

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
ESCOLA DE QUÍMICA
SUZANE CARVALHO RUFINO

ESTUDO DAS CONDIÇÕES OPERACIONAIS PARA A UTILIZAÇÃO DO FILTRO-
PRENSA PARA TRATAMENTO DE SUSPENSÃO DE LIGNINA EM UREIA

RIO DE JANEIRO
2022

SUZANE CARVALHO RUFINO

**ESTUDO DAS CONDIÇÕES OPERACIONAIS PARA A UTILIZAÇÃO DO FILTRO-
PRENSA PARA TRATAMENTO DE SUSPENSÃO DE LIGNINA EM UREIA**

Monografia apresentada à Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de bacharel em Química Industrial.

Orientadores: Prof^{fa}. Dra. Verônica M. A. Calado

Coorientadores: Gustavo Dias Azevedo, D. Sc.

Amanda Kelly Lima Soares, M. Sc.

RIO DE JANEIRO

2022

CIP - Catalogação na Publicação

R926e Rufino, Suzane Carvalho
Estudo das condições operacionais para utilização do filtro prensa para tratamento de suspensão de lignina em ureia / Suzane Carvalho Rufino. -- Rio de Janeiro, 2022.
47 f.

Orientador: Verônica M. A. Calado.
Coorientador: Gustavo Dias Azevedo.
Trabalho de conclusão de curso (graduação) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, Bacharel em Química Industrial, 2022.

1. Lignina. 2. Filtração. 3. Filtro Prensa. 4. Ureia. I. Calado, Verônica M. A., orient. II. Azevedo, Gustavo Dias, coorient. III. Título.

SUZANE CARVALHO RUFINO

**ESTUDO DAS CONDIÇÕES OPERACIONAIS PARA A UTILIZAÇÃO DO FILTRO-
PRENSA PARA TRATAMENTO DE SUSPENSÃO DE LIGNINA EM UREIA**

Monografia submetida ao Corpo Docente da Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ, como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de bacharel em Química Industrial.

Rio de Janeiro, 10 de janeiro de 2023.

Aprovada por

Prof^a. Verônica M. A. Calado, D. Sc. (Orientadora)

Gustavo Dias Azevedo, D. Sc. (Coorientador)

Amanda Kelly Lima Soares, M. Sc. (Coorientadora)

Prof^a. Adriana dos Anjos Silva

Prof. Márcio Nele de Souza

AGRADECIMENTOS

Primeiramente eu não poderia deixar de agradecer ao meu Deus, que me escolheu ainda no ventre da minha mãe e desde então nunca me abandonou ou me deixou sozinha, pelo contrário, quando eu pensava que estava tudo perdido, Ele se fazia presente e me direcionava para o caminho certo, mostrando que Ele nunca perdeu o controle de nada. Se hoje sou quem sou, ou estou onde estou, devo tudo a Ele.

Aos meus pais, que são minha base e a minha maior fonte de inspiração. Não poderia deixar de agradecer pelas noites em claro cuidando e orando por mim, por estarem ao meu lado em todos os momentos da minha vida e nunca duvidarem da minha capacidade, mesmo quando eu não acreditava mais. Obrigada por terem lutado comigo até aqui, essa vitória é tanto de vocês quanto minha, quiçá mais de vocês. Que o Senhor me dê condições nessa vida para retribuir pelo menos a metade do que fizeram por mim. Sempre se sacrificaram para me dar tudo do bom e do melhor, desde um sorvete quando não tínhamos condições de comprar nada, até os melhores cursos pré-vestibular. Obrigada por estarem presentes na minha vida, obrigada por me mostrarem que eu sou muito mais do que dizem que eu sou, e que família realmente é a coisa mais importante que podemos ter.

Aos meus irmãos, Davi e Sara, meus melhores amigos, que estão sempre dispostos a me ajudar. Só Deus sabe o quanto orei pedindo para ter vocês em minha vida e Ele me deu os melhores irmãos que existem. Obrigada por todo tempo que passamos juntos e todas as aventuras que já tivemos. Não teria chegado até aqui sem o apoio de vocês. Podem sempre contar comigo.

Aos meus avós que sempre estiveram presentes cuidando de mim, desde pequena, e que nunca mediram esforços para me ajudar no que eu precisasse. Agradeço muito pelas orações, pelas campanhas, pelos presentes, mas principalmente por estarem presentes em minha vida.

Aos meus tios, primos e familiares, que mesmo quando nos encontramos apenas em festas, devido à distância física entre nós, sempre me mostram que família é um bem importante. Obrigada por sempre terem torcido por mim.

À professora Verônica Calado, minha orientadora neste trabalho, e aos meus coorientadores, Amanda e Gustavo. Muito obrigada por terem me acolhido quando cheguei ao laboratório e por toda ajuda e compreensão durante o tempo que estive lá. É notável a dedicação de vocês no trabalho que fazem e agradeço por terem acreditado no meu potencial e me aceitado no laboratório com tanto carinho.

À equipe de alunos e técnicos do LABTeR, obrigada por terem sido uma segunda família para mim em todo o período que pude ter a honra de trabalhar com vocês.

Aos amigos que fiz durante a faculdade, os quais não citarei nomes para não dar brechas de falhar a memória e esquecer alguém. Obrigada por tornarem os dias de faculdade tão leves e divertidos. Passar quase todos os dias, de oito da manhã às dez da noite, na faculdade não teria sido possível sem vocês ao meu lado para me acalmar nas semanas de prova e distrair nos intervalos.

Às minhas amigas que estão comigo desde o Colégio Militar: Leticia, Monique, Vitória e Dhallya Andressa. O que seria de mim sem o apoio de vocês, mesmo de longe, durante todo o período dessa faculdade? Vocês sempre estiveram presentes, nas alegrias das notas boas e nos desesperos quando as notas não eram tão boas assim, e eu sou eternamente grata por isso.

Aos jovens de Filadélfia, que me acompanharam nesse último período de faculdade, sempre orando por mim e me aconselhando, nunca me deixando desistir. Sou muito grata a Deus por ter me dado a amizade de vocês nesse período tão necessário da minha vida. Que Deus recompense cada um de vocês com as mais ricas bênçãos, porque vocês merecem.

Aos amigos do Pra Sempre, obrigada por sempre me incluírem nas suas orações e por guerrearem comigo desde a época do ingresso na faculdade. Foram anos de muita luta, mas sempre estiveram intercedendo por mim, e eu sou muito grata por isso.

Aos meus pastores e líderes que me mostraram que eu sou capaz de vencer meus próprios limites e me apoiaram mesmo quando eu tinha vergonha até de falar, se estou hoje aqui, com certeza, é por causa da ajuda de vocês também.

“O Senhor é o meu pastor, nada me faltará.”

Salmo 23.1 (ACF)

RESUMO

RUFINO, Suzane Carvalho. **Estudo das condições operacionais para a utilização do filtro-prensa para tratamento de suspensão de lignina em ureia.** Monografia apresentada à Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de bacharel em Química Industrial, 2022.

Filtração é uma operação unitária responsável pela separação por via mecânica de partículas em suspensão utilizando um meio filtrante. Os processos de filtração podem ser a vácuo ou com pressão. Para suspensões em que o sólido que compõe a torta obstrui os poros desse meio, como é o caso das suspensões de lignina, recomenda-se o uso de métodos de filtração por pressão aplicada, como o utilizado no filtro-prensa. Este trabalho visa a determinar experimentalmente as condições operacionais ideais para filtração de suspensões de lignina em ureia, de modo a tornar o processo de filtração mais eficiente e visando à utilização em escala industrial. Para tal, parâmetros como tempo de passagem de solução, tempo de secagem e forma de secagem da torta foram avaliados. Os resultados obtidos com os experimentos comprovam que a filtração em filtro-prensa é mais eficiente, para grandes escalas, do que a filtração a vácuo, considerando-se que os experimentos sejam realizados nas condições ideais.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fórmulas estruturais para os álcoois precursores.....	15
Figura 2: Aparelhagem para filtração a vácuo. Fonte: Própria autora.....	19
Figura 3: Princípio de funcionamento do filtro prensa.....	20
Figura 4: Aparelhagem para reação de lignina com ureia. Fonte: Própria autora.....	24
Figura 5: Suspensão do Scale-Up A após a reação.....	24
Figura 6: Suspensão do Scale-Up B após a reação.....	24
Figura 7: Filtro -prensa utilizado nos experimentos. Fonte: Própria autora.....	27
Figura 8: Placa utilizada no filtro-prensa. Fonte: Própria autora.....	27
Figura 9: Exemplo 1 de torta obtida na filtração A4.....	35
Figura 10: Exemplo 2 de torta obtida na filtração A4.....	35
Figura 11: Exemplo 1 de torta com resultado não satisfatório.....	35
Figura 12: Exemplo 2 de torta com resultado não satisfatório.....	35
Figura 13: Exemplo 1 da torta obtida na amostragem B1.....	40
Figura 14: Exemplo 2 da torta obtida na amostragem B1.....	40
Figura 15: Exemplo da torta obtida na amostragem B5.....	40

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Definição dos parâmetros alterados no trabalho.....	28
Tabela 2: Condições ideais dos parâmetros alterados.....	28
Tabela 3: Parâmetros utilizados para filtrações do Scale-Up A.....	32
Tabela 4: Massa obtida em cada amostragem de filtração do Scale-Up A.....	33
Tabela 5: Parâmetros utilizados para filtrações do Scale-up B.....	38
Tabela 6: Massa obtida em cada amostragem de filtração do Scale-up B.....	39
Tabela 7: Resumo dos parâmetros alterados durante os experimentos.....	41
Tabela 8: Massa total obtida em cada Scale-up.....	41
Tabela 9: Porcentagem de massa recuperada em cada Scale-up.....	42

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
1.1 Objetivo.....	12
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
2.1 Lignina.....	14
2.2 Lignina em Ureia.....	17
2.3 Filtração.....	18
2.3.1 Filtro-Prensa.....	19
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	22
3.1 Materiais.....	22
3.2 Preparo da solução de ureia (50 % m/v).....	22
3.3 Reação de lignina com ureia.....	23
3.4 Preparo de solução de ácido sulfúrico 10 % (v/v).....	25
3.5 Precipitação da suspensão de lignina e ureia.....	25
3.6 Filtração no filtro-prensa.....	26
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	29
4.1. <i>Scale-Up A</i>	29
4.2 <i>Scale-Up B</i>	36
4.3 Considerações Gerais.....	41
5 CONCLUSÃO.....	43
5.1 Recomendações.....	43

1 INTRODUÇÃO

A lignina é um dos biopolímeros mais abundantes na natureza, geralmente obtida a partir da polpação para obtenção da celulose. Em sua fórmula, a lignina apresenta diferentes estruturas aromáticas, oriundas dos compostos álcool p-cumarílico, o álcool coniferílico e o álcool sinapílico (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020; DEEPA; DHEPE, 2015; AJAO *et al.*, 2019; BEHIN; SADEGHI, 2016). Porém, mesmo com alto grau de carbono, ainda hoje a lignina apresenta baixo uso nobre, sendo basicamente utilizada como forma de obtenção de energia, através da queima em fornos utilizados nas próprias indústrias de polpação (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020).

Objetivando buscar novos usos para a lignina, com o aumento de seu valor agregado, muitas pesquisas têm sido realizadas que envolvem não somente a despolimerização da lignina para obtenção de compostos aromáticos, mas também reações de transformação para obtenção de novos produtos, formação de fibra de carbono, e tantos outros (LI *et al.*, 2018).

Com isso, um processo eficiente de filtração deve ser utilizado para separar o produto reacional do meio. Para isso, utiliza-se o filtro prensa, uma vez que a experiência tem mostrado que a filtragem do licor reacional leva ao entupimento de meios filtrantes comuns, tais como os utilizados em filtragem a vácuo (SILVA, 2014). Desta forma, faz-se necessário otimizar as condições operacionais de filtragem em filtro prensa do sistema reacional de lignina com soda/ureia.

1.1 Objetivo

O objetivo deste trabalho consiste em determinar experimentalmente as melhores condições operacionais para filtração de suspensões de lignina e ureia

utilizando um filtro prensa, de modo a tornar o processo de filtração mais eficiente visando à utilização em escala industrial.

Para alcançar o objetivo pretendido pelo trabalho fez-se necessário o estudo e conhecimento tanto da suspensão a ser filtrada, que era preparada no próprio laboratório, quanto da operação unitária de filtração e como esta se aplicava no filtro prensa utilizado.

Com base nesse conhecimento, alguns parâmetros de operação foram modificados a fim de se obter a melhor condição para a filtração de suspensões de lignina e ureia, isto é, a condição que retornasse uma maior quantidade de filtrado em um menor intervalo de tempo e que, ainda, fornecesse um filtrado que pudesse ser imediatamente destinado à aplicação final, sem necessidade de tratamentos posteriores.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Lignina

A lignina foi mencionada pela primeira vez por A.P. Candolle em 1813 (SOUTO; CALADO, 2022) e desde então, diferentes modelos têm sido propostos para representar a estrutura desta macromolécula (SOUTO; CALADO, 2022). Ela é uma das macromoléculas mais abundantes no planeta, estando amplamente disponível na natureza, uma vez que compõe cerca de 20 – 30 % da biomassa lignocelulósica, além de estar disponível como subproduto de processos químicos como polpação e biorrefinação, numa escala de aproximadamente 50 milhões de toneladas por ano (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020; SOUZA *et al.*, 2021).

Quimicamente, a lignina é um biopolímero derivado de precursores do álcool cinamílico, como: o álcool p-cumarílico (tipo H), o álcool coniferílico (tipo G) e o álcool sinapílico (tipo S), exemplificados na Figura 1 abaixo, sendo estes ligados por diferentes ligações éter e carbono-carbono. Uma vez que a proporção desses precursores em cada espécie de madeira é única, a composição da lignina também varia de vegetal para vegetal (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020; DEEPA; DHEPE, 2015; AJAO *et al.*, 2019; BEHIN; SADEGHI, 2016). Os modelos já criados para a representação da lignina combinam as três unidades monoméricas de diferentes maneiras, gerando estruturas amorfas, reticuladas, ramificadas, complexas e tridimensionais (SOUTO; CALADO, 2022).

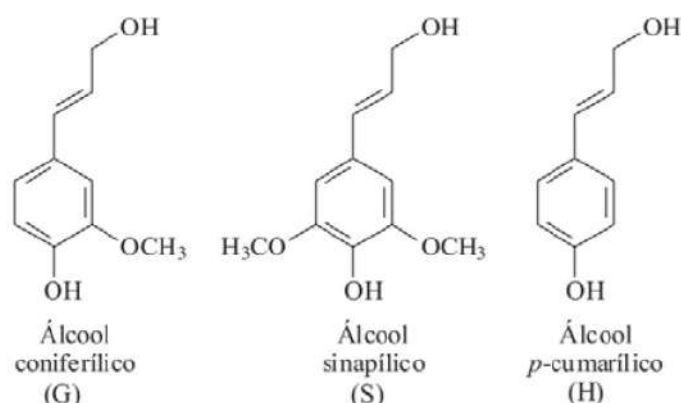


Figura 1: Fórmulas estruturais para os álcoois precursores
 Fonte: (PRISCILLA A VICTOR; GONÇALVES; MACHADO, 2013)

Definir a estrutura exata da lignina ainda é um desafio técnico existente. De modo geral, a lignina extraída, também tida como lignina técnica, contém estrutura variável dependendo das fontes de madeira, método de polpação, intensidade do processo, entre outros (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020).

A extração da lignina pode ser realizada tradicionalmente por processos químicos de polpação, em que, excluindo-se apenas o processo de polpação ácida orgânica, a maior parte da lignina é liberada sob alta temperatura e pressão, acarretando um alto custo energético (LI *et al.*, 2010). Nesse processo de polpação química, a lignina é degradada e solubilizada, sendo produzida como um subproduto dos licores do processo (ZHU *et al.*, 2014).

Podem-se citar como um dos principais obstáculos para conversão da lignina em derivados de alto valor comercial a heterogeneidade da sua estrutura molecular (AJAO *et al.*, 2019). Existem estudos sendo realizados para melhorar as propriedades térmicas e estruturais da lignina, a fim de obter usos mais nobres para este biopolímero. Para tal, tem-se estudado a mistura de lignina técnica com polímeros, mistura de diferentes ligninas técnicas, copolimerização e fracionamento da lignina técnica por ação enzimática, entre outros (SOUZA *et al.*, 2021).

Como a lignina técnica extraída dos processos de polpação e biorrefinamento apresentam uma classe complexa de polímeros fenólicos e polidispersos, a preparação dessa lignina com menor complexidade estrutural, por meio de seu fracionamento, é uma das soluções mais utilizadas para transformar essa lignina em um material de valor agregado (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020). Atualmente, a

lignina é mais utilizada como combustível nas indústrias de celulose e para fazer fibras na fabricação de papel, durante a polpação de materiais lenhosos (SADEGHIFAR; RAGAUSKAS, 2020).

Um dos usos para a lignina residual é a sua aplicação no solo por ser um material de decomposição mais lenta, o que promove a formação de húmus com a sua decomposição. Essa carga de material orgânico gera um aumento de produtividade das plantas pela fotossíntese. Outra vantagem é a redução do processo de nitrificação do solo, devido à incorporação do húmus formado ao solo (BEHIN; SADEGHI, 2016).

Por ser considerada sustentável, renovável, ecológica e econômica, uma aplicação nobre para a lignina é utilizá-la como um precursor para fibras de carbono, considerando sua natureza aromática e alto teor carbônico, ou convertê-la em bio-óleo. Além disso, institutos de pesquisa também têm estudado o uso da lignina como um substituto da resina fenol formaldeído em nanocompósitos, em nanopartículas para aplicações médicas e em montagens nano-híbridas, entre outros (SOUTO; CALADO, 2022; SOUZA *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2018).

Tem-se estimado que apenas 1 a 2 % da lignina isolada dos licores de polpação é utilizada para produtos especiais, totalizando 1 milhão de toneladas por ano no mundo todo (ZHU *et al.*, 2014). Logo, a lignina tem potencial para ser um componente de importância para a indústria química, pela separação e comercialização de seus subprodutos, que atualmente são majoritariamente destinados à queima (LUCKMAN *et al.*, 2021). São inúmeros os motivos para estudar e entender cada vez mais essa macromolécula tão abundante no planeta, com tantos usos nobres e ainda com muito potencial desconhecido.

A lignina que foi utilizada neste trabalho foi proveniente de um processo de polpação *kraft*, correspondente a 80 % da produção de polpa química, em que a fibra vegetal é cozida em uma solução de hidróxido e sulfeto de sódio a uma temperatura média de 165 °C, levando a lignina a sofrer uma grande degradação devido à clivagem de suas ligações (LI *et al.*, 2010). A lignina *kraft* é considerada insolúvel em água, sugerindo que essa lignina isolada pode ser solúvel em solventes específicos, dependendo do processo de extração a qual foi submetida. Além disso,

a solubilidade da lignina isolada também depende de fatores como massa molar, funções orgânicas presentes, entre outros (SOUTO; CALADO, 2022).

2.2 Lignina em Ureia

Usar a lignina sem nenhum pré-tratamento ainda é desafiador, principalmente devido a sua alta massa molar, impedimento estérico e baixa reatividade (LI *et al.*, 2018). Contudo, têm sido estudadas estratégias para despolimerizar a lignina, tais como pirólise, hidrogenólise, hidrólise, reações enzimáticas, entre outros, a fim de produzir compostos aromáticos com alto valor agregado (LI *et al.*, 2018).

Soluções frias de hidróxido de sódio e soluções de hidróxido de sódio/ureia têm sido utilizadas para dissolver a celulose, uma vez que são capazes de quebrar as suas ligações, servindo como solução para a produção de celulose regenerada e derivados de celulose de síntese homogênea (LI *et al.*, 2010).

Uma das vias, de uso alternativo da lignina para obter produtos químicos aromáticos é a hidrólise da lignina em meio básico e ácido. A hidrólise alcalina, se comparada a outros métodos de degradação da lignina, apresenta como vantagens o uso de reagentes catalíticos de baixo custo e ampla disponibilidade comercial, como o grupo hidroxila, que de fato é um dos principais reagentes utilizados na polpação *kraft* (THRING, 1994).

Atualmente, as soluções aquosas de hidróxido de sódio/ureia têm sido utilizadas para dissolução de inúmeros materiais de biomassa, como amido, palha de trigo, polpa de madeira, entre outros (LI *et al.*, 2018). O uso de solução aquosa de hidróxido de sódio/ureia para despolimerização da lignina é considerado como uma rota ecologicamente correta e econômica a fim de preparar compostos aromáticos de alto valor agregado (LI *et al.*, 2018).

Existem diferentes fatores que podem afetar a solubilidade da lignina em solução de ureia. Os mais significativos são a variação de pH e a temperatura. À medida que se aumenta o pH, aumenta-se a quantidade de lignina dissolvida. Em altas temperaturas, tem-se que a solubilidade da lignina aumenta significativamente, porém a ureia se desestabiliza; sendo assim, recomenda-se que a temperatura seja

ajustada em torno de 70 °C. Além disso, quanto maior a concentração de ureia, maior a quantidade de lignina dissolvida (ZHU *et al.*, 2014). O sistema utilizando ureia como solvente para lignina apresenta alto potencial técnico, uma vez que é relativamente barato e não apresenta grandes problemas ambientais (ZHU *et al.*, 2014).

2.3 Filtração

Filtração é uma operação unitária que consiste na separação de partículas sólidas suspensas em meios fluidos, em que o fluido atravessa um meio filtrante que, em virtude da diferença de pressão, deposita-se no meio filtrante utilizado (PRADO ALVES *et al.*, 2020). De forma geral, a separação por filtração consiste na passagem forçada da polpa por um meio poroso de modo que se subdivide em filtrado e torta de filtração, em que a torta corresponde à camada de sólido retida sobre o meio filtrante (PRADO ALVES *et al.*, 2020; AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018; SOVRANI *et al.*, 2016).

Duas formas existentes de filtração são as que dependem da ação do vácuo e as que dependem de pressão aplicada. As filtrações que dependem da ação do vácuo ocorrem devido a um processo de diferença de pressão entre os dois lados do filtro devido ao aumento do fluxo de filtrado em função da sucção provocada pelo vácuo (BARBOSA DOS REIS *et al.*, 2020).

A montagem do aparato da filtração a vácuo laboratorial consiste em uma vidraria Kitassato junto a um funil de Büchner conectado a uma bomba de vácuo, conforme pode ser observado na Figura 2, a seguir. Pode-se ainda adicionar no meio do sistema outro Kitassato cheio com lã de vidro e sílica em perólas, por exemplo, para evitar que entre umidade na bomba a vácuo, mantendo o bom funcionamento do sistema. A filtração a vácuo é indicada quando a fase líquida da mistura a ser filtrada apresenta alta viscosidade, além de ser mais rápida do que métodos, como a filtração por gravidade (BARBOSA DOS REIS *et al.*, 2020).



Figura 2: Aparelhagem para filtração a vácuo. Fonte: Própria autora

Quando o sólido que compõe a torta obstrui os poros do meio filtrante, como é o caso das suspensões de lignina, é recomendado que se utilizem métodos de filtração por pressão aplicada, em que uma força é aplicada sobre a torta, de natureza normalmente hidráulica ou pneumática. Nessa classe de filtração, utiliza-se geralmente o filtro-prensa. (BARBOSA DOS REIS *et al.*, 2020).

A filtração em escala industrial difere da laboratorial apenas no volume de material a ser filtrado e na necessidade de que a filtração opere em baixo custo. Logo, para obter uma produção com maior rendimento, com um filtro de dimensões adequadas, deve-se diminuir a resistência ao escoamento, aumentando a vazão (AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018).

2.3.1 Filtro-Prensa

O filtro-prensa é um sistema de filtração que opera em regime de batelada, sendo formado por uma série de placas apertadas firmemente umas contra as outras, com o meio filtrante que fica assentado sobre a superfície das faces das placas, onde é depositada a torta após a filtração (BARBOSA DOS REIS *et al.*, 2020). Toda a suspensão filtrada atravessa os meios filtrantes escoando sobre as placas ranhuradas, até a saída do filtro, que fica localizada no lado oposto aos canais de entrada da suspensão (AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018; PRADO ALVES *et al.*, 2020).

Filtros-prensa são equipamentos amplamente utilizados no tratamento de águas e efluentes, pois apresentam baixo custo de manutenção, menor consumo energético e possibilitam o reaproveitamento do material retido concentrando elevada área de filtração (AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018).

Sendo considerados exemplos de filtros de superfície (AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018), o filtro-prensa é o equipamento que apresenta maior teor de sólidos secos nas tortas formadas utilizando pouca energia elétrica, fazendo-se necessário apenas o uso de uma bomba hidráulica para forçar a passagem da suspensão (PRADO ALVES *et al.*, 2020).

Como principais vantagens desse método de filtração, pode-se citar a velocidade do processo e o baixo teor de umidade residual nas tortas, devido às altas pressões aplicadas (PRADO ALVES *et al.*, 2020). Além disso, outra vantagem desse método é o menor consumo de energia, baixo custo de descarte dos sólidos, reaproveitamento de líquido filtrado e produção de uma torta seca ao final do processo, facilitando transporte e manuseio da torta, e diminuindo a geração de resíduos (SOVRANI *et al.*, 2016). A Figura 3 apresenta o esquema geral de funcionamento de um filtro-prensa.

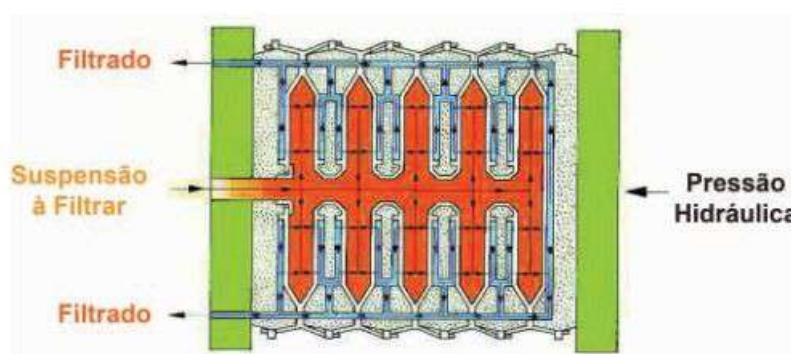


Figura 3: Princípio de funcionamento do filtro prensa.

(Fonte: Portal Tratamento de Água)

O material do meio filtrante depende de cada processo e do objetivo industrial, podendo ser de tecido de polipropileno, poliéster, poliamida, algodão, entre outros (LEGNER, 2017). O material filtrante é responsável pela delimitação da formação da torta, à medida que ela flui contra as placas (SOVRANI *et al.*, 2016). Conforme a suspensão passa pelas placas, forma-se a torta devido ao aumento da

concentração de sólidos, que por sua vez provoca a elevação da pressão da alimentação até que seja necessário parar a alimentação e prosseguir para a operação de descarga das tortas, retirando o material retido (SOVRANI *et al.*, 2016; AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018).

As tortas formadas podem ser classificadas em tortas compressíveis ou tortas incompressíveis. As tortas compressíveis são mais densas e apresentam maior resistência devido ao aumento da diferença de pressão. Já nas tortas incompressíveis, a resistência ao fluxo de um volume qualquer não apresenta alteração nem pela diferença de pressão da torta, nem pela velocidade de deposição do material (SOVRANI *et al.*, 2016).

A operação de descarga das tortas começa com um processo de lavagem, sendo opcional, e um processo de secagem das tortas via injeção de ar comprimido para retirar qualquer excesso de umidade presente. Em seguida, inicia-se o processo manual ou automático de descarga das tortas. Após isso, o filtro é remontado e o processo se reinicia (AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018).

A limpeza do filtro e das placas deve ser sempre realizada após o final de uma batelada ou quando ocorre entupimento de alguma das placas. As etapas para limpeza consistem em afastar as placas, raspar o material coletado e lavar com água as placas (AZEVEDO; CERQUEIRA, 2018).

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A parte experimental do presente trabalho consiste no preparo da solução de ureia a ser utilizada, reação da lignina com a ureia, precipitação da suspensão de lignina em ureia e filtração da suspensão. Para análise das melhores condições operacionais, foram realizadas duas bateladas de reações, a saber, *Scale-Up A* e *Scale-Up B*, utilizando-se de duas formas diferentes de precipitação: uma utilizando apenas ácido e outra utilizando água e ácido.

3.1 Materiais

Utilizou-se ureia P.A. (99,9 %) industrializada pela ISO FAR Indústria e Comércio de Produtos Químicos (Rio de Janeiro – Brasil), Hidróxido de Sódio P.A. (97,8 %) em pérolas e Ácido Sulfúrico P.A. (99,9 %) industrializados pela Vetec Química Fina (Rio de Janeiro – Brasil). A lignina *kraft (softwood)* pinus utilizada foi cedida pela Klabin S/A (São Paulo – Brasil).

3.2 Preparo da solução de ureia (50 % m/v)

Para o preparo da solução de ureia 50 % m/v, realizou-se a pesagem de 500 gramas de ureia em um béquer de 2 litros com auxílio de uma balança de duas casas decimais, completando o béquer até aproximadamente 800 mililitros de água destilada. A mistura foi então solubilizada em placa de aquecimento com uso de banho-maria a 70 °C e agitação magnética. Após solubilizada, transferiu-se a solução para um balão volumétrico de 1000 mililitros e homogeneizou-se

completando com água destilada. Para cada reação realizada, preparam-se três soluções de ureia armazenando-as em vidro âmbar de 1 litro.

3.3 Reação de lignina com ureia

Para o preparo da suspensão de lignina com ureia para posterior reação, pesaram-se 300 gramas de lignina seca em um béquer de 5 litros com auxílio de uma balança de cozinha e adicionaram-se 3 litros da solução, previamente preparada, de ureia 50% m/v com auxílio de uma proveta de 1 litro. Em seguida, pesaram-se 37,5 gramas de hidróxido de sódio P.A. com auxílio de uma balança analítica e essa massa foi adicionada à suspensão de lignina em ureia, gradualmente, sob agitação magnética, até a completa solubilização.

O sistema de reação foi previamente montado conforme Figura 4 e mantido sob aquecimento. Importante ressaltar que a solução alcoólica, composta por água e álcool 46 °GL 50 % v/v, para o banho do sistema, foi adicionada em quantidade suficiente para cobrir a quantidade de suspensão a ser reagida, de forma a facilitar a troca térmica. A suspensão foi mantida sob agitação magnética e, ao atingir a temperatura de 65 °C (controlada por um termopar), iniciou-se a contagem do tempo de reação (1h15min).

As figuras 5 e 6 abaixo apresentam respectivamente o aspecto final da suspensão dos *Scale-Up A* e do *Scale-Up B*, após a reação. Percebe-se então que ambos apresentam a mesma aparência visual.



Figura 4: Aparelhagem para reação de lignina com ureia. Fonte: Própria autora.



Figura 5: Suspensão do Scale-Up A após a reação

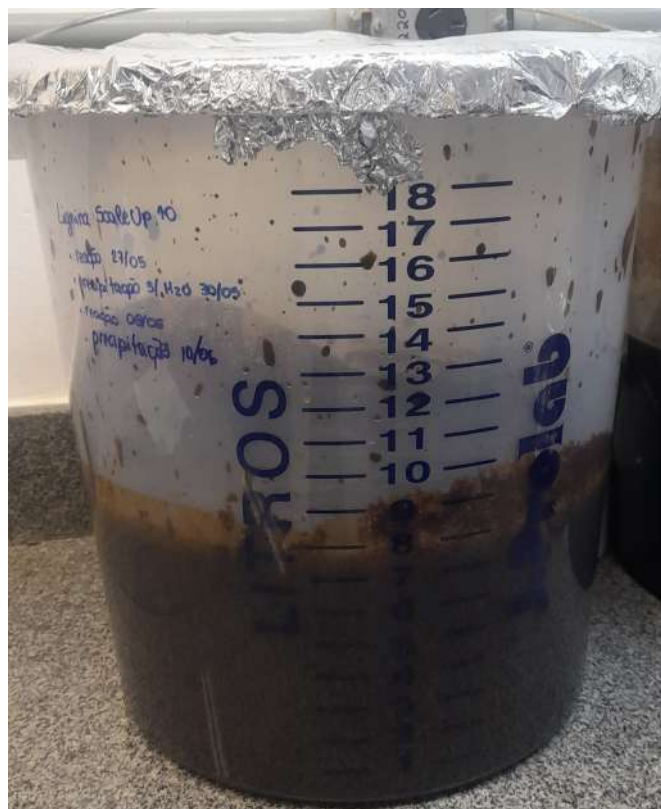


Figura 6: Suspensão do Scale-Up B após a reação

3.4 Preparo de solução de ácido sulfúrico 10 % (v/v)

Em um béquer de 2 litros imerso em um banho de gelo, adicionaram-se 800 mililitros de água destilada com auxílio de uma proveta de 500 mililitros e, com auxílio de uma pipeta volumétrica de 25 mililitros, 100 mililitros de ácido sulfúrico P.A. foram adicionados gradualmente, sob leve agitação. Após a completa solubilização do ácido na água, os 100 mililitros restantes de água destilada foram adicionados, com auxílio de uma proveta de 250 mililitros, os 100 mililitros restantes de água destilada. A solução de ácido sulfúrico 10 %v/v foi então armazenada em frasco de vidro âmbar de 1 litro.

3.5 Precipitação da suspensão de lignina e ureia

Para a precipitação da lignina modificada, utilizaram-se dois métodos: para o *Scale-Up A*, utilizou-se a precipitação em água e ácido; e para o *Scale-Up B*, utilizou-se a precipitação em ácido.

No primeiro método (*Scale-Up A*), em que se utiliza água e ácido para precipitação, a razão do volume de licor (suspensão de lignina a ser precipitada) para o volume de água destilada a ser adicionada era de 1:5 (v/v). Nesse sentido, aqueceram-se 2,5 litros de água destilada em um béquer de 5 litros, sob agitação magnética, até a temperatura alcançar a faixa entre 60 °C e 65 °C. Ao atingir a temperatura esperada, adicionaram-se 500 mililitros do licor reagido, com auxílio de uma proveta de 1 litro, à água mantendo a agitação magnética. Desligou-se então o aquecimento e iniciou-se lentamente a adição da solução de ácido sulfúrico 10 % (v/v), observando a precipitação e a mudança de coloração do licor. Após o ponto de viragem observado a olho nu, verificou-se o pH da suspensão com uma fita de pH universal. O pH desejado deve se encontrar entre 2 e 3 (SILVA, 2014). Após isso,

armazenou-se a suspensão precipitada em um balde de plástico de 20 litros, para posterior filtração.

Para o segundo método (*Scale-Up B*), adicionaram-se 500 mililitros do licor reagido, com auxílio de uma proveta de 1 litro, a um béquer de 5 litros, sob agitação magnética e iniciou-se lentamente a adição de ácido sulfúrico diluído 10% v/v, observando a precipitação e a mudança de coloração do licor. Após o ponto de viragem observado a olho nu, verifica-se o pH da suspensão na faixa desejável igual ao método 1 e armazena-se a suspensão precipitada.

3.6 Filtração no filtro-prensa

Após a precipitação, iniciou-se a filtração da suspensão no filtro-prensa. Em uma primeira tentativa, utilizaram-se cinco placas filtrantes, até alcançar a estabilização da pressão operacional do filtro prensa mantida entre 6 - 8 bar. Porém, observou-se que, para o sistema em questão, não se obtinha a formação das tortas com o enchimento das placas; por isso, nas filtrações subsequentes, utilizaram-se apenas três placas, no intuito de se obter a formação da torta, mantendo-se a condição operacional padrão do filtro-prensa.

O filtro-prensa (ilustrado na Figura 7) era um modelo 150/10 da Tecitec (São Paulo – Brasil), cujas placas filtrantes estão apresentadas na Figura 8. A forma como foi montada a aparelhagem do filtro-prensa possibilitava a passagem de ar para secagem da torta apenas em fluxo contrário à passagem da suspensão, pelo centro da última placa, gerando um sistema de secagem radial.

Existem alguns vídeos operacionais que realizam o processo de secagem da torta no filtro-prensa via método lateral dizendo ser este o mais eficiente, portanto, foi realizada uma tentativa de secagem utilizando esse método (FACIX, 2019).

No método de secagem radial, o ar comprimido entra pelo meio da placa filtrante, escoando para as laterais em um movimento centrífugo, e sai pelos orifícios laterais da placa. Enquanto que no método de secagem lateral, o ar comprimido entra por uma das laterais da placa escoando para o centro em um movimento centrípeto e sai pela outra lateral da placa.



Figura 7: Filtro -prensa utilizado nos experimentos. Fonte: Própria autora.



Figura 8: Placa utilizada no filtro-prensa. Fonte: Própria autora.

Todas as filtrações foram realizadas alterando os parâmetros citados na Tabela 1 para buscar a condição com o melhor resultado, medido por meio da massa de material recuperado para a filtração da suspensão de lignina com ureia. Com isso, sempre que um resultado era obtido, alterava-se algum parâmetro buscando um resultado melhor em uma próxima filtração.

Os parâmetros alterados durante os processos foram: concentração da suspensão a ser filtrada, tempo de passagem de suspensão, tempo de passagem de ar, lavagem da torta e quantidade de placas utilizadas no filtro-prensa, em que as condições ideais para cada parâmetro encontram-se na Tabela 2.

Tabela 1: Definição dos parâmetros alterados no trabalho

Parâmetro alterado	Definição
Concentração da Suspensão	Alteração na concentração de lignina na suspensão pela alteração do método de precipitação utilizado; a saber, precipitação com ácido e água e precipitação apenas em ácido.
Tempo de passagem da suspensão	Tempo durante o qual a suspensão passava pelo filtro-prensa.
Tempo de passagem de ar	Tempo durante o qual era injetado ar comprimido no filtro-prensa para secagem da torta formada.
Lavagem da torta	Foi realizada ou não a passagem de água pelo filtro-prensa para lavagem da torta formada, a fim de obter um pH similar ao da água destilada.
Quantidade de Placas	Alteração na quantidade de placas filtrantes colocadas no filtro-prensa para aumento da torta formada.

Tabela 2: Condições ideais dos parâmetros alterados

Parâmetro alterado	Condição ideal
Concentração da Suspensão	Precipitação com ácido
Tempo de passagem da suspensão	1 h
Tempo de passagem de ar	1 h
Lavagem da torta	Sem lavagem
Quantidade de Placas	3

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Durante as filtrações, observaram-se problemas técnicos com a aparelhagem do filtro-prensa e/ou da bomba a ele acoplada, o que gerou percalços no experimento. Como não havia possibilidade de resolver todos os problemas existentes, como, por exemplo, a potência da bomba, resolveu-se continuar as operações buscando as melhores condições, considerando tais problemas como intransponíveis.

A forma como foi montada a tubulação existente apresentava muitos joelhos, diminuindo a eficiência da passagem de ar, tornando o processo de secagem da torta via método lateral ineficiente quando mantidas as condições operacionais previamente estabelecidas.

4.1. *Scale-Up A*

Para o *Scale-Up A*, foram realizadas três reações de lignina com ureia, precipitando um volume aproximado de 23 litros de suspensão, que foi dividido em seis amostragens de filtrações no filtro-prensa, totalizando nove filtrações, sem considerar a filtração do volume restante por filtração a vácuo, uma vez que não era o objetivo do trabalho.

A avaliação da espessura e da umidade da torta foi realizada de modo puramente visual, em que os resultados eram comparados uns com os outros. Com isso, considerando que as placas apresentavam 1 cm de profundidade do sulco, tem-se que uma torta dita pequena foi considerada como sendo aquela que teria menos de 1 cm de espessura, mantendo-se abaixo no nível do sulco da placa; uma torta considerada média teria aproximadamente 1 cm de espessura preenchendo a cavidade da placa, ficando na exata altura do sulco; e uma torta considerada de tamanho *OK* teria aproximadamente 2 – 3 cm de espessura, ficando acima do sulco

da placa. Da mesma forma, as tortas consideradas como tendo baixa umidade são aquelas que não escoavam ao levantar a placa, permanecendo aderidas ao meio filtrante.

A primeira amostragem foi um conjunto das quatro primeiras tentativas de filtração. Começou-se deixando a passagem da suspensão até obter um intervalo de 30 segundos entre os “engasgos” (estágios de aspiração e compressão efetuados pela bomba durante a passagem da suspensão) sofridos pela bomba. Tentou-se utilizar esse tempo por duas vezes, porém ele se mostrou insuficiente para formação de uma torta de tamanho significativo. Nessas duas primeiras tentativas, o tempo de passagem de ar para secagem também foi de 30 segundos, sendo insuficiente para secar a torta. Além disso, tentou-se lavar a torta no próprio filtro, mas a perda foi muito grande, uma vez que a torta estava muito úmida e pequena; por isso, decidiu-se que as próximas filtrações seriam posteriormente lavadas com auxílio de um funil de Büchner.

As duas outras filtrações da primeira amostragem foram realizadas deixando a suspensão passar por 1 hora no filtro-prensa, a fim de aumentar o tamanho da torta. Testou-se também, na terceira filtração, um tempo de secagem em 30 minutos; porém, como ainda se mostrou insuficiente, na quarta filtração passou-se o tempo de passagem de ar para 1 hora. Com isso, com o tempo de passagem de ar em 1 hora e o tempo de passagem de suspensão em 1 hora, obteve-se uma torta de tamanho médio e aparentemente com baixa umidade.

Para a primeira amostragem, utilizaram-se cinco placas no filtro-prensa, porém como uma tentativa de aumentar o tamanho das tortas, a partir da segunda amostragem, passou-se ao uso de apenas três placas, o que favoreceu o aumento do tamanho das tortas.

Cada amostragem de 2 a 6 ocorreu com apenas uma filtração no filtro-prensa, mantendo 3 placas, 1 hora de passagem de suspensão e 1 hora de passagem de ar, sem lavagem da torta no filtro-prensa. Porém, ao atingirmos as últimas amostragens, a bomba acoplada ao filtro-prensa começou a apresentar vazamentos, o que atrapalhou o andamento do experimento, levando a uma perda de quantidade de produto.

Além disso, ao alcançarmos a quinta amostragem, a concentração de sólidos presentes na suspensão a ser filtrada já era pequena, diminuindo o rendimento da filtração. Por isso, decidiu-se manter o resto da suspensão para posterior filtração a vácuo e realizar uma nova reação para verificar se os parâmetros alterados seriam os que apresentariam maior eficiência.

A Tabela 3 apresenta os parâmetros utilizados em cada filtração realizada no *Scale-Up A*.

Tabela 3: Parâmetros utilizados para filtrações do Scale-Up A

Amostragem	Filtração	Tempo passagem da suspensão	Tempo passagem de ar	Lavagem	Quantidade de Placas	Tamanho da torta	Umidade da torta
A1	1	30 segundos entre os intervalos da bomba	30 segundos	SIM	5	Pequeno	Alta
	2	30 segundos entre os intervalos da bomba	30 segundos	SIM	5	Pequeno	Alta
	3	1 hora	30 minutos	NÃO	5	Médio	Alta
	4	1 hora	1 hora	NÃO	5	Médio	Baixa
A2	5	1 hora	1 hora	NÃO	3	OK	Baixa
A3	6	1 hora	1 hora	NÃO	3	OK	Baixa
A4	7	1 hora	1 hora	NÃO	3	OK	Baixa
A5	8	1 hora	1 hora	NÃO	3	Médio	Alta
A6	9	1 hora	1 hora	NÃO	3	Pequeno	Alta

Cabe ressaltar que, no caso da amostra A1, o material recuperado excede em relação às outras amostras, uma vez que ela é o resultado do somatório de quatro processos de filtração. Como os parâmetros operacionais do filtro-prensa estavam sendo otimizados, optou-se por não considerar como um resultado de eficiência do processo, sendo utilizado unicamente como norteador para a determinação dos tempos de passagem, tanto da suspensão como do ar de secagem. Pode-se observar pela Tabela 3 que para a filtração A1.4, obtém-se a formação de torta com baixa umidade, estando, no entanto, o tamanho da torta, ainda insatisfatória. Nesse ponto, foi efetuada a substituição do número de placas, que passaram a ser três em vez de cinco, visando à estabilização da pressão de trabalho do filtro e a maximização da formação do tamanho da torta.

Após as filtrações, as tortas foram armazenadas em béqueres e secas na estufa *Memmert*, por 48 horas a 60 °C, para poder ser realizada a maceração e pesagem, a fim de serem enviadas para posteriores análises e experimentos.

A massa obtida em cada amostragem após a secagem encontra-se descrita na Tabela 4.

Tabela 4: Massa obtida em cada amostragem de filtração do Scale-Up A

Amostragem Scale-Up A	Peso final
A1	180,75 gramas
A2	18,26 gramas
A3	11,40 gramas
A4	72,08 gramas
A5	43,60 gramas
A6	8,87 gramas

Considerando uma distribuição homogênea de material na suspensão de lignina-ureia, apresentando, pois, as mesmas propriedades, era esperado um mesmo comportamento da massa reacional em cada estágio realizado de filtração. Sendo assim, cada estágio de filtração foi utilizado para a determinação das condições de operação do filtro-prensa no sistema, ficando o cálculo do rendimento obtido de forma global para cada *Scale-up*, em relação a todo o material recuperado após completa filtração, conforme mostrado na Tabela 8.

As Figuras 9 e 10 representam os resultados obtidos das tortas da filtração correspondente à amostragem A4, que apresentou o melhor resultado (de acordo com as Tabelas 1 e 2). Além disso, as Figuras 11 e 12 representam dois resultados não satisfatórios, devido aos diversos percalços já citados.



Figura 9: Exemplo 1 de torta obtida na filtração A4



Figura 10: Exemplo 2 de torta obtida na filtração A4



Figura 11: Exemplo 1 de torta com resultado não satisfatório



Figura 12: Exemplo 2 de torta com resultado não satisfatório

As duas últimas filtrações do *Scale-Up A* apresentaram filtrados com pH equivalente ao pH da água destilada, tornando desnecessária a lavagem da torta. Supõe-se que isso ocorreu devido à troca iônica com a água presente no filtrado, mas sugere-se que posteriormente seja realizado um estudo para analisar quais as consequências que esse efeito poderia gerar no processo.

Como forma de intermediar o problema da baixa concentração de sólidos na suspensão ao se aproximar do final das filtrações, trocou-se o método de precipitação para utilização apenas do ácido (*Scale-Up B*), o que concentrou a suspensão a ser filtrada, obtendo assim uma maior quantidade de torta após a filtração o que tornou o processo mais eficiente.

4.2 *Scale-Up B*

Para o *Scale-Up B*, foram realizadas duas reações de lignina com ureia, precipitando um volume aproximado de 8 litros de suspensão, que foi dividido em cinco amostragens de filtrações no filtro-prensa, cada uma correspondente a uma tentativa de filtração.

Conforme visto na literatura, o processo de filtração é influenciado pela suspensão da lignina no meio reacional, aumentando a dificuldade ao mecanismo de filtração e que a precipitação da mesma é favorecida pela protonação da lignina com a neutralização das suas cargas. Para as filtrações do *Scale-Up B*, foram mantidos os parâmetros obtidos após os testes com o *Scale-Up A*, uma vez que são esperadas as mesmas propriedades do material reagido. Dessa forma, as condições foram: aproximadamente 1 hora de passagem da suspensão a ser filtrada, 1 hora de passagem de ar e 3 placas filtrantes.

Na primeira filtração, houve uma perda residual da torta, uma vez que, ao limpar o equipamento, utilizou-se água não destilada e ainda havia material dentro do equipamento que poderia ter sido reutilizado. Com isso, observa-se a necessidade de atenção ao uso de água destilada na lavagem do equipamento para recolhimento de possível resto de material a ser reaproveitado em uma nova filtração.

Na terceira e na última filtrações, houve um problema operacional com a bomba acoplada ao filtro-prensa, que acabou por parar de funcionar durante o procedimento, sem ser possível marcar o tempo de passagem da suspensão. Na quarta filtração, também tivemos o mesmo problema com a bomba, que parou de passar o fluido após meia-hora de operação, mas dessa vez foi possível marcar o tempo de passagem.

O fato da torta na segunda filtração ter retornado pequena, mesmo com 40 minutos de passagem da suspensão, poderia ser o primeiro indício de que a bomba não estava operando em sua integralidade. Portanto, sugere-se que sempre seja mantida a atenção aos resultados obtidos em cada filtração para analisar como proceder na filtração seguinte. Além disso, a bomba apresentou mau funcionamento durante a passagem de ar, não completando o ciclo de tempo planejado de 1 hora, o que acarretou na percepção de que o tempo de secagem da torta de 45 minutos não foi suficiente para secar a torta.

Importante salientar que a interrupção antecipada do sistema filtrante veio a corroborar com os parâmetros de filtração determinados para o processo analisado; ou seja, apesar de não ser um valor esperado de tempo de passagem da suspensão e tempo de secagem, a amostra B2 mostra, como esperado pelos testes anteriores, que um tempo inferior a uma hora não é suficiente para a saturação das placas do filtro-prensa para ocorrer a formação da torta.

Na última filtração, foi realizada uma tentativa de alterar o meio de passagem do ar para um sistema de secagem lateral, o mesmo utilizado em alguns vídeos operacionais encontrados (FACIX, 2019). Contudo, devido à forma como foi montada a aparelhagem, esse método de secagem se tornou inviável, uma vez que o ar comprimido chegava às placas com uma potência quase inexistente, sendo insuficiente para secagem da torta que permaneceu líquida após a filtração, levando à perda de filtrado, que foi recuperado para tentar uma posterior filtração.

A Tabela 5 abaixo apresenta os parâmetros utilizados em cada filtração realizada no *Scale-up B*.

Tabela 5: Parâmetros utilizados para filtrações do Scale-up B

Amostragem	Tempo passagem da suspensão	Tempo passagem de ar	Forma de passagem do ar	Quantidade de Placas	Tamanho da torta	Umidade da torta
B1	1 hora	1 hora	Radial	3	OK	Baixa
B2	40 minutos	45 minutos	Radial	3	Pequeno	Baixa
B3	Indefinido	1 hora	Radial	3	Pequeno	Alta
B4	30 minutos	1 hora	Radial	3	Pequeno	Alta
B5	Indefinido	1 hora	Lateral	3	Inexistente	Líquido

Após as filtrações, as tortas eram armazenadas em béqueres e secas na estufa para poder ser realizada a maceração e pesagem. A massa obtida em cada amostragem após a secagem encontra-se descrita na Tabela 6.

Tabela 6: Massa obtida em cada amostragem de filtração do Scale-up B

Amostragem Scale-up B	Massa final
B1	266,96 gramas
B2	41,34 gramas
B3	69,82 gramas
B4	51,07 gramas
B5	26,32 gramas

Conforme explicado na discussão do *Scale-up A*, considerando a distribuição de material na suspensão de lignina-ureia, temos que cada estágio de filtração foi utilizado para a determinação das condições de operação do filtro-prensa no sistema, obtendo o cálculo do rendimento de forma global.

As Figuras 13 e 14 representam os resultados obtidos das tortas da filtração correspondente à amostragem B1, que apresentou o melhor resultado no trabalho realizado. A Figura 15, no entanto, apresenta o resultado obtido na amostragem B5 quando se tentou trocar a forma de passagem do ar para o método lateral.



Figura 13: Exemplo 1 da torta obtida na amostragem B1.



Figura 14: Exemplo 2 da torta obtida na amostragem B1.



Figura 15: Exemplo da torta obtida na amostragem B5.

4.3 Considerações Gerais

Os parâmetros alterados durante os processos de filtração encontram-se resumidos na Tabela 7, em que se apresenta a tentativa inicial e o resultado que se mostrou mais eficiente.

Tabela 7: Resumo dos parâmetros alterados durante os experimentos

Parâmetro alterado	Tentativa Inicial	Tentativa Final
Tempo de passagem da suspensão	30 segundos	1 hora
Tempo de passagem de ar	30 segundos	1 hora
Lavagem da torta	SIM	NÃO
Concentração da Suspensão	Precipitação com água e ácido	Precipitação apenas com ácido
Quantidade de Placas	Cinco	Três

Somando as massas encontradas para cada amostragem a fim de obter uma massa única para cada *Scale-up*, têm-se os resultados obtidos na Tabela 8.

Tabela 8: Massa total obtida em cada Scale-up

Scale-up	Massa Final
A	334,96 gramas
B	455,51 gramas

Na precipitação utilizando solução ácida diluída, pode-se ter levado a um processo cinético mais lento de precipitação da macromolécula de lignina, com a neutralização das hidroxilas livres da sua estrutura, conduzindo a uma maior perda da sua estrutura solúvel. No caso da precipitação com o ácido não diluído, o alto rendimento obtido na recuperação da lignina tratada é coerente com resultados obtidos na literatura para baixas faixas de pH (SILVA, 2014), o que indica uma menor perda de lignina solúvel no processo.

No cálculo do rendimento, não se levou em conta a massa obtida na filtração a vácuo realizada com o restante do material que não era capaz de ser passado no

filtro-prensa. Contudo, a proporção desse material obtido pela filtração a vácuo era muito maior no *Scale-up B*, mantendo a linha de raciocínio.

Tabela 9: Porcentagem de massa recuperada em cada Scale-up

Scale-up	Massa de Lignina Inicial	Massa de Lignina Recuperada	Porcentagem Recuperada
A	900 gramas	334,96 gramas	37,22%
B	600 gramas	455,51 gramas	75,92%

Comparando o presente trabalho com aquele apresentado por Felipe Silva (SILVA, 2014), pôde-se observar que a filtração em filtro-prensa aparenta ser mais eficiente para uma escala industrial do que a filtração a vácuo, principalmente para suspensões envolvendo o sistema de suspensão lignina-ureia utilizado neste trabalho. Isso ocorre porque há a formação de uma película nos sistemas de filtração convencionais, tornando o processo de filtração muito mais trabalhoso, dispendioso e demorado.

5 CONCLUSÃO

O presente trabalho demonstrou que, para suspensões envolvendo o sistema de suspensão lignina-ureia utilizado, a filtração em filtro-prensa aparenta ser mais eficiente para uma escala industrial do que a filtração a vácuo, quando comparado com o trabalho apresentado por Felipe Silva (SILVA, 2014).

Os resultados obtidos no presente trabalho levaram a determinação, para o sistema reacional em tela, das melhores condições operacionais como sendo de: 1 hora de passagem de suspensão, 1 hora de passagem de ar para secagem e a utilização de três placas filtrantes.

Foi possível verificar que a forma de preparo da suspensão tem papel importante na seleção das condições operacionais, em virtude da concentração de sólidos na suspensão, evidenciada pela realização da precipitação em meio ácido difluído e não diluído.

No caso deste trabalho, o único mecanismo de passagem de ar para secagem que retornou um bom resultado foi a secagem via radial, devido à maneira como foi montado o equipamento utilizado.

5.1 Recomendações

- Recomenda-se que sejam analisadas as reações da torta com a água, após a filtração, para verificar se ocorrem reações paralelas que levariam à neutralização da amostra, observando também quais efeitos essas reações poderiam causar no produto final.
- Sugere-se avaliar também se a mudança do método de precipitação utilizado veio a alterar a estrutura e a massa molecular da lignina ao final do processo.

- Sugere-se que seja reavaliada a forma como foi montada a aparelhagem do filtro-prensa, a fim de diminuir a perda de potência do ar comprimido durante o percurso da tubulação, pela diminuição do número de nós no sistema de ar comprimido, tornando possível a secagem da torta de forma lateral, de modo a analisar se esse método de secagem seria mais eficiente.

REFERÊNCIAS

AJAO, O. *et al.* Green solvents-based fractionation process for kraft lignin with controlled dispersity and molecular weight. **Bioresource Technology**, v. 291, p. 121799, nov. 2019.

AZEVEDO, I. M. A. P. DE; CERQUEIRA, P. T. P. DE. **Eficiência de um filtro prensa e análise por campo de risco em uma estação de pré-tratamento de efluentes industriais.** 2018.

BARBOSA DOS REIS, A. B. *et al.* Predição Do Tempo De Realização De Experimento Em Filtro Prensa: Um Estudo A Partir De Dados Empíricos E Teóricos. **Revista Tecnológica**, v. 29, n. 2, p. 348–355, 25 mar. 2020.

BEHIN, J.; SADEGHI, N. Utilization of waste lignin to prepare controlled-slow release urea. **International Journal of Recycling of Organic Waste in Agriculture**, v. 5, n. 4, p. 289–299, dez. 2016.

BORGES, R. F. O. *et al.* **Reparameterization of static filtration model of aqueous-based drilling fluids for simultaneous estimation of compressible mudcake parameters.** Powder Technology, v. 386, p. 120–135, jul. 2021.

Columbec del Ecuador S.A. - Tecnidefensa S.A. **Filtros prensa: operación, aplicación.** Youtube, 8 jul. 2020. Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=rsKFB983mkc>>. Acesso em: 1 set. 2022

CRUZ, V. M. V.; DANGELO, J. V. H. **Determinação Do Teor De Lignina Total Em Amostras Do Processo De Extração Da Lignina Do Licor Negro.** p. 8, 2019.

DEEPA, A. K.; DHEPE, P. L. Lignin Depolymerization into Aromatic Monomers over Solid Acid Catalysts. **ACS Catalysis**, v. 5, n. 1, p. 365–379, 2 jan. 2015.

Facix Equipamentos para Mineração. **Como funciona um Filtro Prensa.** Youtube, 31 jan. 2019. Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=r-7DvwKk5qk>>. Acesso em: 1 set. 2022

Fanequipamentos Tanques Polipropileno. **Filtro Prensa - Funcionamento - Construção.** Youtube, 17 nov. 2014. Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=-5j3q65VLkA>>. Acesso em: 1 set. 2022

Filtro Prensa no tratamento de água e efluentes. Portal Tratamento de Água, 16 mar. 2017. Disponível em: <<https://tratamentodeagua.com.br/filtro-prensa-no-tratamento-de-agua-e-e%EF%AC%82uentes/>>. Acesso em: 7 dez. 2022

FRANÇA, S. C. A, MASSARANI, G. Capítulo 14 – Separação Sólido-Líquido. p. 595, 2018. Disponível em: <<https://www.cetem.gov.br/antigo/images/capitulos/2018/capitulo14.pdf>> Acesso em 1 set. 2022

LEGNER, Carla; **Filtro Prensa no tratamento de água e efluentes**, Revista Meio Filtrante, São Paulo, Edição Nº85, Março/Abril 2017. Disponível em: <<http://www.meiofiltrante.com.br/edicoes.asp?link=ultima&fase=C&id=1139&retorno=c>> . Acesso em: 07 dez. 2022

LI, J. *et al.* Alkali lignin depolymerization under eco-friendly and cost-effective NaOH/urea aqueous solution for fast curing bio-based phenolic resin. **Industrial Crops and Products**, v. 120, p. 25–33, set. 2018.

LI, M.-F. *et al.* **Characterization Of Extracted Lignin Of Bamboo (Neosinocalamus Affinis) Pretreated With Sodium Hydroxide/Urea Solution At Low Temperature.** p. 17, 2010.

LI, M.-F. *et al.* **Cold sodium hydroxide/urea based pretreatment of bamboo for bioethanol production: Characterization of the cellulose rich fraction.** *Industrial Crops and Products*, v. 32, n. 3, p. 551–559, nov. 2010.

LUCKMAN, S. S. *et al.* Influência da incorporação de lignina Kraft à resina ureia-formaldeído nas propriedades tecnológicas de painéis aglomerados convencionais. **Scientia Forestalis**, v. 49, n. 131, 1 set. 2021.

PEÇANHA, R. P. Capítulo 4 - Sistemas Particulados Concentrados. p. 140, 2014.

PRADO ALVES, G. *et al.* Construção de um módulo filtro prensa e avaliação do funcionamento por meio da eficiência de filtração. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 6, n. 4, p. 0474–0479, 21 out. 2020

PRISCILLA A VICTOR; GONÇALVES, S. B.; MACHADO, F. **Extração E Caracterização De Lignina Visando À Síntese De Compósitos Poliméricos.** . Em: 12º CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS. 2013.

RIVERA, F. F. *et al.* **The reaction environment in a filter-press laboratory reactor: the FM01-LC flow cell.** *Electrochimica Acta*, v. 161, p. 436–452, abr. 2015.

SADEGHIFAR, H.; RAGAUSKAS, A. Perspective on Technical Lignin Fractionation. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 8, n. 22, p. 8086–8101, 8 jun. 2020.

SILVA, F. S. D. **Obtenção de fibra de carbono a partir de lignina do bagaço de cana-de-açúcar.** p. 131, 2014.

SOUTO, F., CALADO, V. Mystifications and Misconceptions of Lignin: Revisiting Understandings, **Green Chem.** v. 21, p. 8172-8 2022.

SOUZA, E. F. *et al.* Enhancement of Kraft lignin molecular relaxation based on laccases from *Pycnoporus sanguineus* produced in instrumented bioreactors. **Biomass Conversion and Biorefinery**, 28 ago. 2021.

SOVRANI, A. *et al.* Projeto De Filtro Prensa Industrial Por Meio Da Filtração De Óxido De Cálcio Em Escala Piloto. p. 9, 2016.

SUNTI, Carla. **Aula prática filtro prensa.** Youtube, 15 jun. 2020. Disponível em: <<https://www.youtube.com/watch?v=sj5aYzXCztl>>. Acesso em: 1 set. 2022

THRING, R. W. Alkaline degradation of ALCELL® lignin. **Biomass and Bioenergy**, v. 7, n. 1–6, p. 125–130, jan. 1994

ZHU, H. *et al.* **Technical soda lignin dissolved in urea as an environmental friendly binder in wood fiberboard.** *Journal of Adhesion Science and Technology*, v. 28, n. 5, p. 490–498, 4 mar. 2014.