó de casca de coco verde), a segunda faixa de 80-99 mesh (contendo pó de casca de coco verde) e a terceira faixa de 100-200 mesh (contendo pó de casca de coco verde). A faixa de 45-79 mesh foi armazenada para doação a outro projeto da UEPB sobre o estudo de macro e micro nutrientes do pó.



Figura 6: Pó de casca de coco verde (figura 4a: pó de casca de coco verde 80-90 mesh sem tratamento químico; figura 4b: pó de casca de coco verde 100-200 mesh com tratamento químico).

As faixas de 80-99 mesh e 100-200 mesh, sofreram 2 tipos de tratamento químico cada. O primeiro tratamento foi a lavagem sequenciada com solução de NaOH 1,0M, água deionizada, solução tampão pH 5 e novamente água deionizada. E o segundo tratamento químico foi a lavagem sequenciada com solução de NaOH 1,5M, água deionizada, solução tampão pH 5 e novamente água deionizada. Os 4 tipos de pó tratados obtidos (Pó de casca de coco verde 80-99 mesh tratado com NaOH 1,0M; Pó de casca de coco verde 80-99 mesh tratado com NaOH 1,5M; Pó de casca de coco verde 100-200 mesh tratado com NaOH 1,0M e Pó de casca de coco verde 100-200 mesh tratado com NaOH 1,5M) foram armazenados novamente em 4 diferentes embalagens com selo hermético e identificadas.

3.5 Escolha das variáveis de entrada e resposta do planejamento fatorial

O sistema em estudo será o tratamento de resíduo aquoso pela técnica de biossorção. As duas variáveis de entrada principais, serão concentração de banho de níquel e granulometria da biomassa que será utilizada para tratamento, o pó de casca de coco verde. A concentração de níquel do banho será estudada em 2 níveis de concentração: no nível padrão e também sofrendo uma redução. A redução permitirá avaliar a possibilidade de realização de ensaios com banho em menores concentrações mantendo a qualidade da

peça, equivalendo a geração de resíduos provenientes do ensaio com menores concentrações de níquel para serem tratadas. A concentração de maior nível será a padrão e a de menor nível a reduzida em 1/3 da concentração padrão.

A granulometria será estudada em 2 medidas escolhidas de acordo com a literatura. Segundo Souza 2007, as granulometrias de pó de casca de coco verde de 69-99 mesh, 100-149 mesh e 150-199 mesh, mostraram um aumento similar no percentual de remoção dos íons metálicos da amostra que o mesmo estudou. As granulometrias de 80-99 mesh e de 100-200 mesh foram as 2 medidas escolhidas pela maior praticidade de produção.

A terceira variável escolhida, foi um tratamento químico no pó de casca de coco verde de 2 tipos, escolhendo 2 soluções de concentrações diferentes de NaOH. Segundo Souza 2007, a capacidade de adsorção do material submetido aos tratamentos T1(NaOH 0,1M) e T2 (NaOH 1,0M) foi eficaz aumentando o potencial de adsorção do pó.. Também observou-se que o tempo de tratamento (3-24h) não influenciou o desempenho de adsorção do material investigado. Para T1(NaOH 0,1M) houve remoção de Ni²⁺ de 2,79 mg/g, 3,05 mg/g, 2,96 mg/g e 2,79 mg/g, em 3h, 6h, 12h e 24h, respectivamente. E em T2 (NaOH 1,0M) houve remoção de Ni²⁺ de 3,17 mg/g, 3,11 mg/g, 2,99 mg/g e 2,88 mg/g, em 3h, 6h, 12h e 24h, respectivamente. Houve uma remoção de 90,3% de Ni²⁺.

Diante destas discussões, a terceira variável escolhida, foi o tratamento químico do pó de casca de coco verde utilizando-se NaOH 1 mol/L e NaOH 1,5 mol/L, e a resposta esperada é o aumento de potencial de adsorção de níquel pelo pó.

O tratamento químico do pó de menor nível será realizado com NaOH 1 mol/L e o tratamento químico do pó de maior nível será realizado com NaOH 1,5 mol/L. Segue a tabela 4 abaixo com o planejamento fatorial 2³ resultante, apresentado na tabela 2.

Tabela 2: Planejamento fatorial 2^3 dos ensaios para determinação de eficiência de adsorção de níquel presente em resíduo de niquelagem em escala laboratorial, pelo pó de casca de coco verde.

Planejamento fatorial 2^3						
Fatores	(-)			(+)		
1 Concentração (mol/L)	0,30 NiCl ₂ .6H ₂ O(aq) 0,20 NiSO ₄ .6H ₂ O(aq) 0,24 H ₃ BO ₃ (aq)			0,90 NiCl ₂ .6H ₂ O(aq) 0,61 NiSO ₄ .6H ₂ O(aq) 0,73 H ₃ BO ₃ (aq)		
2 Granulometria (mesh)	80-99			100-200		
3 Tratamento Químico (tipo)	NaOH 1 M			NaOH 1,5 M		
Experimentos						
Ensaio	1	2	3	Triplícatas		
1	-	-	-	A	B	C
2	+	-	-	A	B	C
3	-	+	-	A	B	C
4	+	+	-	A	B	C
5	-	-	+	A	B	C
6	+	-	+	A	B	C
7	-	+	+	A	B	C
8	+	+	+	A	B	C

Fonte: *Própria*.

3.6 Método de Tratamento de resíduo por biossorção (Planejamento Fatorial 2^3)

O planejamento fatorial apresentado na tabela 4 foi utilizado para montagem do sistema de tratamento do resíduo por biossorção, ou seja, foi o planejamento aplicado para avaliar a eficiência do pó de casca de coco para adsorção de níquel presente no resíduo da niquelagem.

Cada um dos 8 ensaios referentes ao planejamento foram realizados em triplicata, totalizando 24 sistemas de biossorção. Para cada sistema foram medidos em proveta 80 mL do resíduo respectivo ao seu ensaio (ensaios 1 ao 8) e transferidos para Erlenmeyer de 125 mL. Em seguida foi pesada em balança analítica 3,20 g do pó de casca de coco referente a granulometria e tratamento sofrido exigido por ensaio, segundo o planejamento (ensaios 1 ao 8 e transferiu-se a massa de pó medida para os erlenmeyers que continham o resíduo. Os erlenmeyers foram tampados e dispersos de 6 em 6 unidades num shaker por 3h, cada batelada, como pode ser observado na figura 7(a).



Figura 7: Tratamento de resíduo de niquelagem por adsorção com pó de casca de coco verde tratado quimicamente (figura 7a: sistemas de bioissorção sob agitação em shaker; figura 7b: centrifugação de biomassa misturada ao resíduo).

Após agitação em shaker por 3h, o resíduo tratado foi separado da biomassa dispersa em meio pela centrifugação a 2000 rpm. A centrifugação (figura 7b) durou o tempo necessário para máxima possível separação do resíduo e da biomassa, variou para cada amostra entre 10 e 20 minutos. Foram medidos e anotados os pH's e condutividade's dos sistemas de bioissorção antes e após separação do resíduo tratado da biomassa, em pHmetro e condutímetro previamente calibrados com suas soluções padrões, respectivamente.

Os resíduos brutos (não tratados), os resíduos tratados e a biomassa recolhida pós-bioissorção foram armazenados em recipientes diferentes e identificados para determinação da concentração de níquel em ppm nos resíduos brutos e líquidos, e, possível biorremediação da biomassa em futuros trabalhos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Niquelagem de latão

Segundo o boletim técnico Surtec 856 de 05.04.2010, disponibilizado pela Surtec do Brasil pela internet a descrição de 3 dos principais sais que compõem o banho encontra-se na Tabela 03 e foi realizada pelo pesquisador uma adaptação das concentrações e proporções industriais dos sais para construção do banho em escala laboratorial.

Tabela 03: Concentrações para montagem dos banhos em escala laboratorial.

Produtos para Montagem dos Banhos		
Produto	Concentração	Faixa
Sulfato de Níquel II	0,61 mol/L	111 mL/267 mL
Cloreto de Níquel II	0,90 mol/L	20 mL/267 mL
Ácido Bórico	12,015 g/L	12 g/267 mL
Água deionizada	5-100 μ S/cm	136 mL/267 mL

O banho de níquel industrial também é composto de aditivos como por exemplo abrillantadores para intensificação do brilho da peça, niveladores para deposição de níquel uniforme sobre toda extensão da peça, molhadores para diminuição de tensão superficial do banho, ou ainda purificadores para tratamento de banhos contaminados com impurezas indesejáveis (Surtec, 2009). Entretanto o projeto também não pôde arcar com a aquisição destes reagentes pelos seus altos custos. O trabalho foi desenvolvido procurando-se aproximar o máximo possível a composição do banho de níquel e o ensaio de niquelagem da realidade dos constituintes e etapas de ensaio, que podem ser encontrados em escala industrial. Obtendo-se um resíduo sintético, porém mais próximo das composições de um resíduo industrial que de uma simples solução de um sal níquel.

O setor dos tratamentos de superfícies é um setor fortemente gerador de resíduos, dadas as características dos seus diversos processos produtivos. Estes processos envolvem, na sua maioria, a utilização de banhos concentrados (desengraxantes, decapantes, fosfatizantes, cromatizantes, de deposição, de desgorduramento...), que sofrem arrastes significativos para as águas de lavagem seguintes. Originam, assim, grandes quantidades de resíduos e efluentes líquidos com elevadas concentrações em óleos e gorduras,

compostos metálicos, ácidos, bases, aditivos, cianetos e outros, dando origem, em certos casos, a lamas metálicas. Caso existam tratamentos de fim de linha, são também geradas nas ETAR's elevadas quantidades de lamas do tipo coloidal, de difícil desidratação, que concentram a maior parte da poluição gerada no processo.” “Estes resíduos são representados, principalmente, por metais pesados, que apresentam forte tendência a bioacumulação.” (Projeto FEUP 2014/2015 P.9).

No caso do resíduo obtido ao fim das niquelagens em escala laboratorial deste projeto, em sua composição também serão encontrados vestígios de óleos, desengraxantes, álcalis e ácidos nas águas de lavagem, além do banho residual, que já se encontra em concentrações abaixo do padrão e após as eletrólises também não será reforçado, logo será considerado resíduo. Entretanto, foram realizados ensaios que serão discutidos posteriormente sobre a qualidade das peças niqueladas com estes banhos em menores concentrações e como suprir alguns dos defeitos nas peças gerados pela baixa concentração dos sais, estes testes foram realizados para garantir em que ponto o banho passa a ser considerado descarte, pela falta de qualidade das peças por.

Abaixo encontra-se um exemplo de uma empresa de metalização de plástico é a DOURECA – Produtos Plásticos, LDA, situada em São Bento – Cossourado, 4940139 Paredes de Coura. Nas tabelas seguintes encontram-se explícitos os valores das análises dos teores de Níquel metal nas lamas de amostras recolhidas em diversos pontos distintos da ETAR no Projeto FEUP 2014/2015, e também das análises em diversos pontos da linha processual.

Segundo o Projeto FEUP 2014/2015 a concentração final de níquel encontrada nas águas de lavagem oriundas de um processo de niquelagem são:

Quadro 1: Concentração final de níquel encontrada nas águas de lavagem oriundas de um processo de niquelagem da indústria DOURECA – Produtos Plásticos, LDA.

Amostra	Concentração
Lama I	47,430 g/kg de lama seca
Lama II	42,300 g/kg de lama seca
Água de lavagem do Níquel Químico	18,349 mg/l
Água de lavagem do Níquel Brilhante	232,948 mg/l

Fonte: Projeto FEUP 2014/2015.

Abaixo encontra - se o quadro com as concentrações de níquel determinadas nos resíduos das niquelagens, pelas titulações em duplicata:

Quadro 2: Concentrações de níquel determinadas nos resíduos das niquelagens por titulação.

Concentração de Ni (g/L)		
Titulação	1	2
Resíduo obtido por niquelagem com banho de concentração do nível (+)	11, 3418	10, 5348
Resíduo obtido por niquelagem com banho de concentração do nível (-)	3, 5214	3,5214

Fonte: *Própria*.

A diferença de concentração de níquel encontrada no resíduo da niquelagem, daquela apresentada para as águas de lavagem de níquel do Projeto FEUP 2014/2015, foi que no resíduo deste projeto foram misturadas as águas de lavagem e o vestígio de banho pós niquelagem, aumentando a concentração das mesmas. O banho reproduzido neste trabalho seguiu as concentrações para um banho de níquel brilhante (Surtec 856 – Formulário). Ainda assim a concentração do resíduo é bem acima das águas de lavagem.

O pó de casca de coco verde encontrará um meio com grandes concentrações de diversos cátions e ânions oriundos de diferentes reagentes presentes no processo de niquelagem e que sofrem arraste para ETA pelas águas de lavagem, se a adsorção for eficiente nestas maiores concentrações, as eficiência de remoção para as menores concentrações estarão garantidas. Como exemplo, encontram-se pesquisas que testaram a adsorção do pó de casca de coco em solução de sal de níquel de 1000 ppm (Sousa, 2007; Pino 2005).

Outra importante consideração a ser discutida é que a capacidade de adsorção da biomassa se incrementa com o incremento da concentração inicial dos íons das espécies metálicas enquanto que a percentagem de remoção diminui, isto é devido a que em baixas concentrações iniciais das espécies metálicas presentes na solução, a proporção entre a quantidade de sítios ativos na biomassa e os íons é elevada. Quando a concentração inicial de íons aumenta, os sítios ativos na superfície são saturados rapidamente, portanto, a

eficiência na remoção diminui com o aumento da concentração inicial dos íons (Pino, 2005).

4.2 A avaliação da qualidade da niquelagem dos painéis

A avaliação da qualidade da niquelagem dos painéis foi realizada seguindo o manual da Surtec 2009, disponíveis gratuitamente online. Segundo o manual, quanto menor a qualidade da peça, menor a possibilidade de aplicação do banho na niquelagem de peças para venda comercial. Os primeiros 6 ensaios foram testes para avaliação e aperfeiçoamento da qualidade na produção do banho eletrolítico e na técnica de reprodução do ensaio. Vejamos os resultados obtidos durante a leitura a seguir.

Em busca da otimização do ensaio de niquelagem, testou-se a melhor voltagem para realização da eletrólise, como também confirmou-se a importância de etapas de pré-tratamento e pós-tratamento na obtenção de um painel niquelado de maior qualidade. Um painel niquelado que apresente alta qualidade em sua aparência, retrata por conseguinte a boa qualidade do banho que foi utilizado para realização da eletrólise da peça. Portanto, através dos resultados obtidos nos ensaios testes, observou-se os parâmetros que necessitariam de ajustes para a obtenção de painéis e consequentemente, de um banho eletrolítico de níquel, de maior qualidade.

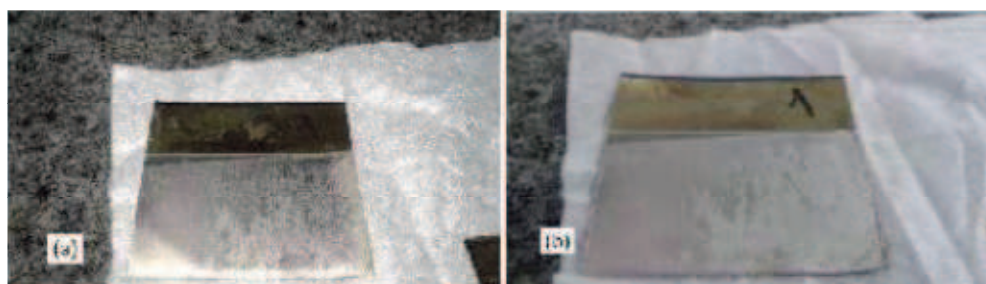


Figura 8: Fotos do Painel 1 niquelado com (a) e sem (b) flash.

A niquelagem do primeiro painel de latão (Figura 8) foi realizada para os testes de relevância de um pré-tratamento do painel e da voltagem mais apropriada à eletrodeposição do níquel (1A ou 2A) de acordo com a composição e o tipo do banho, ou seja, banho de níquel brilhante com rotação durante a niquelagem (agitação mecânica). Entretanto, no primeiro ensaio teste, o controle de voltagem no equipamento retificador apresentou grande variação, aproximando-se mais a 2A, devido a inicial adaptação do

operador ao manuseio, resultando numa alta aspereza na aparência da peça devido a densidade de corrente muito alta, confirmando-se a necessidade da realização do trabalho em menor amperagem.

Além disso, o primeiro painel niquelado não passou por um pré-tratamento, e, um pré-tratamento deficiente, pode ser considerado como outra causa do aspecto de aspereza em peças niqueladas. A falta de brilho e o aparecimento de manchas brancas também são considerados defeitos na aparência de peças niqueladas, no qual uma das causas para esta consequência também foi a de deficiência no pré-tratamento (limpeza, lavagem e polimento) e com relação apenas a falta de brilho pode-se também citar a agitação insuficiente, evidenciando a necessidade de melhorias na técnica do operador e de adição da etapa de pré-tratamento do painel ao processo.

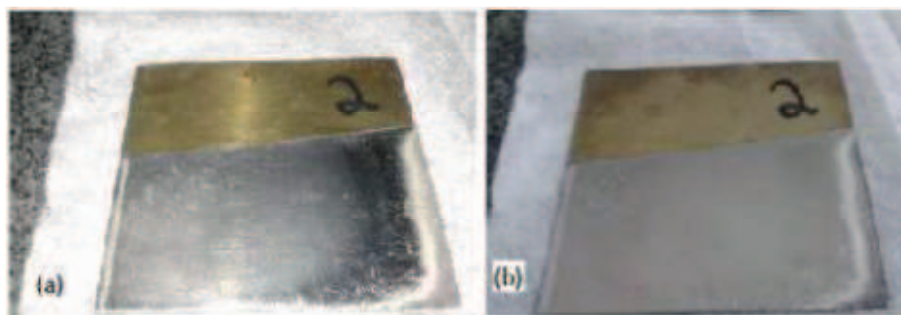


Figura 9: Fotos do Painel 2 niquelado com (a) e sem (b) flash.

Na segunda niquelagem, o segundo painel de latão (Figura 9) foi niquelado a 1A, também sem pré-tratamento e apresentou melhores resultados, entretanto em sua aparência foram identificadas bolhas, que dentro da composição do banho em estudo, podem ter sido causadas também por pré-tratamento e lavagens deficientes. Outra causa que evidenciou o aparecimento de bolhas foi o contato intermitente, ou seja, a interrupção de corrente que ocorreu por erro de método. Mais uma vez ficou clara a necessidade do pré-tratamento do painel para posterior realização da niquelagem. A peça também apresentou queima na alta densidade (área do painel mais próxima do ânodo de níquel durante a eletrólise), evidenciando: a diminuição na concentração de níquel, a alta densidade da corrente e falha na agitação. Dentre os principais ajustes necessários a técnica do ensaio, permaneceram: a necessidade de melhoria na técnica do operador no controle de voltagem e agitação do banho, como também da adição da etapa de pré-tratamento do painel. O ajuste identificado como necessário na composição do banho, foi o de correção na concentração de níquel que sofreu uma queda.

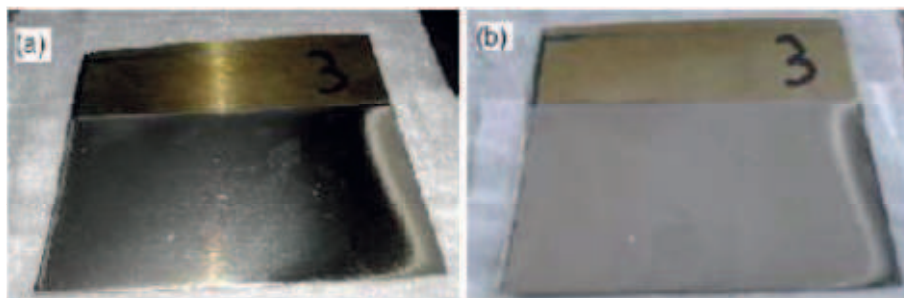


Figura 10: Fotos do Painel 3 niquelado com (a) e sem (b) flash.

O terceiro painel niquelado (Figura 10) apresentou maior qualidade comparado aos painéis 1 e 2. A partir do terceiro ensaio de niquelagem, os ajustes identificados como necessários nas eletrólises anteriores, passaram a ser aplicados. Na realização do terceiro ensaio de eletrólise, o painel de latão passou por um pré-tratamento e durante a eletrólise o controle de amperagem foi muito mais preciso, mantendo-se a corrente entre 0,98 e 1A. O pré-tratamento aplicado no latão foi composto por polimento com óleo desengraxante e ativação ácida com solução de ácido sulfúrico.

O uso de painéis polidos proporcionou melhor visualização de possíveis manchas no depósito. É importante ressaltar que o depósito acompanha as características da base, ou seja, numa superfície jateada ou fosca, percebe-se o brilho no depósito, no entanto, é visível o jateado ou fosqueado da base. Já numa superfície polida, teremos como resultado brilho espelhado.

A ativação ácida promoveu a contínua limpeza da peça. Os resultados encontrados na niquelagem desta peça de latão foram muito mais satisfatórios que os obtidos anteriormente nos dois primeiros ensaios, com um depósito de níquel brilhante mais uniforme em quase toda a extensão do painel. Entretanto, identificou-se possíveis contaminações orgânica e inorgânica no banho, uma baixa concentração de níquel e uma baixa temperatura do banho durante a eletrólise. A queima na área de alta densidade de corrente da peça, caracterizou um baixo teor de níquel no banho, como também uma possível contaminação inorgânica por ferro. A contaminação do banho por ferro foi provavelmente oriunda do ânodo de níquel impuro ou ainda do produto da oxidação do jacaré de ferro em contato com o banho durante a eletrólise. A presença de depósitos foscos e/ou queimados na alta densidade de corrente, evidenciou que a eletrólise foi realizada com o banho em baixa temperatura. A presença de uma mancha branca em boa

parte da extensão da peça, teve sua possível origem da presença de carga orgânica no banho proveniente do óleo desengraxante utilizado no polimento, ou ainda porque o depósito acompanhou as características da base, ou seja, percebeu-se o brilho no depósito, no entanto, ficou visível o fosqueado da base.

Considerando-se os ajustes necessários identificados a partir da terceira eletrólise, encontram-se: o maior controle de temperatura do banho e a necessidade de um pós-tratamento do banho após a 1º niquelagem, visto que após a 1º niquelagem, o banho apresentou contaminações por carga orgânica e ferro.

Uma eletrodeposição de níquel ineficiente e não uniforme, não necessariamente é sempre ocasionada pela redução na concentração de níquel no banho. Muitas vezes os contaminantes agem como interferentes diretos na uniformidade da eletrodeposição do níquel na extensão da peça.

Visto isto, ainda que o número máximo de testes recomendado com uma só amostra, segundo o manual da Surtec, seja de 3 deposições com 267 mL, foram realizados outros 3 ensaios descritos a seguir, com o pré-tratamento do painel presente em todos e com o objetivo de atingir correções finais para alcançar a produção de um banho de maior qualidade. Puderam ser realizadas: uma avaliação final a respeito da amperagem ideal e a escolha de um processo para remoção das contaminações orgânicas.

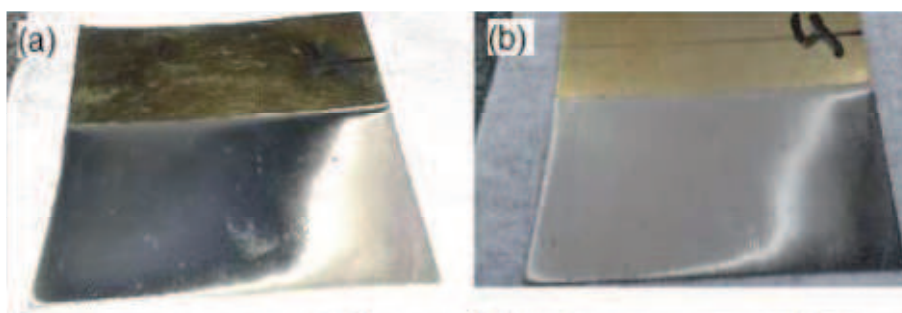


Figura 11: Fotos do Painel 4 niquelado com (a) e sem (b) flash.

O quarto painel niquelado (Figura 11) também sofreu um pré-tratamento, entretanto, neste caso foi testada a eletrodeposição do níquel na peça a 2A, desta forma, foi possível avaliar a eficiência da eletrólise novamente nesta amperagem, porém em um painel previamente polido e ativado com solução de ácido sulfúrico 5% v/v. O resultado encontrado foi bastante semelhante à alguns dos aspectos do painel 3, havendo presença de depósitos foscos e/ou queimados na alta densidade de corrente e de manchas brancas na

extensão da peça. Entretanto, a queima indesejada na alta densidade atingiu uma área maior da peça, aproximadamente 1/3, desqualificando a aplicação da amperagem 2A no ensaio.

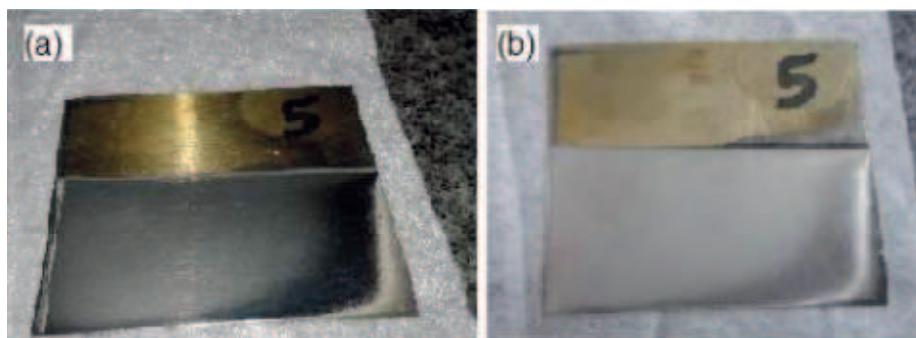


Figura 12: Fotos do Painel 5 niquelado com (a) e sem (b) flash.

Como já foi discutido, a baixa concentração de níquel também pode provocar a queima da peça na região de alta densidade da corrente. Logo a niquelagem de um quinto painel foi realizada à 1A, para observação da influência da baixa concentração de níquel na queima da peça, utilizando-se a amperagem escolhida para realização do trabalho. Como pode ser observado na figura 5, diferentemente do painel 4, o painel 5 (Figura 12) apresentou queima na região de alta densidade da corrente numa extensão menor que de 1/3 da peça, aproximadamente. Ficou evidente que a maior queima no painel 4 não estava apenas relacionada a baixa concentração de níquel, mas como também à aplicação dos 2A durante a eletrólise. Seguindo está devida avaliação, a utilização da amperagem de 2A para realização deste trabalho foi descartada definitivamente.

Ainda a respeito do painel 5, o mesmo também apresentou diferença do painel 4 quanto ao alcance da mancha branca presente nas extensões da peças. No painel 5 a mancha branca identificada alcançou mais de $\frac{1}{2}$ da extensão da peça, uma região muito maior que a alcançada no painel 4. O aparecimento da mancha branca possivelmente decorreu de um acúmulo de carga orgânica no banho. A carga orgânica que contaminou o banho provavelmente foi oriunda de vestígios de óleo desengraxante aderidos aos painéis no pré-tratamento. A alta temperatura de um banho pode acarretar em depósitos foscos e nublados na aparência do painel, o que seria a segunda hipótese para a presença dos mesmos no painel 5. Afim de confirmar-se que a mancha branca foi ocasionada pela presença de elevada carga orgânica, foi realizado um pós-tratamento no banho, adicionando-se 3g de carvão ativado (a surtec recomenda apenas 1,335g, porém já haviam sido realizadas 5 eletrólises sem pós-tratamento e o acúmulo de carga orgânica era

suspeito, logo foi adicionada uma massa maior do carvão, escolhida aleatoriamente) e em seguida filtrou-se o mesmo. O banho filtrado foi reutilizado para uma última eletrólise.

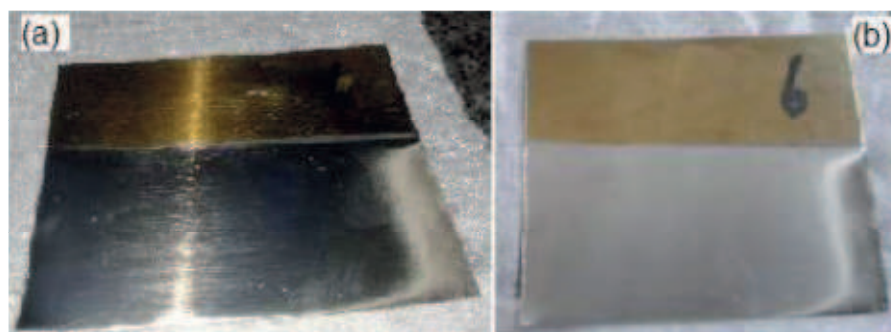


Figura 13: Fotos do Painel 6 niquelado com (a) e sem (b) flash.

O painel 6 (Figura 13), que representou a última eletrólise realizada com o banho, apresentou os melhores resultados, com o depósito de níquel quase uniforme em toda extensão da peça, como também com nivelamento (igual deposição de níquel na regiões da peça de alta e baixa densidade de corrente) e brilho satisfatórios em quase toda a extensão do painel.

Neste estágio de reutilização do banho, apenas atingido para de fato testar a qualidade do banho em condições extremas às indicadas pelo manual da Surtec, a permanência da queima na alta densidade de corrente na aparência da peça, provavelmente teve como causa a baixa concentração de níquel no banho.

Em algumas metalúrgicas, o problema da baixa concentração de níquel, normalmente pode ser resolvido por reforços dos sais de níquel. Este processo de reforço em algumas empresas é conhecido como Metal Turn Over (MTO) (Revestimento de Níquel Químico – Dileta.com). Entretanto, para o devido trabalho tal técnica não foi necessária, visto que seguimos a metodologia proposta pelo manual da Surtec, de serem realizadas no máximo 3 eletrólises por banho de 267 mL. O estudo da realização da eletrólise em condições extremas da qualidade do banho, pôde ilustrar o quão trabalhosas são as etapas de ajustes, de modo que, afim de otimizar o método, não foi de nosso interesse incluir os ajustes na concentração de níquel do banho, na continuação do trabalho.

Ainda sobre o aspecto de queima, notou-se que o seu aparecimento ocorreu desde o primeiro painel niquelado, quando a concentração de níquel no banho ainda estava dentro dos padrões. No entanto, nas 3 primeiras eletrólises, outras condições do banho estavam

sendo ajustadas para que não interferissem na qualidade da deposição do níquel. De forma que, se todos os ajustes necessários identificados até a última eletrólise, fossem aplicados desde a primeira, esperasse que a qualidade da peça seja maior e a queima na alta densidade de corrente seja vencida, independente da diminuição da concentração do níquel.

Como já foi dito, as causas das presenças de mancha branca, depósitos foscos e nublados no painel 5, seriam avaliadas pela adição de ajustes na eletrólise do painel 6. A eletrólise número 6 foi realizada no banho filtrado previamente com carvão ativado, afim de remover possíveis contaminações orgânicas causadoras das manchas brancas, e, o melhor controle de temperatura pode ter diminuído o aparecimento dos depósitos foscos e nublados. Como resultado, após a eletrólise, obteve-se um painel livre da mancha branca e dos depósitos foscos e nublados. O resultado torna maior o interesse pela adição de um pós-tratamento com carvão ativado ao banho, no qual as vantagens e desvantagens serão discutidas no decorrer do do trabalho.

Segundo o Manual da Surtec, a contaminação do banho pela impureza ferro também pode causar leve queima na alta densidade de corrente e ainda aparência de casca de laranja (interrupção da camada de níquel, formando crateras com descascamento na circunferência da cratera, podendo ser causado pelo alto teor de ferro no banho de níquel). No painel 6, apesar da presença de descascamento nas pontas da região de alta densidade, não foi possível observar crateras circulares. No entanto, a contaminação por ferro ainda pode ser levada em consideração, devido a influência na ocorrência de queima na alta densidade de corrente, característica está ainda presente na peça niquelada número 6.

Em casos de contaminação inorgânica por ferro, o manual sugere um pós-tratamento do banho com peróxido de hidrogênio. Afim de otimizar o pós-tratamento, o mesmo pode ser realizado para a remoção de ferro e contaminação orgânica, através da ação conjunta do peróxido e carvão ativado.

De acordo com o procedimento recomendado pelo manual de pós-tratamento para remoção das contaminações orgânicas e inorgânicas, seria necessária a elevação do pH do banho entre 5,5 a 6,0 com carbonato de níquel e a adição de 1 a 2 mL/L de água oxigenada 130 volumes, com o banho na temperatura de 20 - 40 °C, e uma agitação durante 1 hora. Em seguida, a temperatura seria elevada para 60 - 65 °C e seriam adicionados de 5 a 10 g/L de carvão ativo em pó, agitar durante 2 horas. Finaliza-se o ensaio, com uma etapa de decantação e depois filtração do banho.

Na indústria alguns defeitos de peças, como contaminação metálica, falta de brilho ou ainda deposição não uniforme de níquel sobre a peça, são corrigidos utilizando-se os aditivos, purificador, abrillantador e nivelador, entretanto o projeto foi limitado a trabalhar com as falhas na eletrodeposição oriundas de baixas concentrações de níquel no banho do menor nível, sem estas falhas serem suavizadas por aditivos. (SURTEC, 2009; SOUSA 2007).

Os painéis obtidos durante as 72 eletrólises realizadas no projeto apresentaram características semelhantes aos painéis 2, 3 e 4 para niquelagens com o banho de níquel do maior nível do planejamento e ao painel 1 para niquelagens com o banho de níquel do menor nível do planejamento.

Seguindo o planejamento 2³, foram realizados 8 ensaios de niquelagem de latão (eletrólises) em triplicata para obtenção de 24 resíduos, entre os maiores e menores níveis, entretanto durante cada 1 das niquelagens foram niquelados 3 painéis de latão num mesmo banho e o resíduo armazenado, totalizando em 72 painéis niquelados e 24 resíduos líquidos armazenados.

4.3 Produção do pó de casca de coco verde

4.3.1 Rendimento

Segundo a tese Sousa 2007, que obteve eficiência de aproximadamente 81% de adsorção de níquel de uma solução de níquel utilizando também pó de casca de coco verde, a proporção ideal foi de 40g/L. Seguindo nosso planejamento fatorial do projeto UEPB, foram realizadas 24 eletrólises, gerando 3,96 L de resíduo, ou seja, espera-se que 158,4g de pó de casca de coco verde sejam capazes de tratar o resíduo adsorvendo o níquel com alta eficiência. Porém, a presença dos diferentes constituintes (solução de sais de níquel+ácidos+álcalis+óleos) no resíduo pode interferir nesta eficiência e isto poderá ser avaliado em projetos futuros após a determinação da concentração de níquel nos resíduos bruto e tratado. Visto que no projeto foram utilizadas 2 granulometrias, porém cada uma sofreu 2 diferentes tipos de tratamentos, foram obtidos 4 tipos de pó.

Segundo dados experimentais coletados durante a produção do pó de casca de coco verde neste projeto, foi alcançado o seguinte rendimento exposto no quadro 3:

Quadro 3: Dados da produção do pó de casca de coco verde.

Produção do pó de casca de coco verde			
Ensaio	Cascas Úmidas (g)	Cascas secas moídas (g)	Rendimento (%)
1º	302,36	39,85	13,18%
Total	4.808	633,60	13,18%

O baixo rendimento obtido durante a produção do pó de casca de coco, é justificado pela presença de fibras ainda aderidas a cascas verdes úmidas, que foram de difícil remoção, logo a massa de cascas úmidas representa cascas com porção de mesocarpo (feixe de fibras) e epicarpo (epiderme lisa verde) (Oliveira, 2010). O baixo rendimento também é justificado pelas perdas de carga através da porta que isolava o rotor do moinho durante a moagem. As granulometria das partículas de pó moídas (<42 mesh) passavam através das fissuras da porta.

4.3.2 Teor de Umidade (%)

Pino 2005 e Sousa 2007, citaram o fornecimento do pó de casca de coco verde pela Embrapa para aplicação em seus teses, assim como foi citada a faixa de umidade de 15-20% do pó utilizada para os testes de adsorção de níquel. Visto que ambos obtiveram resultados satisfatórios para adsorção de níquel, após os tratamentos químicos que as diferentes granulometrias sofreram, o teor de umidade de cada pó foi determinado utilizando-se balança com infravermelho. Os resultados encontram-se no quadro 4.

As umidades finais obtidas para as biomassas foram satisfatórias, visto que foram exatas ou muito próximas a faixa de umidade de 15-20%. O tratamento químico do pó é de extrema importância para eficiência de adsorção de níquel, porque a lavagem do pó com hidróxido de sódio acarreta na deslignificação desta biomassa, ou seja, a remoção de lignina e seus sítios ativos (do pó) ficam disponíveis. O pó também poderá ou não adsorver outros cátions metálicos oriundos do ânodo de níquel que não é 100% puro, ou ainda de cátions metálicos presentes na água, ou os cátions e ânions provenientes dos ácidos e álcalis utilizados durante todos os ensaios e contidos nos resíduos, entretanto está será uma discussão apenas possível de ser desenvolvida após obtenção dos resultados das concentrações de níquel adsorvidas.

Quadro 4: Dados obtidos pós-tratamento químico do pó de casca de coco verde.

Dados pós-tratamento químico do pó de casca de coco verde			
Tratamento químico	Granulometria	Quantidade	Teor de Umidade
350 mL 1,0M NaOH+ 150 mL H ₂ O+200 mL Tampão de ácido acético/acetato de sódio+150 mL H ₂ O	80 – 99 mesh	33,6175g	20,3%
	100 – 200 mesh	44,4261g	18,1%
350 mL 1,5M NaOH+ 150 mL H ₂ O+200 mL Tampão de ácido Acético/acetato de sódio+150 mL H ₂ O	80 – 99 mesh	41,1556	18,3%
	100-200 mesh	48,1838	16,1%

Fonte: *Própria*.

4.4 Caracterização dos resíduos



Figura 14: Sistema de bioadsorção (colação marrom opaco) e resíduo bruto (coloração verde translúcido). Fonte: *Própria*.

Antes das discussões a respeito dos resíduos, é importante observar alguns parâmetros a respeito das características dos banhos eletrolíticos de níquel. Quando os banhos de níquel foram produzidos, apresentaram pH de 3,85 a 4,56, porém o pH exigido para niquelagem no teste de célula de Hull era de 4,5-5,5, então foi necessária uma correção do pH dos banhos. O manual Surtec 2009 sugere que está correção seja realizada com carbonato de níquel, porém como já foi citado nas discussões sobre a escolha do planejamento fatorial, não seria viável para o propósito do trabalho visto que alteraria a concentração de níquel do banho que também segue o planejamento fatorial. Afim de corrigir o pH dos banhos para faixa de pH 4,5-5,5, foram adicionadas alíquotas de NaOH 0,23 mol/L, podendo o banho ser considerado definitivamente como descarte após análises, pois estava contaminado com reagente estranho ao meio.

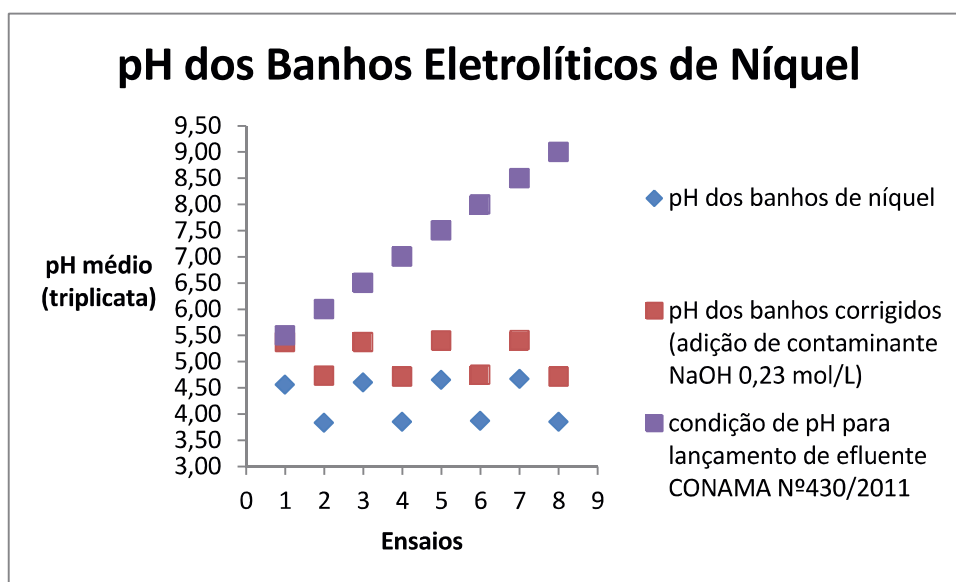


Gráfico 1: pH dos Banhos Eletrolíticos de Níquel.

O gráfico 1 foi plotado utilizando-se a médias dos valores de pH das triplicatas de banho eletrolítico, para cada ensaio. A partir dele foi possível observar que a faixa de pH do banho de níquel puro e do banho de níquel com pH corrigido, estão abaixo da faixa de pH 5 a 9 de condição para lançamento de efluente da CONAMA N°430/2011. Ou seja, já foi possível identificar a partir do parâmetro pH, mesmo sem as determinações das concentrações de níquel no banho, que o mesmo não enquadra-se para descarte sem sofrer tratamento.

No entanto, após a eletrólise, o banho residual é misturado as águas de lavagens com arraste de óleos, álcalis e ácidos e o próximo gráfico 2 abaixo, deixa claro que a concentração de álcalis prevalece no resíduo bruto de menor nível (faixa de pH 6,04-6,85), possivelmente porque nos resíduos de menor nível (menor concentração de sais de níquel no banho) a concentração de sulfatos é menor para sobressair a interferência alcalina dos vestígios de óleo no pH do meio. Enquanto nos resíduos brutos de maior nível o pH permanece em faixa ácida (4,72 a 5,54).

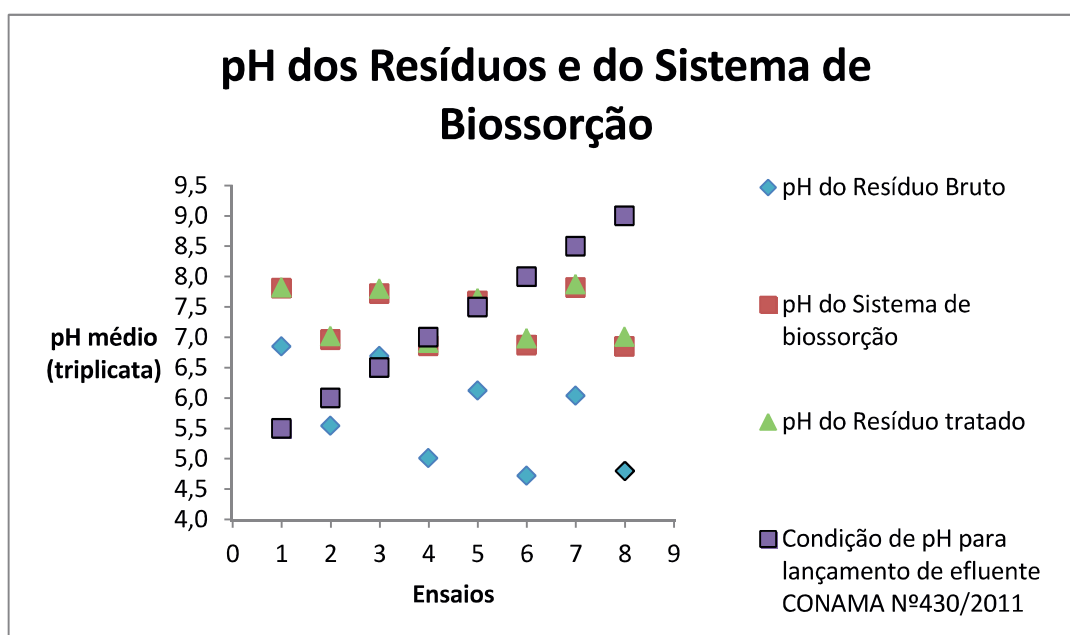


Gráfico 2: pH dos Resíduos e do Sistema de Biossorção

No gráfico 2, é possível observar também que a maior porção da faixa do pH do resíduo bruto não está em conformidade com a condição de pH para lançamento de efluente exigida pela CONAMA Nº430/2011, sendo ainda necessária a aplicação de um pré-tratamento. E a partir desta aplicação do tratamento do resíduo, adicionando-se o pó de casca de coco ao meio e que foi previamente tratado com reagente alcalino (NaOH 1M e 1,5M), o pH do meio é elevado para faixas mais alcalinas (pH 6,85-7,6) ficando dentro das condições de pH para lançamento de efluentes exigida pela CONAMA Nº430/2011 (pH 5-9). Porém trata-se apenas de um único parâmetro entre todos os outros que a CONAMA Nº430/2011 exige para atender ao descarte apropriado de resíduos.

Apesar do tratamento ter elevado o pH do meio para faixa dentro das especificações do CONAMA, especificamente durante a biossorção a condição de pH alcalino pode ser

insatisfatória. Como já foi discutido ao longo do trabalho, Souza 2007 concluiu que em condições extremamente ácidas dificulta o processo de bioissorção, na medida em que os valores de pH forem aumentando, o processo de bioissorção dos metais também aumenta, porém estabilizou após atingir condições próximas da neutralidade que é o pH 7,0. E, para valores de pH acima de 6 a capacidade de adsorção destes metais diminui, devido a precipitação dos mesmos na forma de hidróxido.

Foi possível observar também que o pH do resíduo bruto teve variação em sua faixa quase insignificante (pH 7,01 a 7,87), após centrifugação de biomassa e resíduo. Mas a característica inesperada observada no resíduo tratado, mesmo após a separação da biomassa por centrifugação, foi a sua coloração bastante escura. O Gráfico 3 com os dados do comportamento da condutividade do sistema para compreender o que levou a amostra de resíduo tratado ter esta coloração escura.

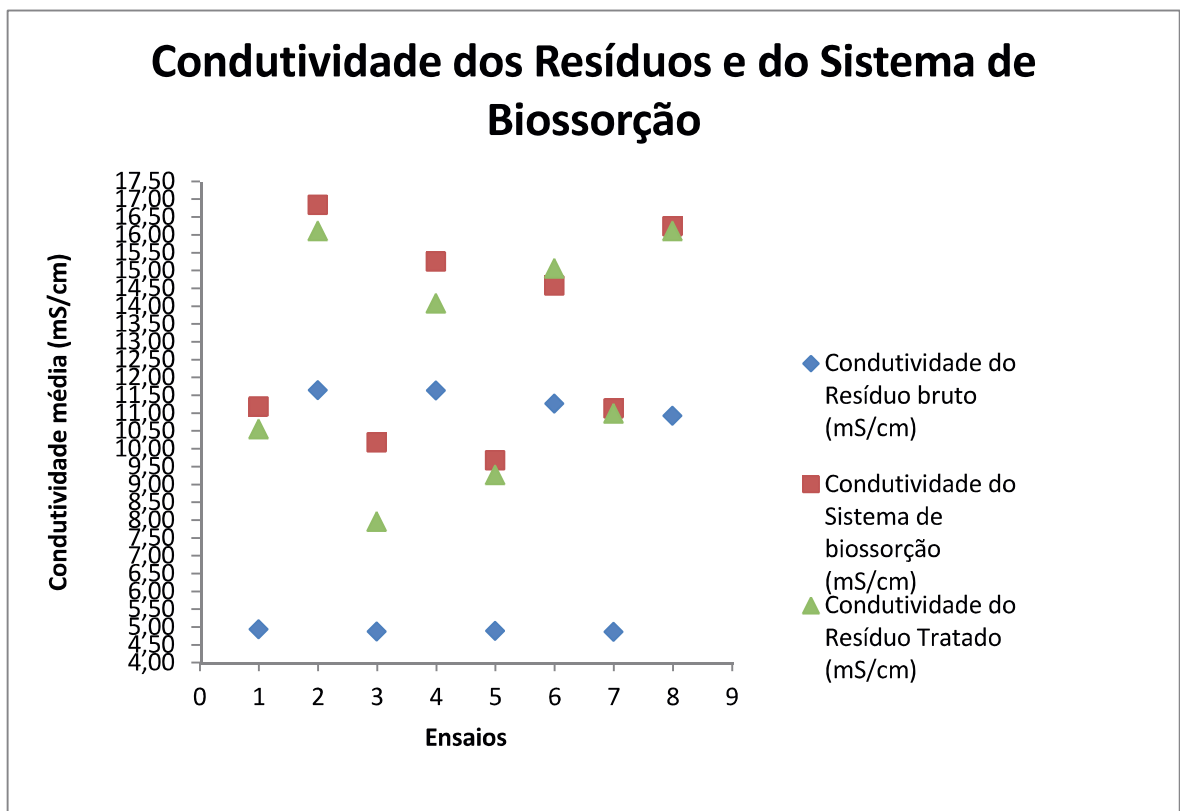


Gráfico 3: Condutividade dos Resíduos e do Sistema de Bioissorção.

Como cada sistema de bioissorção foi organizado seguindo o planejamento fatorial, os gráficos apresentam o comportamento da condutividade variando como estas ondulações, porque as bioissorções seguiram o planejamento fatorial 2^3 que alternou entre

os ensaio 1 ao 8, hora o estudo da bioadsorção em concentrações do nível (+) e hora do nível (-).

A importância do estudo do gráfico da condutividade está relacionado ao fato de que a faixa de condutividade do resíduo bruto foi menor que a faixa de condutividade do resíduo tratado. Subtende-se que durante o sistema de bioadsorção o pó contaminou o meio com outras substâncias, de modo que mesmo após separação de biomassa por centrifugação, o resíduo tratado permaneceu com coloração escura (apesar de translúcido) e com condutividade maior que a que apresentava quando era um resíduo bruto.

O que acontece é que o pó da casca de coco verde contém altos teores de lignina e celulose as quais possuem grupos hidroxila, metóxi e carboxílicos. Quando o material celulósico é submetido ao tratamento com solução de hidróxido de sódio, os compostos fenólicos solúveis presentes na fibra celulósica são removidos e os sítios ativos ficam mais disponíveis, melhorando a adsorção (GURGEL, 2007; SALVADOR et al., 2009).

Quanto à cor, é mais um indicativo de que ocorreu reação entre o hidróxido de sódio e os compostos presentes no material lignocelulósico. A ação dos compostos alcalinos nesse tipo de material pode ocorrer através da desestruturação dos complexos lignocelulósicos, solubilizando a hemicelulose e expandindo a fração fibrosa, além de extrair os materiais orgânicos como os taninos (FILHO et al., 2003; ASADI et al., 2007). Como consequência, o volume gasto para lavagem do material submetido ao tratamento com sol. de NaOH leva maior tempo comparado a outros tipos de tratamento químico, já que a cor liberada é maior (NASCIMENTO, 2013).

Objetivando futuras publicações, a determinação da concentração de níquel poderia ser determinada utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica (EAA – VARIAN Modelo: AA24OFS com sistemas de lâmpadas de cátodo vazio). E, a capacidade de adsorção do adsorvente Q (mg do metal/ g do adsorvente) pode ser calculada com base na diferença de concentração dos íons metálicos usando a Equação: $QW = V(C_0 - C_e)$ onde, Q é a capacidade de adsorção ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$); C_0 e C_e são as concentrações do soluto na solução inicial e em equilíbrio em ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$), respectivamente; V é o volume da solução (L); W a massa do adsorvente (g) (NASCIMENTO, 2013).

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os testes de desenvolvimento da niquelagem de latão em escala laboratorial e da produção do pó de casca de coco verde, possibilitaram que a técnica de tratamento de adsorção de níquel por esta biomassa, seja testada primeiramente em amostra residual sintética que se aproxima mais das condições e composições de amostra industrial, para em seguida, com maior segurança a respeito dos resultados esperados, aplicar a técnica de tratamento em resíduo coletado numa indústria. Assim como o planejamento fatorial elaborado facilitou o controle e quantidade de experimentos.

O trabalho também apresenta possibilidades de publicações futuras pela determinação da concentração de níquel utilizando um espectrofotômetro de absorção atômica cálculo da capacidade de adsorção do adsorvente.

Quanto a biomassa produzida, apresentou resultado satisfatório para umidade e insatisfatório para cor provocada no resíduo durante o tratamento, sendo necessária uma lavagem com maiores volumes de água deionizada para remoção de substâncias naturais provenientes do pó que interferiram na cor.

Por fim, quanto a biomassa contaminada com níquel metal, pode ser desenvolvido um teste de tratamento por biorremediação, ou incinerada, sendo obtidas cinzas ricas em óxidos de metais para possível reaproveitamento das mesmas por indústrias metalúrgicas.

6 REFERÊNCIAS

Anuário Estatístico do Setor Metalúrgico - 2016. Disponível em: <http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1732813/ANU%C3%81RIO+METAL%C3%94RGICO+2016_vers%C3%A3o+3.pdf/9595d304-7072-4313-a190-b5b97a10e7a5>. Acesso feito em: 13 de Maio de 2017.

ANNUNCIADO, T. R. Estudo da *Chorisia speciosa* e outras fibras vegetais como sorventes para o setor de petróleo. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná, Brasil, 2005.

BASTOS, João; SILVA, Armando. Projeto FEUP – Engenharia química: Tratamento de Águas Residuais de uma Indústria de Niquelagem e Cromagem de Metais. Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2014/2015.

BRASIL, Resolução CONAMA n° 430, de 13 de maio de 2011. Dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes, complementa e altera a Resolução CONAMA n° 357, de 17 de março de 2005. Publicado no D.O.U.

BRASIL, Resolução CONAMA n°357, de 17 de março de 2005. Classificação de águas, doces, salobras e salinas do Território Nacional. Publicado no D.O.U.

CARRIJO, O. A; LIZ, R. S.; MAKISHIMA, N. Fibra da casca do coco verde como substrato agrícola. *Horticultura Brasileira*, v. 20, N. 4, p. 533-535, 2002.

EWECHAROEN, A. et. al., 2008. Comparison of nickel adsorption from electroplating rinse water by coir pith and modified coir pith. *Chem. Eng. J.* 137, 181e188.

FILHO, D. Sérgio. Reindustrialização de Resíduos Galvânicos como Matérias-Primas para Esmaltes Cerâmicos. Tese de doutorado. Rio Claro, São Paulo. Universidade Estadual Paulista, 2008.

Formulário Técnico Níquel Branco Brillhante. Disponível em:

<<http://www.surtec.com.br/bts/Eleto/ST856.pdf>>. Acesso realizado em: 08 de Maio de 2017.

GUPTA, V. K.; ALI, I. Utilisation of bagasse fly ash (a sugar industry waste) for the removal of copper and zinc from wastewater. *Separation and purification technology*, v.18, p. 131-140, 2000.

LIMA, E.B.C. et al.. *Cocos nucifera* (L.) (Arecaceae): A phytochemical and pharmacological review. *Brazilian Journal of Medical and Biological*. *Brazilian Journal of Medical and Biological*, 2015.

J. HE et al. Synthesis and application of ion imprinted polymer coated magnetic multi-walled carbon nanotubes for selective adsorption of nickel ion. *Applied Surface Science* 428 (2018) 110–117.

J. CHWASTOWSKI et al. Adsorption of hexavalent chromium from aqueous solutions using canadian peat and coconut fiber. *Journal of Molecular Liquids* 248 (2017) 981 –989.

LUZARDO, M. H. Francisco; VELASCO, G. Fermin; ALVES, P. Clemildes; CORREIA, S. K. Ives; CAZORLA, L. Lázaro. Chemical characterization of agroforestry solid residues aiming its utilization as adsorbents for metals in water. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v.19, n.1, p.77–83, 2015.

MEENA, A. K.; MISHRA, G. K.; RAÍ, P. K.; RAJAGOPAL, C.; NAGAR, P. N. Removal of heavy metal ions from aqueous solutions using carbon aerogel as an adsorbent. *Journal of hazardous materials B122*, p. 161-170, 2005.

MAGALHÃES, P. H. Hugo; FERNANDES, A. Márcia; NEVES, Silva. Utilization of green coconut pericarp (*Cocos nucifera* L. - Arecaceae) to remove chromium (VI) ions residues in aqueous solutions. *Perspectivas da Ciência e Tecnologia*, v.3, n. 1/2 (2011).

Manual técnico – tratamento de superfícies. Disponível em: <http://www.surtec.com.br/at/surtec_manual_tec_ed2009.pdf>. Acesso realizado em: 08 de Maio de 2017.

Ma, W. et. al., 2014. Adsorption and bio-sorption of nickel ions and reuse for 2-chlorophenol catalytic ozonation oxidation degradation from water. J. Hazard. Mater. 266, 19e25.

NETO, B. B.; SCARMINIO, S. I.; BRUNS, E. R. Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. Editora Bookman, 4. ed., Porto Alegre, 2010.

NASCIMENTO, R. F.; LIMA, A. C. A; VIDAL, C. B.; RAULINO, G. S C.; SILVA, M. S. P. S. Influência do método de preparo da casca do coco verde como bioissorvente para aplicação na remoção de metais em soluções aquosas, REVISTA DAE, Nº 193, 2013.

Níquel - boas práticas na eletrodeposição. Disponível em: <http://www.crq4.org.br/sms/files/file/guia_boas_%20praticas_%20galvanoplastia.pdf>. Acesso realizado em: 08 de Maio de 2017.

OLIVEIRA, R. L. Simone. Aproveitamento da casca de coco verde (*Cocos nucifera* L.) para produção de celulasas. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2010.

PRADHAN, S.; SHUKLA, S. S.; DORRIS, K. L. Removal of nickel from aqueous solutions using crab shells. Journal of hazardous materials, v. 125, p.201-204, 2005.

PINO, G. H.; MESQUITA, L. M. S.; TOREM, M. L.; PINTO, G. A. S. Biosorption of cadmium by green coconut shell powder. Minerals engineering, v. 19, p. 380 – 387, 2006.
PINO, G. A. Bioissorção de Metais Pesados Utilizando Pó da Casca de Coco Verde (*Cocos nucifera*).Dissertação de mestrado. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

PANDA, G.C.et. al., 2007. Adsorption of nickel on husk of *Lathyrus sativus*: behavior and binding mechanism. Colloids Surf. B Biointerfaces 57, 135e142.

ROMERO, M.; RAWLINGS, R. D.; RINCÓN, J. M. Crystal Nucleation and Growth in Glasses from Inorganic Wastes from Urban Incineration. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 271. 2000.

Revestimento de níquel químico. Disponível em: <<http://www.dileta.com.br/revestimento-niquel-quimico>>. Acesso feito em: Set. de 2017.

RODRIGUES, Sueli; PINTO, A.S. Gustavo; FERNANDES, A. N. Fabiano. Optimization of ultrasound extraction of phenolic compounds from coconut (*Cocos nucifera*) shell powder by response surface methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*, v.15, p.95–100, 2008.

R. MALIK et al. An experimental and quantum chemical study of removal of utmostly quantified heavy metals in wastewater using coconut husk: A novel approach to mechanism. *International Journal of Biological Macromolecules* 98 (2017) 139–149.

RAVAL Nirav P et. al. Shah. Adsorptive removal of nickel(II) ions from aqueous environment: A review. *Journal of Environmental Management* 179 (2016) 1e20

SOUSA, W. Francisco . Adsorção de Metais Tóxicos em Efluente Aquoso Usando Pó da Casca de Coco Verde Tratado. Dissertação de Mestrado. UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ, Brasil, 2007.

SARTORI, P. Edinéia; DIVINO, A. F. Daniela; AMADORI, F. Maristela. Estudo da influência de contaminantes, metálicos e orgânicos, nos eletrodepósitos de níquel. *Synergismus Scyentifica UTFPR, Pato Branco*, 02 (1, 2, 3, 4), 2007.

SENHORAS, E. M. Estratégias de uma agenda para a cadeia agroindustrial do coco: transformando a ameaça dos resíduos em oportunidades eco-eficientes. Monografia, Universidade Estadual de Campinas, Brasil, 2003.

SILVA, Kaio; REZENDE, Luciana; SILVA, Cynthia; BERGAMASCO, Rosângela; GONÇALVES, Davana. Caracterização físico-química da fibra de coco verde para a adsorção de metais pesados em efluente de indústria de tintas. ENGEVISTA, V. 15, n. 1. p. 43-50, abril 2013.

SENA, F. L.; RAMOS, G. J.; NASCIMENTO, C. C. T. M.; FRANCISCO, M. R. P.; BARROS, M. J. A. Capacidade de biossorção do metal níquel em três biossorventes orgânicos. Apresentado no Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC'2016, 29 de agosto a 1 de setembro de 2016 – Foz do Iguaçu, Brasil.

SEKAR M.; SAKTHI, V.; RENGARAJI, S. Kinetics and equilibrium adsorption study of lead (II) onto activated carbon prepared from coconut shell. Journal of colloid and interface science, v. 279, p. 307 – 313, 2004.

SUDHA, R. et. al.,2015. Removal of nickel(II) from aqueous solution using citrus limettioides peel and seed carbon. Ecotoxicol. Environ. Saf. 117, 115e123.

SAEED, A. et. al., 2005. Removal and recovery of lead(II) from single and multimetal (Cd, Cu, Ni, Zn) solutions by crop milling waste (black gram husk). J. Hazard.

Tabela Conversão Mesh. Disponível em:
<http://www.transportedegraneis.ufba.br/arquivos/Tabela_Mesh.PDF>. Acesso feito em:
11 de Maio de 2017.

VULLO, D.L.; Microorganismos y metales pesados: una interacción en beneficio del medio ambiente, Química Viva, v. 2, numero 3, 2003.

KUMAR, P.S., et. al., 2011. Adsorption behavior of nickel(II) onto cashew nut shell: equilibrium, thermodynamics, kinetics, mechanism and process design. Chem. Eng. J. 167, 122e131.

WILLIAMS, P. L.; JAMES, R.C.; ROBERTS, S. M. Principles of toxicology: environmental and industrial application, 2th, editora John Wiley & Sons, New york, 2000.