



República Federativa do Brasil  
Ministério da Economia  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102018068130-3 A2



(22) Data do Depósito: 06/09/2018

(43) Data da Publicação Nacional: 24/03/2020

(54) **Título:** CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E USO DO CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO

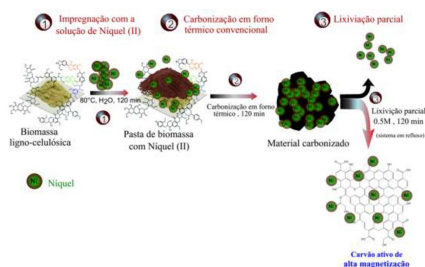
(51) **Int. Cl.:** B01J 20/20; B01J 20/28; B01J 20/02; B01J 20/30; C02F 1/28.

(52) **CPC:** B01J 20/20; B01J 20/28009; B01J 20/0225; B01J 20/3078; C02F 1/283.

(71) **Depositante(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL.

(72) **Inventor(es):** ÉDER CLAÚDIO LIMA; PASCAL SILAS THUE; SILVIO LUIS PEREIRA DIAS; CIBELE SANT`ANNA UMPIERRES; JANAÍNA BERNE DA COSTA; ANDERSON JOSÉ BARCELLOS LEITE; GABRIEL VANNI.

(57) **Resumo:** CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E USO DO CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente, um carvão ativado adsorvente de alta magnetização. O carvão ativado adsorvente de alta magnetização é produzido em uma única etapa de pirólise em forno térmico tubular convencional a partir de biomassa vegetal ligno-celulósica (serragem de madeira). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois componentes: biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado adsorvente e magnetização e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos emergentes de efluentes aquosos e/ou líquidos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental, Tratamento de Águas e de Materiais.



**Relatório Descritivo de Pedido de Patente de Invenção****CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E USO DO CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO****Campo da Invenção**

**[0001]** A presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente magnético denominado de carvão ativado de alta magnetização. O carvão ativado altamente magnético é produzido em uma única etapa de pirólise a altas temperaturas (etapas de carbonização térmica e ativação) utilizando um forno térmico tubular convencional a partir de biomassa vegetal ligno-celulósica. A produção desse material foi realizada utilizando apenas a biomassa vegetal ligno-celulósica (serragem de madeira) e o reagente químico cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado altamente magnético e o seu uso para a remoção de contaminantes emergentes orgânicos de mananciais e/ou efluentes aquosos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental, Tratamento de Águas e de Materiais.

**Antecedentes da Invenção**

**[0002]** Tradicionalmente, carvões ativados oriundos de matérias primas vegetais são preparados por técnicas de pirólise a altas temperaturas que muitas vezes ultrapassam os 1000°C. A técnica de pirólise a altas temperaturas possibilita a obtenção de quantidades de carvão ativado em grande escala e com um alto valor agregado, mas também com um alto custo para a sua produção. Além disso, o aumento dos custos de diferentes processos de tratamento de águas e/ou de gases onde são utilizados carvões ativados e que muitas vezes inviabiliza a recuperação e a reutilização desses materiais tem estimulado a pesquisa por novos protocolos e métodos de preparação desses materiais com características adsorventes e magnéticas. As técnicas atuais de preparação de carvões ativados baseiam-se em métodos físicos ou químicos

que utilizam quatro etapas sequenciais: a) processo de pré-tratamento da biomassa vegetal; b) uma etapa de pirólise a altas temperaturas em atmosfera inerte que compreende a etapa denominada de carbonização térmica (500°-700°C), seguida de uma etapa de ativação em temperaturas superiores (850°-1100°C) utilizando uma atmosfera oxidante (gás carbônico, ou vapor de água com gás carbônico), ou alternativamente fazendo a ativação química do precursor orgânico com cloreto de zinco e hidróxido de potássio, realizando apenas a primeira etapa de pirólise em atmosfera inerte; c) processo de resfriamento do material carbonizado até a temperatura ambiente. O carvão ativado é formado a partir de um processo de transferência de calor resultante de um mecanismo de condução ou convecção em que uma alta taxa de aquecimento conduz a formação de materiais micro-estruturados com características não homogêneas.

**[0003]** A busca na literatura científica e patentearia apontaram alguns documentos relevantes para a presente invenção, os quais serão descritos a seguir:

**[0004]** O documento CN 101830460 apresenta um método de preparação de carvão ativado magnético a partir de biomassa vegetal seca. De acordo com o método, a biomassa vegetal seca é misturada com solução de cloreto férrico de concentração de 5 à 50 g/L por um período de tempo de 3-5 horas, seca novamente, cortada em pedaços, colocada em tubo cerâmico e submetida a uma programação de temperatura em forno térmico tubular convencional para pirólise em altas temperaturas sob atmosfera inerte de gás nitrogênio. Na etapa de carbonização, a temperatura foi fixada em 350°C e na etapa de ativação a temperatura foi fixada em 850°C. As propriedades adsorventes do carvão ativado magnético foram testadas na adsorção do corante azul de metileno e Cr(VI). A parte do adsorvato que não foi retida no adsorvente foi determinada por espectrofotometria na região do visível para o corante azul de metileno e para os íons Cr(VI) foi utilizando a técnica de espectrometria de emissão atômica com plasma de argônio acoplado.

**[0005]** O documento WO201427953 relata um processo de preparação de carvões ativados magnéticos compreendendo as etapas de a) tratamento hidrotérmico de biomassa vegetal em solução aquosa, sob condições ácidas, pressão autógena, na presença de íons ferro, intervalo de temperatura de 180°C a 250°C, para a obtenção de um produto precursor; b) ativação do produto precursor obtido no passo a) utilizando um agente ativador em temperaturas entre 550°C e 850°C, por um período de até 9 horas. A invenção se refere ao carvão ativado magnético preparado de acordo com o referido processo e o uso do carvão ativado para separação e armazenamento de gases e purificação de líquidos. Além disso, a invenção relata um método de separação de partículas de um líquido e/ou de um gás e um método de regeneração do carvão ativado magnético por aquecimento usando um campo eletromagnético oscilante.

**[0006]** O documento CN104138743 descreve um método de preparação de um material carvão ativado magnético à base de algas. De acordo com o método, os processos de preparação e de magnetização são sincronizados em uma etapa única, não sendo necessárias etapas de pré-processamento e de pré-ativações convencionais como secagem, moagem, peneiração, lavagem, remoção de ativadores e outras similares. Essas etapas convencionais de pré-processamento e pré-ativação também não são necessárias após a etapa de carbonização. No processo de preparação, uma solução salina férrica é diretamente convertida em partículas nanométricas de óxido férrico as quais são carregadas na superfície do carvão ativado. A operação é considerada simples e fácil de realizar em um período curto de tempo, de baixo custo, e, a produção em grande escala pode ser alcançada devido ao fato de que as algas azuis são poluentes ambientais e a sua utilização no processo de preparação possibilita alcançar benefícios ambientais. O material de carvão ativado magnético à base de algas possui uma alta porosidade e alta área superficial específica, podendo adsorver eficientemente os corantes azul de metileno ou bisfenol A em águas residuais, tem superparamagnetismo, pode ser

rapidamente separado de um sistema de fase líquida após a adsorção e a sua reciclagem é facilitada.

**[0007]** O documento CN103316636 um método para a preparação de carvão ativado magnético baseado em biomassa vegetal. De acordo como o método, o carvão ativado preparado a partir da biomassa vegetal é misturado com solução ou fluido magnético por processos físicos e químicos. A solução ou fluido magnético é constituído por óxido de ferro em dimensão nanométrica obtido por método de co-precipitação ou por método catalítico sendo o componente óxido de ferro (magnetita) adsorvido pela biomassa vegetal durante a mistura. O carvão ativado magnético é obtido após carbonização da mistura resultante em forno de micro-ondas sob atmosfera inerte de gás nitrogênio.

**[0008]** O documento CN106824095 descreve um método para a produção de carvão ativado magnético a partir de serragem de madeira. O carvão ativado magnético foi obtido pela tecnologia de produção em uma etapa única denominada “*one-shot*” que compreende a ativação pela técnica de pirólise da biomassa vegetal com sincronização magnética completa. O método propõe resolver o problema de fechamento ou entupimento dos poros e diminuir o consumo de energia. Os aditivos magnéticos para a ligação orgânica do carvão vegetal foram incorporados no interior do carbono ativado resultando em um melhor desempenho do carvão ativado magnético quanto ao processo de adsorção. Como agente aditivo magnético foi utilizado acetilacetato de ferro e como surfactante catiônico, cloreto de cetilmetilamônio.

**[0009]** O documento CN101847481 refere-se a um novo processo para a preparação de carvão ativo com uma estrutura denominada núcleo-concha C-Fe, utilizando biomassa vegetal (palha ou serragem de madeira). O processo propõe minimizar as dificuldades no processo de preparação, o alto custo e alto preço do carvão ativo núcleo-concha tradicional utilizando um protocolo em uma única etapa que consiste em submeter os resíduos de biomassa vegetal as seguintes etapas sequenciais: aquecimento, carbonização, ativação e

magnetismo. Os pontos principais do processo consistem em selecionar um agente ativador apropriado, controlar o sistema de aquecimento e de carbonização em atmosfera carbonizante e, garantir que o carvão ativo seja completamente revestido de ferro no processo de produção. O carvão ativo resultante apresentou uma alta área específica, alto volume de poros e de intensidade magnética e, estrutura em núcleo-concha C-Fe. Foi observado que após o carvão ativo ser fortemente encharcado com solução de sal Peter com concentração de 2 mol/L por duas horas, o magnetismo não foi perdido e o produto pode ser usado em soluções fortemente ácidas.

**[0010]** O documento CN103736457 relata um método de preparação de um carvão ativado magnético com  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . De acordo com a invenção, a biomassa vegetal residual é de baixo custo e facilmente disponível resultando em uma produção de carvão ativado magnético de baixo custo. O carvão ativado pode ser reciclado evitando uma poluição secundária e o método de preparação também tem um significado importante na eliminação da poluição secundária. O carvão ativado é preparado em uma única etapa combinando três processos que incluem carbonização, ativação e magnetização. O carvão ativado magnético apresenta vantagens adicionais como alta área superficial específica e alta de poros, boas propriedades de adsorção, intensidade magnética apropriada e propriedades magnéticas estáveis.

**[0011]** O documento CN103585956 descreve o método de preparação de um carvão ativado à base de lignina. O método compreende as seguintes etapas: agitação em suspensão aquosa de lignina, de um agente ativante químico e um aditivo magnético para formação de uma pasta uniformemente misturada; seguido de uma etapa de secagem; e posteriormente uma carbonização em forno convencional; ativação no intervalo de temperatura de 650–850°C durante 30-180min; resfriamento; lavagem sequencial com ácido diluído e água até pH 6-8; secagem e, finalmente, moagem até a obtenção do carvão ativado magnético à base de lignina. De acordo com a invenção, a combinação de uma tecnologia de preparação e de funcionalização magnética para carvão ativado

pode ser realizada através de processo de preparação em uma única etapa com o uso de um agente ativante ambientalmente correto. O carvão ativado magnético resultante apresenta uma maior área superficial específica, excelente propriedade de adsorção, e suficiente estabilidade e intensidade magnética.

**[0012]** O documento CN105709691 descreve um método de preparação de um carvão ativado magnético. O método inclui as seguintes etapas: aparas de bambu, ácido láurico,  $K_2CO_3$ ,  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ,  $H_2O_2$  e água, misturados por 12-24 horas de acordo com a relação em massa de 1:(0,1-0,5):(10-50):(10-50):(10-50):(100-500), tratamento com banho ultra-sônico por 30-120min, e, secagem para a obtenção de uma mistura A. A mistura A é transferida para um reator autoclave sob alta pressão (0,01-0,05 mPa) que é colocado em um forno de microondas com potência de 200-1000W sob aquecimento durante 60-200 segundos, para obtenção da mistura B; finalmente, na etapa de filtração e secagem, a mistura B é colocada em um sistema de filtração contendo uma película (membrana) de 0,2  $\mu m$  de PTFE e o conjunto resultante, mistura B e película de PTFE, é colocada para secar à temperatura de 80-150°C por 20-200 min para obtenção do carvão ativado magnético. No processo de ativação do carvão ativado, as partículas  $Fe_3O_4$  geradas entram na estrutura de carvão ativado desenvolvendo a propriedade magnética do material, contornando também o defeito de desengate das partículas magnéticas.

**[0013]** O documento CN104028221 descreve a preparação de um carvão ativado magnético a partir das seguintes matérias primas: esterco de vaca, lodo, cultura de palha, carvão em pó e materiais magnéticos em uma relação em massa de (20-30):(10-20):(60-80):(20-30):(20-30), respectivamente. O processo envolve as seguintes etapas: lavagem das matérias primas estrume de vaca e do lodo, filtração e secagem; pesagem das matérias-primas em partes por massa e mistura e tratamento com solução de KOH; lavagem do material resultante com água destilada até solução neutra. O carvão ativado magnético foi obtido em forno de micro-ondas fazendo uma primeira ativação

com potência de 800W por 15 minutos seguida de uma segunda ativação com uma potência de 900W por 10 minutos.

**[0014]** O documento CN104307474 relata um método de preparação de carvão ativado magnético à base da biomassa vegetal de eucaliptos. O método de preparação seguiu as seguintes etapas: (1) corte da biomassa vegetal eucaliptos em pedaços, lavagem, secagem, carbonização, moagem e peneiração (peneira de malha 60); - (2) pesagem e mistura do eucalipto carbonizado com  $K_2CO_3$  e  $FeCl_3$  numa proporção em massa de 1 : (0,5-1) : (0,5-2), adição de água deionizada em uma proporção de 10 mL água deionizada para 1 g de eucalipto carbonizado; - (3) agitação e mistura uniforme do sistema à temperatura constante de 55°C por 4-7 horas e a velocidade rotativa de 100-150 rotações/min, colocação da mistura em um forno elétrico à 110°C e secagem por 8 a 12 horas seguida de colocação do material em um forno de mufla de 600-900°C para ativação por 60-120min; - (4) lavagem com água desionizada até o pH do líquido de lavagem chegar a 6-8, secagem, moagem e peneiração em peneira de malha de 100 mesh para obter o carvão ativo magnético à base de eucalipto carbonizado. O método de preparação apresenta como vantagens a abundância da matéria-prima, processo de preparação considerado simples, baixo custo e baixo consumo de energia. O carvão de eucalipto pode ser ativado, magnetizado e obtido em uma única etapa de aquecimento. O carvão ativo magnético à base de eucalipto foi fácil de separar e reciclar quando aplicado a um tecnologia de tratamento de água sendo que a poluição secundária é evitada e a proteção ambiental é facilitada.

**[0015]** O documento CN106698422 descreve um método de produção de um carvão ativado magnético com casca de torreyia conforme as seguintes etapas: - (1) limpeza das cascas de torreyia e secagem a peso constante; - (2) moagem e pulverização das cascas de torreyia até diâmetros de 3 - 4mm; (3) mistura do material pulverizado com soluções aquosas de  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ,  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$  e NaOH em frasco Erlenmeyer; - (4) agitação; - (5) secagem a peso constante, seguida de colocação em um tubo de quartzo para carbonização sob atmosfera



de nitrogênio; - (6) tratamento do material com HCl 1mol.L<sup>-1</sup>, filtração e lavagem com água destilada até a solução tornar-se neutra resultando o carvão ativado magnético de casca de torreyia. O presente método utilizando cascas de torreyia para a produção de carvão ativado magnético é considerado de fácil em operação, de baixo custo e ambientalmente amigável.

**[0016]** Assim, do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos de anterioridade que revelem ou que sugiram os ensinamentos da presente invenção de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da arte da técnica. O único trabalho que se depreende na literatura é da nossa autoria, porém relacionado à produção de carvão ativado adsorvente e de alta magnetização obtido por pirólise assistida por irradiação micro-ondas. No entanto, as propriedades físico-químicas bem como as propriedades magnéticas são completamente diferentes dos materiais produzidos e descritos na presente invenção.

### **Sumário da Invenção**

**[0017]** A obtenção de carvões ativados adsorventes e de alta magnetização a partir de biomassa vegetal ligno-celulósica (serragem de madeira ou qualquer outro resíduo vegetal) combinada com um sal de cloreto de níquel(II) utilizando forno térmico tubular convencional em uma única etapa de pirólise ainda não foi relatada em trabalhos publicados na comunidade científica.

**[0018]** Os documentos de patentes acima citados diferem da presente invenção fundamentalmente devido aos protocolos ou procedimentos mais complicados e laboriosos que exigem um maior número de etapas para a preparação de laboriosos materiais precursores com propriedades magnéticas na forma de soluções, fluídos ou agentes magnéticos; preparação de misturas reacionais mais complexas necessitando dois ou mais reagentes para transformação da biomassa vegetal residual; adição de soluções alcalinas tais como NaOH ou KOH para ajuste de pH ou para a realização de reações de precipitação de espécies que apresentam propriedades magnéticas; utilização

de carvões ativos comerciais preparados industrialmente que usualmente são utilizados para modificações superficiais.

**[0019]** O que torna a presente invenção altamente atraente é a possibilidade de aplicação do protocolo ou método desenvolvido para qualquer biomassa vegetal residual abundante e disponível na natureza cuja fonte é renovável, de baixo custo, ambientalmente correta e sem a ocorrência de danos ao seu local de origem ou de onde foi coletada. O sal inorgânico cloreto de níquel(II) é considerado um reagente de baixo custo e de alta solubilidade em solução aquosa, reduzindo drasticamente os custos da metodologia descrita na presente invenção.

**[0020]** Além disso, os carvões ativados adsorventes e de alta magnetização preparados na presente invenção apresentam grandes vantagens tais como alta área superficial específica e razoável porosidade, excelentes propriedades de adsorção, alta estabilidade e intensidade magnética, tornando-os materiais excelentes para serem preparados em grande escala inclusive industrialmente e com condições de serem utilizados em processos de tratamento de efluentes aquosos industriais e na descoloração de águas potáveis para a remoção de contaminantes orgânicos emergentes tais como fármacos, hormônios, fenóis, pesticidas, compostos orgânicos utilizados no preparo de produtos de cuidados e higiene pessoal, retardantes de chamas entre outros e/ou contaminantes inorgânicos como cátions metálicos e ânions inorgânicos. Além disso, esses materiais também podem ser aplicados em processos catalíticos, como semicondutores ou em processos de purificação e separação de gases oriundos de plantas industriais.

**[0021]** Outra vantagem adicional da presente invenção é que o carvão ativado adsorvente e de alta magnetização é obtido a partir apenas da biomassa vegetal (serragem de madeira) que é um resíduo sem valor agregado, e ainda de uma única solução aquosa de cloreto de níquel(II). A mistura desses dois componentes em proporções adequadas e definidas é realizada por agitação mecânica resultando na formação de uma pasta espessa e de aspecto

homogêneo onde o sal metálico encontra-se altamente disperso na biomassa vegetal. Adicionalmente a metodologia possibilita a redução das quantidades dos dois materiais precursores utilizados bem como facilidade de preparação da pasta; a pasta pode ser preparada de forma rápida em qualquer quantidade ou proporção em massa dos dois componentes precursores. A obtenção do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização durante a etapa de pirólise (carbonização térmica) no forno térmico tubular convencional ocorre em uma única etapa.

**[0022]** A presente invenção descreve a preparação de um novo carvão ativado adsorvente e de alta magnetização. O carvão ativado adsorvente e de alta magnetização é produzido em uma única etapa de pirólise em forno térmico tubular convencional a partir de biomassa vegetal residual combinada com sal de cloreto de níquel(II). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois materiais: biomassa vegetal de origem ligno-celulósica (serragem de madeira ou outro resíduo vegetal) e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado de alta magnetização e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos emergentes tais como fármacos e fenóis e na descoloração de efluentes aquosos preparados sinteticamente. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental, Tratamento de Águas e de Materiais.

**[0023]** Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um carvão ativado adsorvente e de alta magnetização compreendendo pelo menos uma biomassa vegetal ligno-celulósica e pelo menos um sal de cloreto de níquel(II).

**[0024]** Em um segundo objeto a presente invenção apresenta um processo de obtenção do adsorvente de carvão ativado e de alta magnetização a partir de biomassa vegetal ligno-celulósica e sal de cloreto de níquel(II).

**[0025]** Em um terceiro objeto a presente invenção apresenta o uso do dito carvão ativado adsorvente e de alta magnetização como material adsorvente para remoção de contaminantes orgânicos emergentes (corantes, fármacos, hormônios, fenóis, pesticidas, retardantes de chamas, produtos componentes

de materiais de cuidados pessoais, íons inorgânicos entre outros) e na descoloração de efluentes aquosos preparados sinteticamente.

**[0026]** Em um quarto objeto, a presente invenção apresenta um carvão ativado adsorvente e de alta magnetização que pode ser obtido a partir de qualquer biomassa vegetal de origem ligno-celulósica e cloreto de níquel(II).

**[0027]** Ainda, o conceito inventivo comum a todos os contextos de proteção reivindicados é o processo de obtenção de carvão ativado adsorvente e de alta magnetização a partir de biomassa vegetal residual e cloreto de níquel(II) e sua aplicação em sistemas de tratamento de água.

**[0028]** Este e outros objetos da invenção serão imediatamente valorizados pelos versados na arte, e serão descritos em detalhes suficientes para sua reprodução na descrição a seguir.

#### **Breve Descrição das Figuras**

**[0029]** Com o intuito de melhor definir e esclarecer o conteúdo do presente pedido de patente são apresentadas aqui as figuras do invento:

**[0030]** A Figura 1 mostra o esquema geral da preparação dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização designados de NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0 obtidos da mistura de biomassa vegetal residual e cloreto de níquel(II) e processo de pirólise (carbonização e ativação).

**[0031]** A Figura 2 mostra as curvas de saturação magnética dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização designados de NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0.

**[0032]** A Figura 3 mostra o espectro vibracional na região do infra-vermelho com transformada de Fourier (FTIR) para os carvões ativados adsorventes e de alta magnetização designados de NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0.

**[0033]** A Figura 4 mostra as curvas de adsorção e dessorção de N<sub>2</sub> para as amostras de carvões ativados adsorventes e de alta magnetização designados de NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0.

**[0034]** A Figura 5 mostra as curvas de análise termogravimétrica para TGA

para as amostras de carvões ativados adsorventes e de alta magnetização designados de NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0.

### **Descrição Detalhada da Invenção**

**[0035]** O presente pedido de patente refere-se ao desenvolvimento de carvões ativados adsorventes e de alta magnetização preparados a partir de biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica sendo serragem de madeira ou qualquer outro resíduo vegetal impregnados com cloreto de níquel(II) aqui denominados de NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0 e NiCC<sub>7</sub>-1.0; esses materiais carvões ativados foram utilizados como materiais adsorventes de contaminantes emergentes orgânicos (corantes, fármacos, hormônios, fenóis, pesticidas, retardantes de chamas, produtos componentes de materiais de cuidados pessoais, íons inorgânicos entre outros) e de efluentes aquosos preparados sinteticamente.

**[0036]** A obtenção dos respectivos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização ocorre em uma única etapa de pirólise em forno térmico tubular convencional. O protocolo completo de preparação dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização envolve três etapas (Figura 1):

- impregnação da biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica sendo serragem de madeira ou qualquer outro resíduo vegetal com a solução de cloreto de níquel(II) para a formação de uma pasta espessa e com alta homogeneidade;

- ciclo de pirólise (carbonização térmica e ativação) da pasta em forno térmico tubular convencional;

- lixiviação parcial dos compostos de níquel(II) com soluções HCl 0,5mol/L ou 1,0mol/L.

**[0037]** Durante a fase de impregnação, a biomassa vegetal residual ligno-celulosica (serragem de madeira) ou qualquer resíduo vegetal deve ser misturado continuamente com uma solução contendo cloreto de níquel(II), cuja massa em níquel(II) é perfeitamente conhecida, para a obtenção de uma pasta

homogênea à 80°C por 120 minutos. A mistura biomassa vegetal e solução de níquel(II) é agitada mecanicamente de forma a minimizar a resistência natural da biomassa vegetal bem como para garantir uma mistura reacional completa e homogênea entre a biomassa vegetal e o cátion metálico níquel(II). Essa condição permite uma forte interação entre o cátion metálico e a biomassa vegetal.

**[0038]** O composto contendo níquel(II) tem a função de proporcionar ao carvão ativo resultante uma alta área superficial específica, porosidade e intensas propriedades magnéticas além de contribuir para a transferência de calor durante a pirólise no forno térmico tubular convencional. O metal níquel usualmente exibe taxa de condução de calor relativamente alta ( $90 \text{ W m}^{-1}\text{°C}^{-1}$ ). Durante a etapa de pirólise (carbonização térmica e ativação) ocorrem diversas reações entre a biomassa vegetal e o cátion metálico níquel(II). Isso pode explicar o fato do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização resultante após a lixiviação parcial com HCl apresentar altas e estáveis intensidades magnéticas ( $M_s = 7,02, 5,33, 16,46$  e  $14,60 \text{ emu g}^{-1}$  para NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0 respectivamente).

**[0039]** Em um primeiro objeto, a presente invenção apresenta um carvão ativado adsorvente e de alta magnetização compreendendo pelo menos uma biomassa vegetal e pelo menos um sal de cloreto de níquel(II).

**[0040]** Em uma concretização o carvão ativado adsorvente e de alta magnetização possui porosidade na faixa de 1,2 nm (nanômetros).

**[0041]** Em um segundo objeto, a presente invenção apresenta um processo de obtenção do adsorvente de carvão ativado e de alta magnetização, em uma única etapa compreendendo as etapas de:

- a) trituração, moagem e peneiração de biomassa residual de origem vegetal ligno-celulósica;
- b) adição de solução aquosa de cloreto de níquel(II) à biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica (a);
- c) agitação mecânica da mistura (a) e (b) para a obtenção de uma pasta;

- d) secagem da pasta formada na etapa (c);
- e) pirólise (500°-850°C) da pasta colocada em um tubo de quartzo (reator), o qual é inserido em um forno térmico tubular convencional sob atmosfera inerte;
- f) lixiviação parcial do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização formado na etapa (e);
- g) filtragem e lavagem com água destilada em abundância até pH aproximadamente 6-7;
- h) secagem do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização;
- i) Peneiração do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização.

**[0042]** Em uma concretização do processo, a biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica da etapa (a) é peneirada a 300 µm (micrômetros).

**[0043]** Em uma concretização do processo, a proporção em massa de biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica: sal cloreto de níquel(II) está na faixa de 0,5:1 a 1:1.

**[0044]** Em uma concretização do processo, a agitação mecânica da etapa (c) ocorre a 70-90°C por 120-150 minutos.

**[0045]** Em uma concretização do processo, a etapa de secagem (d) ocorre em estufa a 70-90°C por 240-720 minutos.

**[0046]** Em uma concretização do processo, o ciclo completo da pirólise (carbonização térmica) da pasta na etapa (e) ocorre a temperatura, de 500°C a 850°C por 30-150 minutos, sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 150-200 mL.min<sup>-1</sup>.

**[0047]** Em uma concretização, o processo compreende o tempo total de resfriamento do sistema reacional na etapa (e) ocorre por 60-75 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 50-150mL.min<sup>-1</sup>.

**[0048]** Em uma concretização do processo, a lixiviação parcial do carvão ativado de alta magnetização obtido na etapa (f) é realizada com HCl na faixa de concentração entre 0,5 à 3,0 mol/L sob refluxo por 2-4 horas.

**[0049]** Em uma concretização do processo, a filtragem e lavagem do carvão

ativado de alta magnetização da etapa (g) ocorre com água destilada em abundância até o pH estar na faixa entre 6 e 7.

**[0050]** Em uma concretização do processo, a secagem do carvão ativado de alta magnetização na etapa (h) ocorre a 90°-110°C por 12-24 horas.

**[0051]** Em uma concretização do processo, a peneiração do carvão ativado de alta magnetização na etapa (i) ocorre em peneira  $\leq 53 \mu\text{m}$ .

**[0052]** Em uma concretização do processo, a biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica pode ser selecionada entre vegetais não lenhosos, vegetais lenhosos, resíduos orgânicos ou resíduos agropecuários.

**[0053]** Em uma concretização do processo, os ditos vegetais não lenhosos podem ser selecionados entre bagaço de cana-de-açúcar, carroço de pêsego, caroço de abacate, caroço de tucumã.

**[0054]** Em uma concretização do processo, os ditos vegetais lenhosos podem ser selecionados entre vegetais de florestas nativas ou madeiras de árvores.

**[0055]** Em uma concretização do processo, os ditos resíduos orgânicos serem selecionados entre cascas e sementes de frutas. Em uma concretização do processo, os ditos resíduos agropecuários serem folhas e caules oriundos de cultivares anuais e/ou sazonais.

**[0056]** Em uma concretização do processo, a biomassa vegetal residual ligno-celulósica da etapa (a) é serragem de madeira ou qualquer resíduo de origem vegetal. Em um terceiro objeto, a presente invenção apresenta o uso do dito carvão ativado adsorvente e de alta magnetização por ser aplicado como material adsorvente de contaminantes emergentes orgânicos (fármacos, hormônios, fenóis, pesticidas, retardantes de chamas, produtos componentes de materiais de cuidados pessoais), íons inorgânicos, de efluentes aquosos.

**[0057]** Em uma concretização do uso, os ditos efluentes aquosos são efluentes aquosos preparados sinteticamente.

**[0058]** Em uma concretização do uso, o dito carvão ativado adsorvente e de alta magnetização obtido é aplicado na descoloração de águas potáveis.

**[0059]** A biomassa vegetal de origem ligno-celulósica da presente invenção, é



definida aqui por ser selecionada entre vegetais não lenhosos como capins ou gramíneas forrageiras oriundos de cultivos anuais ou sazonais (cana-de-açúcar, arroz, milho, mandioca, entre outros); vegetais lenhosos oriundos de florestas nativas ou plantadas como madeiras obtidas a partir de árvores (serragem de madeira); resíduos orgânicos como cascas e sementes de frutas tais como caroço de pêssigo, caroço de abacate caroço de tucumã, entre outras; e resíduos agropecuários constituídos basicamente de palhas (folhas e caules) oriundos de cultivares anuais e/ou sazonais.

### **Exemplos**

#### **Exemplo 1:**

##### **Realização preferencial**

**[0060]** Como apresentado na Figura 1, uma quantidade fixa de biomassa vegetal residual (serragem de madeira) de 100,0 gramas com dimensões menores que 300  $\mu\text{m}$  (micromêtros), após ter sido triturada, moída e peneirada em uma peneira de 300  $\mu\text{m}$  (micromêtros), foi adicionada em uma solução aquosa de cloreto de níquel(II) de concentração conhecida, considerando as seguintes proporções em massa por massa de biomassa vegetal residual (serragem de madeira) e sal cloreto de níquel(II): 0,5:1 e 1:1 (m/m). O sistema reacional foi misturado sob agitação mecânica à 80°C por 120 minutos para a obtenção de uma pasta com impregnação completa do cloreto de níquel(II) na biomassa vegetal residual. Essa pasta foi seca em estufa à 90°C por 720 minutos e posteriormente colocada dentro de um tubo de quartzo, que foi inserido em um forno térmico tubular convencional para pirólise completa da pasta (carbonização térmica). O processo de pirólise para obtenção do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização foi realizada à temperatura de 600°C e 700°C por 120 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 150 mL.min<sup>-1</sup>. O resfriamento do sistema reacional após a pirólise ocorreu em 60 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 80 mL.min<sup>-1</sup>. Em seguida, o carvão ativado adsorvente e de alta magnetização pirolisado foi

lixiviado parcialmente com HCl 0,5mol/L e/ou HCl 1,0mol/L sob refluxo por 2 h para completar o processo de ativação química, filtrado e lavado com água destilada até pH aproximadamente 6-7. Finalmente, o carvão ativado adsorvente e de alta magnetização foi seco à 105°C por 24 horas e peneirado em peneira para redução das dimensões abaixo 53 µm (micromêtros).

**[0061]** A Figura 2 apresenta curvas de saturação magnética dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização. As curvas de magnetização foram obtidas à temperatura ambiente. Os resultados das curvas de magnetização indicaram que os carvões ativados apresentaram índices de coercitividade baixos ( $H_c = 71,58; 33,72; 52,49$  e  $38,44$  Oe) e de remanescência ( $M_r = 0,031$  e  $0,0189; 0,0269$  e  $0,0271$  emu.g<sup>-1</sup>), sugerindo que os carvões ativados obtidos são materiais altamente magnéticos. Além disso, pode ser observado que a alça de histerese magnética e a saturação de magnetização alcançaram altos valores de  $M_s = 7,02; 5,33; 16,46$  e  $14,60$  emu.g<sup>-1</sup> para NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0, respectivamente. Esses valores são muito relevantes e mais altos que os materiais apresentados em patente de nossa autoria “*Carvão ativado magnético, processo de obtenção e aplicação do mesmo*”, número de registro BR10201603035, número de depósito PCT: 870160078447, depositada em 2016 no Instituto Nacional da Propriedade Industrial - INPI, e compatíveis com trabalhos apresentados na literatura de XUE *et al.*, “*Synthesis and characterization of superparamagnetic activated carbon adsorbents based on cyanobacteria*”, *Materials Chemistry and Physics*, 163 (2015) 407- 415; de KYZAS *et al.*, “*Magnetic modification of microporous carbon for dye adsorption*”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 430 (2014) 166-173; ZHU *et al.*, “*Novel and high-performance magnetic carbon composite prepared from waste hydrochar for dye removal*”, *ACS Sustain. Chem. Eng.* 2 (2014) 969-977. Nesses trabalhos citados, o processo de preparação dos carvões ativados magnéticos foi realizado em várias etapas, incluindo as etapas de carbonização térmica e ativação em forno térmico convencional e utilizando diferentes sais de ferro como agentes

ativadores na etapa inicial de impregnação e ativação. Na presente invenção, o processo foi simplificado para apenas uma única etapa, utilizando somente o sal inorgânico cloreto de níquel(II) como agente ativador.

**[0062]** A Figura 3 apresenta um espectro vibracional na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para a caracterização química dos grupos funcionais na superfície dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0. De uma forma geral, os espectros vibracionais na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) apresentam praticamente os mesmos grupos funcionais em todos os carvões ativos adsorventes e altamente magnéticos independente da razão biomassa vegetal: cloreto de níquel(II) utilizada na preparação desses materiais como também da temperatura de pirólise empregada. As bandas largas em torno de 3435cm<sup>-1</sup> são atribuídas aos grupamentos OH ou a vibração -NH dos grupos hidroxila e amina, respectivamente. A banda em 2925cm<sup>-1</sup> é atribuída ao estiramento C-H e a banda em 2852 cm<sup>-1</sup> pode ser atribuída ao estiramento C-H de grupo metoxila (O-CH<sub>3</sub>). Esses picos foram os mesmos observados para todos os carvões ativados conforme encontrados no espectro da biomassa. Também foram encontradas as bandas entre 1610-1560cm<sup>-1</sup> correspondem aos modos vibracionais do anel aromático C=C; a banda em 1384cm<sup>-1</sup> corresponde à vibração de deformação do grupo metila (-CH<sub>3</sub>) ligado em anel aromático; as bandas entre 1117-1113cm<sup>-1</sup> corresponde a banda β-O-4 ou C-O de éter. As bandas de estiramento O-C de álcoois apareceram no intervalo de 1038 à 1043cm<sup>-1</sup> e as bandas de deformação de -NH de aminas ou de deformação -CH fora do plano de anéis aromáticos aparecem no intervalo de 869-805cm<sup>-1</sup>. O pico largo de 661-640cm<sup>-1</sup> pode ser atribuído a vibração de estiramento da ligação Ni-O.

**[0063]** Os parâmetros de textura dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização obtidos em forno térmico tubular convencional apresentam alta área superficial específica e microporosidade são mostrados na Tabela 1. Além

disso, nas Figuras 4 e 5 são apresentadas as curvas de adsorção e dessorção de N<sub>2</sub> e a distribuição de tamanho de poros (D<sub>p</sub>) das amostras do carvão ativado adsorvente e altamente magnético previamente lixiviado com HCl 0,5mol/L. As isotermas de adsorção de N<sub>2</sub> mostram ser uma combinação das isotermas de adsorção do tipo I e do tipo II mostrando um aumento significativo na adsorção para baixos valores de P/P<sub>0</sub>(<0.1), um largo Joelho e um longo patamar para P/P<sub>0</sub> ≈ 0.8 e uma cauda estendida. De acordo com a classificação da IUPAC, esse comportamento de adsorção implica que as amostras dos carvões ativados adsorventes e altamente magnéticos NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0 e NiCC<sub>7</sub>-1.0 apresentam estruturas porosas formadas por microporos e mesoporos além de uma área superficial externa relativamente pequena. Os diâmetros médios dos poros (D<sub>p</sub>) confirmam que todos os carvões ativados adsorventes e magnéticos sintetizados são essencialmente microporosos com valores de D<sub>p</sub>≈1,2nm.

**Tabela. 1:** Propriedade texturais dos carvões ativados e de alta magnetização

Amostra	S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> )	V <sub>mic</sub> (cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	D <sub>p</sub> (nm)
NiCC <sub>6</sub> -0.5	489	0,181	1,18
NiCC <sub>7</sub> -0.5	515	0,194	1,18
NiCC <sub>6</sub> -1.0	425	0,145	1,18
NiCC <sub>7</sub> -1.0	428	0,145	1,18

**[0064]** Os resultados obtidos a partir da análise elementar para os quatro carvões ativados adsorventes e de alta magnetização são apresentados na Tabela 2. Comparados com o material precursor, a biomassa vegetal residual serragem de madeira, todos os quatro carvões ativados sintetizados exibiram uma quantidade elevada em carbono e pequena quantidade em oxigênio e hidrogênio. Inicialmente, a serragem de madeira exibiu 46,16% em carbono, 6,17% em hidrogênio e 37,03% em oxigênio. No entanto, após o processo de

pirólise (carbonização térmica) em forno térmico tubular convencional à 600°C e 700°C e lixiviação parcial com HCl 0,5mol.L<sup>-1</sup>, o teor de carbono aumentou para 57,00 - 68,69%, enquanto que o teor de hidrogênio e oxigênio diminuiu para 1,30 - 2,13% e 0,67 - 8,07%, respectivamente, nos carvões ativados adsorventes e altamente magnéticos. Esses resultados indicam que a temperatura de pirólise não tem influência significativa na composição elementar dos carvões ativados adsorventes e altamente magnéticos. Portanto, a diminuição do teor do carbono e do teor de oxigênio à medida que a razão foi aumentando de 0,5 para 1,0, também é independente da temperatura de carbonização.

**Tabela 2:** Composição elementar dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização.

<b>Carvões ativados</b>	<b>C (%)</b>	<b>H (%)</b>	<b>N (%)</b>	<b>O* (%)</b>	<b>Cinzas (%)</b>
<b>NiCC<sub>6</sub>-0.5 (600°C)</b>	68,13	2,13	0,12	5,89	23,74
<b>NiCC<sub>7</sub>-0.5 (700°C)</b>	68,70	1,82	0,02	8,07	21,40
<b>NiCC<sub>6</sub>-1.0 (600°C)</b>	57,00	1,55	0,075	1,79	39,59
<b>NiCC<sub>7</sub>-1.0 (700°C)</b>	58,52	1,30	0,03	0,67	39,49

[0065] A Figura 6 apresenta as curvas termogravimétrica (TGA) para os carvões ativados adsorventes e de alta magnetização NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0, e NiCC<sub>7</sub>-1.0. As análises foram realizadas sob atmosfera de N<sub>2</sub> (temperatura até 800°C) e de ar (temperatura de 800°C até 1000°C) para o teor de cinzas. Pode ser observado que os carvões ativados adsorventes e altamente magnéticos são muito estáveis a elevadas temperaturas sugerindo que esses materiais poderão ser utilizados em processos industriais que requerem altas temperaturas. A perda total de massa até 1000°C sob atmosfera de N<sub>2</sub> foi de 76,26%; 78,60%, 60,41% e 60,41% para NiCC<sub>6</sub>-0.5,

NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0 e NiCC<sub>7</sub>-1.0, respectivamente. Observa-se na Figura 6 que até aproximadamente 260-270°C, ocorre apenas perda de umidade desses carvões ativados, mostrando serem termicamente estáveis em elevadas temperaturas.

### Exemplo 2: Teste de adsorção

**[0066]** No intuito de avaliar a eficiência dos carvões ativados adsorventes e de alta magnetização preparados em forno térmico tubular convencional, NiCC<sub>6</sub>-0.5, NiCC<sub>7</sub>-0.5, NiCC<sub>6</sub>-1.0 e NiCC<sub>7</sub>-1.0, foi realizado um teste de adsorção de vários fármacos e fenóis que podem estar presentes em efluentes aquosos. As Tabelas 3 e 4 apresentam os testes de adsorção de fenóis e fármacos com os quatro carvões ativados e altamente magnéticos preparados. Pode-se perceber uma alta capacidade de remoção dos compostos orgânicos, tanto pelo material pirolisado a 600°C como pelo material pirolisado a 700°C e tratado com HCl 0,5mol.L<sup>-1</sup>, fazendo deles excelentes candidatos para futuras aplicações em tratamentos de água e efluentes industriais.

**Tabela 3:** Teste de adsorção dos fenóis com o carvão magnético.

Carvões ativados	Quantidade adsorvida q <sub>e</sub> (mg.g <sup>-1</sup> )								
	2- Nitro- fenol	O-Cre- sol	4-Nitro- fenol	Pirocate- col	Hidroqui- nona	2-Naftol	Timol	1- Naftol	met-oxi- nol
NiCC <sub>6</sub> - 0.5	299,07	178,82	261,64	231,71	305,05	317,73	289,12	317,7 3	267,96
NiCC <sub>7</sub> - 0.5	307,43	201,56	266,03	209,72	307,98	319,28	301,49	319,2 9	277,17
NiCC <sub>6</sub> - 1.0	283,39	105,30	181,08	126,65	142,59	83,89	82,64	30,98	133,89
NiCC <sub>7</sub> - 1.0	311,53	278,71	193,66	132,09	189,72	115,78	132,19	56,76	144,82

**Tabela 4:** Teste de adsorção dos fármacos com o carvão magnético.

Amostra	Quantidade adsorvida $q_e$ (mg.g <sup>-1</sup> )						
	Diclofena- co	Amoxí- cilina	Bisfenol A	Paracetamol	Captopril	Nimesulida	Propranolol
NiCC <sub>6</sub> - 0.5	267,96	109,97	303,92	110,29	132,26	132,97	104,03
NiCC <sub>7</sub> - 0.5	277,17	110,00	325,07	121,69	131,13	133,69	102,58
NiCC <sub>6</sub> - 1.0	155,89	71,94	111,16	70,39	16,10	130,52	69,25
NiCC <sub>7</sub> - 1.0	165,18	78,04	120,94	105,21	23,85	128,29	91,01

**Exemplo 3: Aplicação preferencial**

**[0067]** Utilização do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização obtido pelo processo anteriormente descrito como material adsorvente de contaminantes emergentes orgânicos tais como corantes, fármacos, hormônios, fenóis, pesticidas, e íons inorgânicos entre outros, em sistemas de tratamento de efluentes e na descoloração de águas potáveis.

### Reivindicações

1. Carvão ativado adsorvente e de alta magnetização, **caracterizado** por compreender:

- pelo menos uma biomassa vegetal ligno-celulósica; e
- pelo menos um sal de cloreto de níquel(II).

2. Carvão ativado adsorvente e de alta magnetização de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** por possuir porosidade 1,2 nm.

3. Processo de obtenção do adsorvente de carvão ativado e de alta magnetização, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, em uma única etapa **caracterizado** por compreender as etapas de:

a) trituração, moagem e peneiração de biomassa residual de origem vegetal ligno-celulósica;

b) adição de solução aquosa de cloreto de níquel(II) à biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica (a);

c) agitação mecânica da mistura das etapas (a) e (b) para a obtenção de uma pasta;

d) secagem da pasta formada na etapa (c);

e) pirólise (500°-850°C) da pasta colocada em um tubo de quartzo (reator) o qual é inserido em um forno térmico tubular convencional sob atmosfera inerte;

f) lixiviação parcial do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização formado na etapa (e);

g) filtragem e lavagem do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização;

h) secagem do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização;

i) peneiração do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização.

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica da etapa (a) ser peneirada a 300 µm (micrômetros).

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pela



proporção em massa de biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica : sal cloreto de níquel(II) ser na faixa de 0,5:1 até 1:1.

6. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela agitação mecânica da etapa (c) ocorrer a 70-90°C por 120-150 minutos.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela etapa de secagem (d) ocorrer em estufa a 70-90°C por 240-720 minutos.

8. Processo, de acordo a reivindicação 3, **caracterizado** pelo ciclo completo da pirólise (carbonização térmica) da pasta da etapa (e) ocorrer à temperatura de 500°C a 850°C por 30-150 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 150-200 mL.min<sup>-1</sup>.

9. Processo de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** por compreender o tempo total de resfriamento do sistema reacional da etapa (e) ser de 60-75 minutos sob atmosfera inerte de nitrogênio com vazão de 50-100 mL/min.

10. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela lixiviação parcial do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização da etapa (f) ser realizada com HCl na faixa de concentração entre 0,5 a 3,0 mol/L sob refluxo por 2-4 horas.

11. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela filtragem e lavagem do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização da etapa (g) ocorrer com água destilada até o pH estar na faixa entre 6 e 7.

12. Processo de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela secagem do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização da etapa (h) ocorrerá a 90-110°C por 12-24 horas.

13. Processo, de acordo a reivindicação 3, **caracterizado** pela peneiração do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização da etapa (i) ocorrer em peneira  $\leq 53\mu\text{m}$ .

14. Processo, de acordo qualquer uma das reivindicações 3 a 5, **caracterizado** pela biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica da etapa (a) ser serragem de madeira ou qualquer outro resíduo vegetal de origem

ligno-celulósica.

15. Uso do carvão ativado adsorvente e de alta magnetização obtido pelo processo, conforme definido em qualquer uma das reivindicações 3 a 14, **caracterizado** por ser como material adsorvente de contaminantes tóxicos, por exemplo corantes, fármacos, hormônios, fenóis, pesticidas, retardantes de chamas, produtos componentes de materiais de cuidados pessoais ou íons inorgânicos, de efluentes aquosos.

16. Uso de acordo com a reivindicação 15, **caracterizado** por ser na descoloração de águas potáveis.

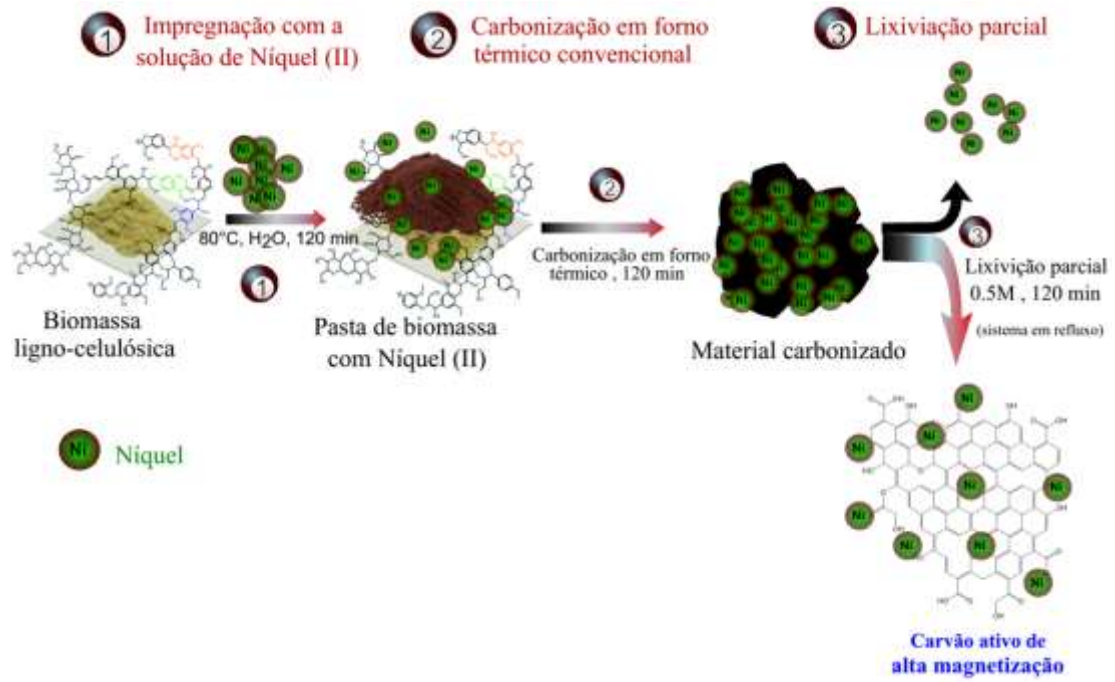
**Figuras**

Fig. 1

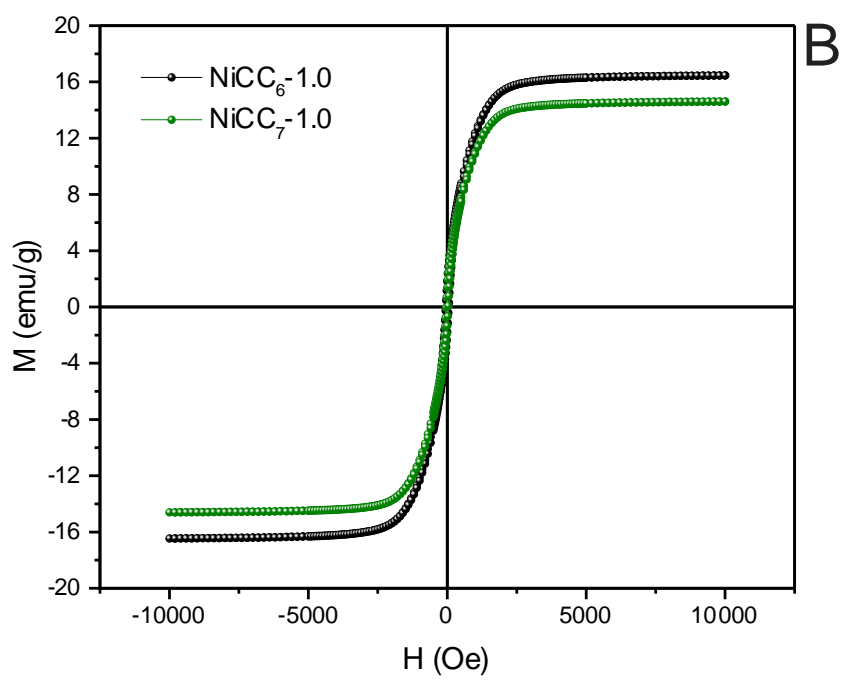
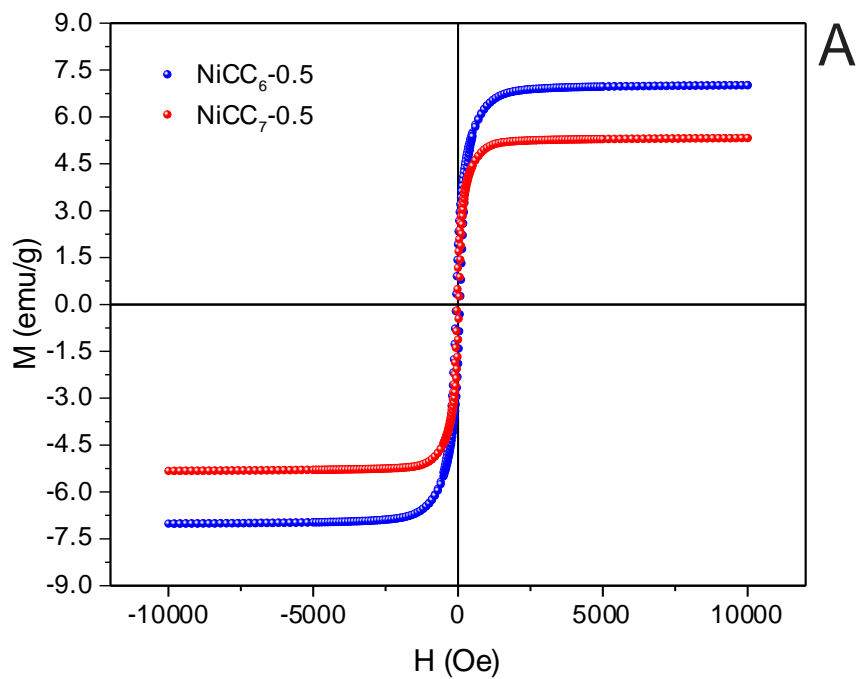


Fig. 2

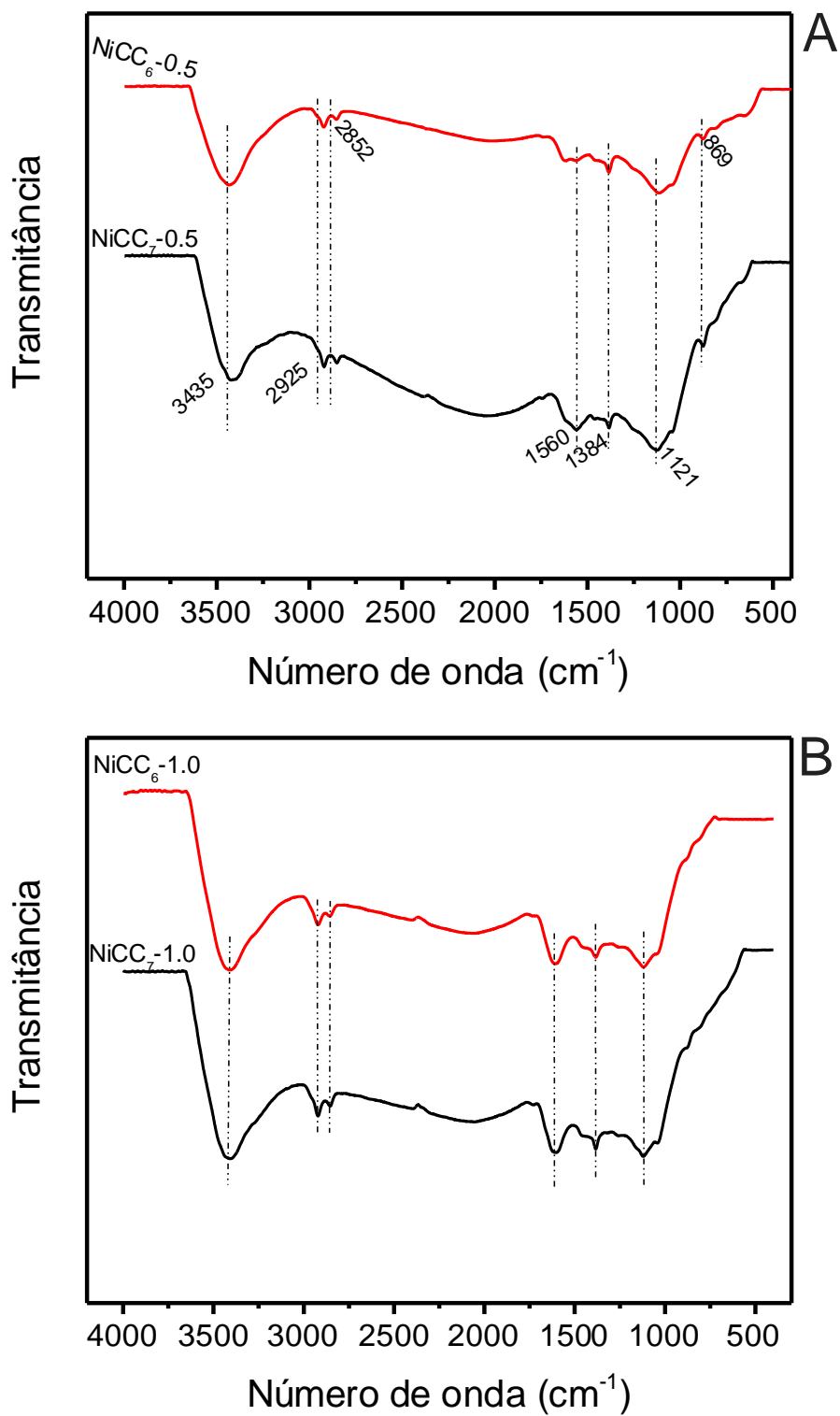


Fig. 3

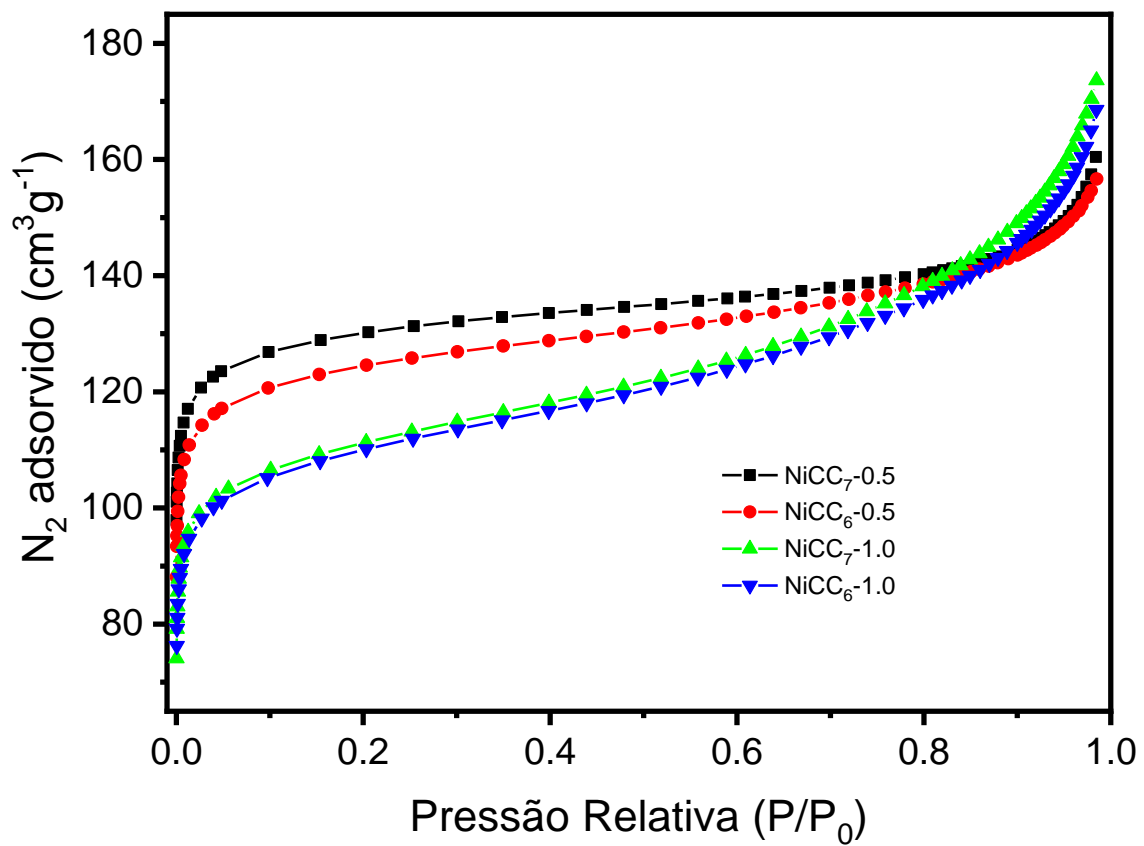


Fig. 4

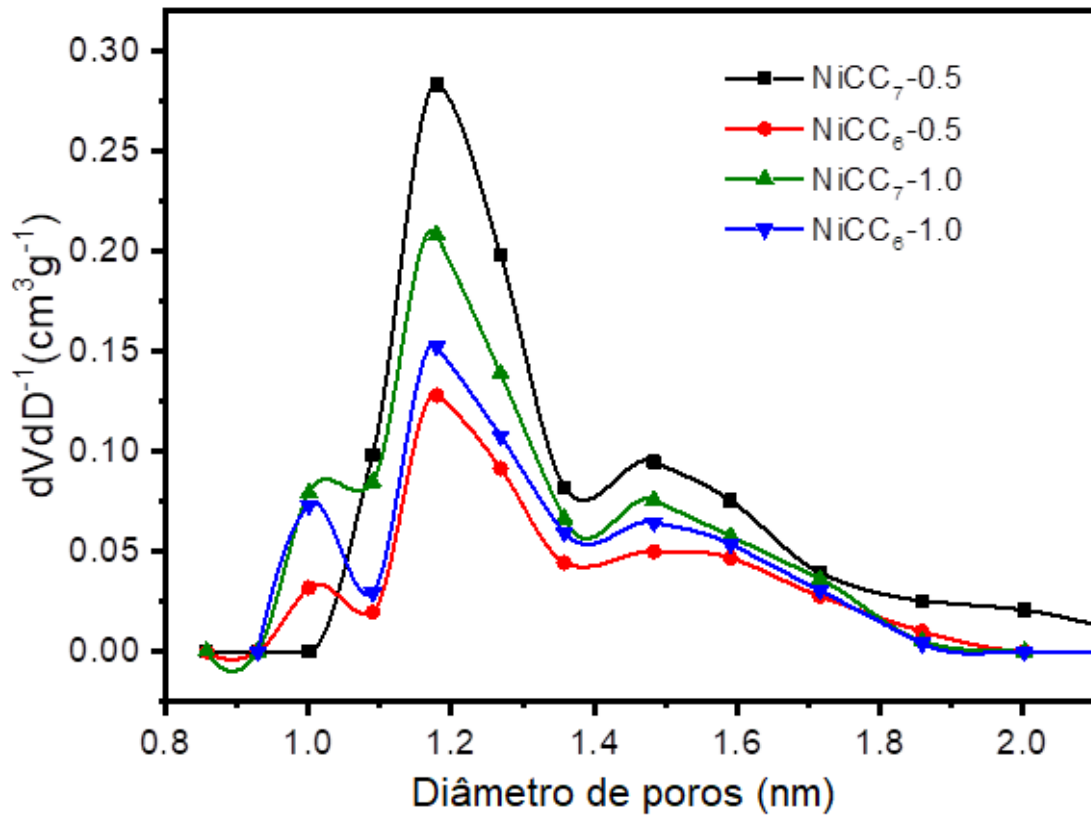


Fig. 5

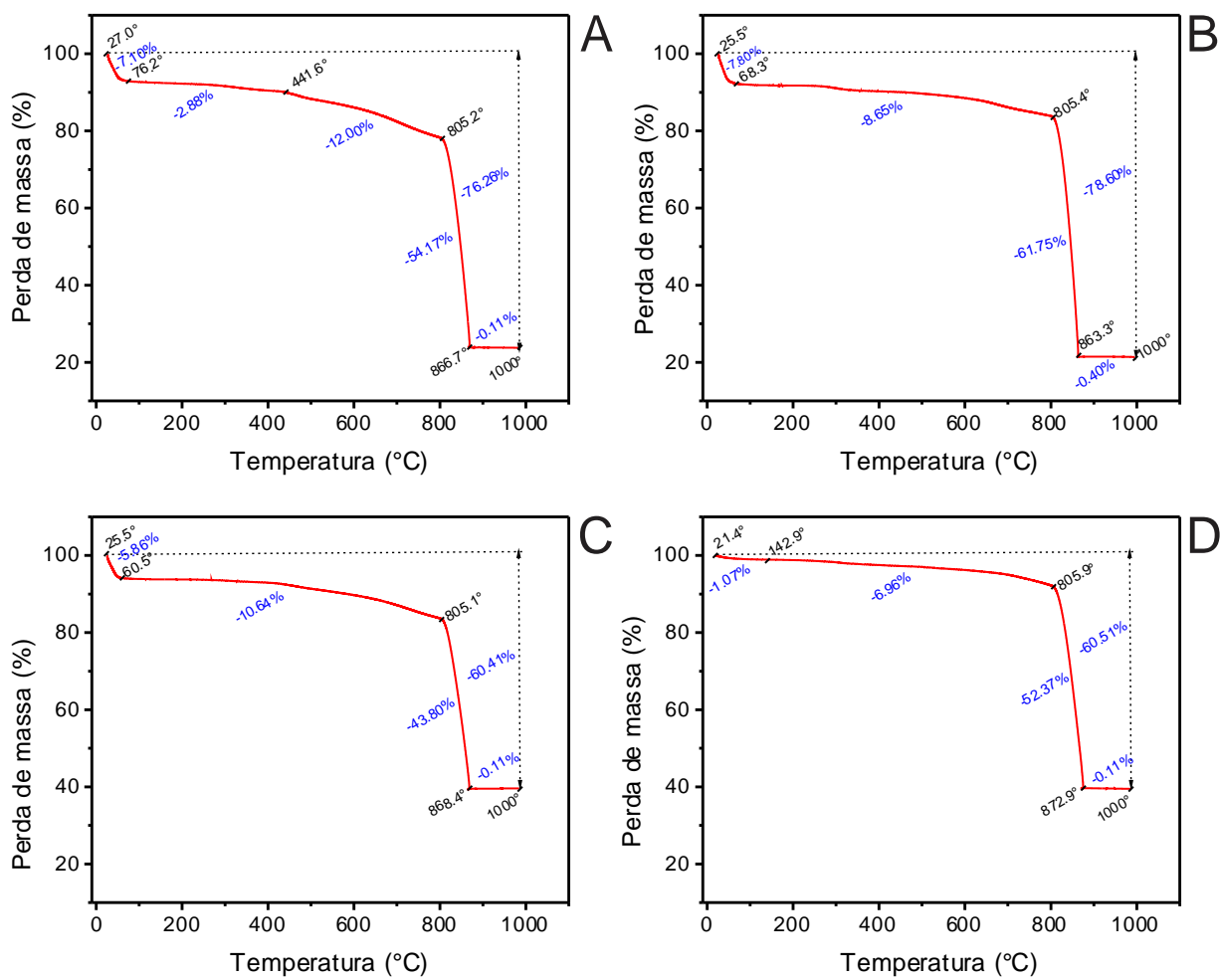


Fig. 6



**Resumo****CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO, PROCESSO DE OBTENÇÃO E USO DO CARVÃO ATIVADO ADSORVENTE E DE ALTA MAGNETIZAÇÃO**

A presente invenção descreve a preparação de um novo material adsorvente, um carvão ativado adsorvente de alta magnetização. O carvão ativado adsorvente de alta magnetização é produzido em uma única etapa de pirólise em forno térmico tubular convencional a partir de biomassa vegetal ligno-celulósica (serragem de madeira). A produção desse material foi realizada utilizando apenas dois componentes: biomassa vegetal residual de origem ligno-celulósica e cloreto de níquel(II). A presente invenção descreve o processo de produção do carvão ativado adsorvente e magnetização e o seu uso para a remoção de compostos orgânicos emergentes de efluentes aquosos e/ou líquidos. A presente invenção se situa no campo da área Ambiental, Tratamento de Águas e de Materiais.