

# CAPÍTULO 9

## ESTUDO DA REMOÇÃO DE ÁCIDO 3,5-DINITROSALICÍLICO POR ADSORÇÃO UTILIZANDO ECAT-R



<https://doi.org/10.22533/at.ed.569112531039>

*Data de aceite: 07/11/2025*

**Nicole Salvador**

Universidade Federal de Uberlândia,  
Faculdade de Engenharia Química,  
UberlândiaBrasil. Currículo  
<http://lattes.cnpq.br/4612992548670579>

**Rafael Bruno Vieira**

Universidade Federal de Uberlândia,  
Faculdade de Engenharia  
QuímicaUberlândia, Brasil. Currículo  
<http://lattes.cnpq.br/6373988987586203>

**Thamayne Valadares De Oliveira**

Universidade Federal de Uberlândia,  
Faculdade de Engenharia Química  
Uberlândia, Brasil. Currículo  
<http://lattes.cnpq.br/8217534758331184>

**RESUMO:** Adegradação dos corpos hídricos por substâncias nocivas tem se intensificado com a expansão das atividades industriais, urbanas e agrícolas, comprometendo a qualidade da água e a integridade dos ecossistemas aquáticos. Dentre os materiais que devem ser estudados para mitigar a poluição ambiental, tem-se o ácido 3,5-dinitrosalicílico (DNS), utilizado na indústria química como um reagente para análise e síntese, e o catalisador de equilíbrio remediado (ecat-R), proveniente

das unidades de Craqueamento Catalítico Fluidizado (FCC). Nesse contexto, considerando que a adsorção envolve a transferência de um componente de uma fase líquida ou gasosa para a superfície de uma fase sólida, é justificável investigar a viabilidade de adsorver DNS em ecat-R. Desse modo, os ensaios foram feitos avaliando o volume de adsorvato e a sua concentração, a massa de adsorvente e o tempo de agitação. Além disso, foi verificada a influênciia do pH na remoção do poluente, determinando-se que o ponto de carga zero (PCZ) do ecat-R é de 7,14. Por fim, ao analisar as absorbâncias inicial e final da solução após cada alteração feita nas variáveis mencionadas, foi identificada a adsorção de 19,05%, indicando a ausência de afinidade tanto química quanto física entre os materiais.

**PALAVRAS-CHAVE:** DNS, ecat-R, adsorção, remoção, pH.

STUDY OF 3,5-DINITROSALICYLIC ACID REMOVAL BY ADSORPTION USING ECAT-R

**ABSTRACT:** The increasing contamination of water bodies by harmful substances, driven by industrial, urban, and agricultural

expansion, poses a serious threat to water quality and aquatic ecosystems. Among the compounds of environmental concern is 3,5-dinitrosalicylic acid (DNS), widely used in the chemical industry as an analytical and synthetic reagent. In this study, the potential of the remediated equilibrium catalyst (ECAT-R), a byproduct from Fluid Catalytic Cracking (FCC) units, was evaluated as an adsorbent for DNS removal from aqueous solutions. Batch adsorption experiments were conducted to assess the effects of adsorbate concentration, adsorbent mass, and agitation time. The influence of pH was also examined, and the point of zero charge (PZC) of ECAT-R was determined to be 7.14. Under the tested conditions, a maximum adsorption efficiency of 19.05% was achieved, indicating low chemical and physical affinity between DNS and ECAT-R. These results suggest that ECAT-R has limited potential for DNS removal but highlight the importance of exploring industrial byproducts for environmental remediation applications.

**KEYWORDS:** DNS, ecat-R, adsorption, removal, pH.

## INTRODUÇÃO

A poluição hídrica é um problema global de longa data, resultante de atividades industriais, urbanas e agrícolas que geram grandes volumes de águas residuais contendo substâncias nocivas. Essa questão é, ainda, agravada por períodos de seca, privando mais de 40% da população mundial do acesso à água potável. Nesse sentido, o reaproveitamento de efluentes devidamente tratados em processos que não requerem alta qualidade tem surgido como uma solução para aliviar essa escassez. Além disso, há uma busca por métodos de recuperação eficientes, que visa superar os custos e as regulamentações sanitárias rigorosas, tornando a reutilização uma opção tecnológica e viável. (HERNÁNDEZ *et al.*, 2021)

Diversos estudos têm explorado a aplicabilidade do processo de adsorção em diferentes áreas, conduzindo à investigação de novos adsorventes. Assim, ao considerar uma abordagem sustentável, envolvendo tanto o aprimoramento de tecnologias existentes quanto o desenvolvimento de novas dinâmicas, é válido estudar o potencial de resíduos previamente descartados. Diante disso, surge o ecat-R, obtido a partir do tratamento eletrocinético dos resíduos de zeólitas Y usadas em unidades de Craqueamento Catalítico Fluidizado (FCC), as quais perdem sua atividade catalítica após alguns ciclos do processo e tornam-se um problema ambiental caso parte dessa propriedade não seja restabelecida. (OLIVEIRA, 2018)

Dentre os mais de 100 compostos inclusos na lista de poluentes prioritários da *Environmental Protection Agency* (EPA), encontram-se os nitrofenóis, altamente móveis no subsolo, resistentes à biodegradação natural e capazes de desencadear efeitos tóxicos imediatos no sistema nervoso. (DONG *et al.*, 2022; GHAEMI *et al.*, 2009; VIEIRA, 2017) Essa categoria engloba o ácido 3,5-dinitrosalicílico (DNS), que, além de ser empregue na quantificação dos monossacarídeos de produtos alimentícios, é costumeiramente utilizado

para medir açúcares no sangue e na urina. (SANTOS *et al.*, 2017) Embora tais procedimentos possam ser substituídos, aplicações em pequena e média escala aumentarão gradualmente sua concentração em corpos receptores se as águas residuais permanecerem limitadas a tratamentos convencionais, podendo desencadear entraves generalizados e cada vez mais significativos. (SARAVANAN *et al.*, 2022)

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Preparo das soluções

Para produzir uma solução de pH 1, foram adicionados 8,1 mL de HCl AlphaTec 37% P.A. em um balão volumétrico de 1 L, que foi preenchido com água destilada e homogeneizado. Posteriormente, alíquotas foram coletadas e diluídas, permitindo obter soluções de pH 2, 3, 4, 5 e 6. Em seguida, uma solução de pH 12 foi preparada em outro balão volumétrico de 1 L a partir de 0,4 g de NaOH 100%, da marca Synth, dissolvidos previamente em um bêquer. Após homogeneizá-la e diluir as amostras retiradas, foram produzidas soluções de pH 11, 10, 9, 8 e 7. É válido ressaltar que cada pH informado foi verificado por um medidor de pH, calibrado com soluções padrão de pH 4 e 7.

### Determinação do ponto de carga zero

Com o auxílio de uma balança analítica Shimadzu ATX224, cerca de 250 mg de ecat-R foram pesados em 12 bêqueres etiquetados de acordo com o pH inicial. Na sequência, cada uma das soluções aquosas preparadas anteriormente foi adicionada ao seu respectivo bêquer e deixada em contato com o adsorvente durante 24 h. Utilizando o mesmo pHmetro de bancada, foi possível mensurar cada pH final e construir um gráfico relacionando os valores de pH inicial e final. Desse modo, o PCZ foi identificado pela média aritmética dos valores de pH final referentes à região em que ocorreu o efeito tampão, ou seja, onde houve uma baixa variação de pH.

### Processo adsortivo

Inicialmente, o ar-condicionado foi ligado para deixar a temperatura ambiente próxima de 25 °C. Em seguida, um espectrofotômetro Spectrum SP-2000UV foi ajustado em um comprimento de onda igual a 546 nm e água destilada foi utilizada como branco para verificar a absorbância de uma solução de DNS 1 g/L com pH 12. Após deixar o adsorvente em uma estufa Nova Ética por 1 h a 100 °C, cerca de 2 g foram adicionados em um Erlenmeyer e pesados na balança analítica para 25 mL de DNS serem acrescentados. Assim, uma barra magnética foi inserida na vidraria para a mistura resultante ser agitada durante 30 minutos em um agitador magnético Labor a uma rotação de 500 RPM.

Posteriormente, uma alíquota foi colocada em uma centrífuga (?), balanceada com água destilada, a 4500 RPM durante 10 minutos. Por fim, a absorbância foi medida novamente para apurar o percentual de DNS adsorvido.

Com o intuito de realizar uma análise mais abrangente, todo o procedimento anterior à centrifugação foi repetido em diferentes condições. Enquanto em uma foram utilizados 0,25 g de ecat-R e 50 mL, agitados durante 15, 30 e 60 minutos, na outra foi testada a situação teoricamente ideal, encontrada pelo PCZ. Sendo assim, o poluente foi diluído pelo preparado de pH 1 até atingir pH 3, o que resultou em 250 mL de solução com concentração aproximadamente igual a 0,2 g/L. Ao final, a mistura foi agitada durante 30 minutos para ser permeada por um filtro de seringa Kasvi PES 0,45 µm. Convém destacar que a solução submetida à agitação por 15 minutos foi centrifugada e, depois, filtrada. Em contrapartida, aquelas agitadas por 30 e 60 minutos passaram unicamente pelo processo de centrifugação.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

A princípio, a adsorção foi feita sem modificar quaisquer variáveis que possam afetar a qualidade do processo. Além disso, utilizou-se a mesma massa de ecat-R do trabalho publicado por Oliveira (2018) para comparar os dados obtidos.

V (L)	M (g)	A <sub>0</sub>	A <sub>e</sub>	C <sub>0</sub> (g/L)	C <sub>e</sub> (g/L)	q <sub>e</sub> (mg/g)	%R
0,025	2	0,126	0,113	1	0,8968	1,29	10,32

Tabela 1 – Resultado em 30 minutos.

Em que V representa o volume da solução, M a massa de adsorvente, A<sub>0</sub> a absorbância inicial, A<sub>e</sub> a absorbância no equilíbrio, C<sub>0</sub> a concentração inicial, C<sub>e</sub> a concentração no equilíbrio, %R a remoção percentual de DNS e q<sub>e</sub> a capacidade de adsorção. Quanto ao cálculo de C<sub>e</sub>, q<sub>e</sub> e %R, foram aplicadas as relações descritas abaixo.

$$C_e = \frac{A_e \cdot C_0}{A_0} \quad \#(1)$$

$$q_e = \frac{V(C_0 - C_e)}{M} \quad \#(2)$$

$$\% R = \frac{A_0 - A_e}{A_0} \cdot 100 \#(3)$$

Como uma maior quantidade de ecat-R não resultou em uma remoção de DNS aceitável, a massa do adsorvente e o volume do poluente foram modificados para aqueles propostos por Hernández *et al.* (2018) em um artigo que explora a eficiência da adsorção de DNS em carvão ativado granulado e particulado. Ainda, a fim de verificar se o tempo de agitação exerce influência sobre o valor final, foram feitos testes com 15, 30 e 60 minutos.

V (L)	M (g)	A <sub>0</sub>	A <sub>e</sub>	C <sub>0</sub> (g/L)	C <sub>e</sub> (g/L)	q <sub>e</sub> (mg/g)	%R
0,05	0,25	0,124	0,124	1	1	0	0

Tabela 2 – Resultado em 15 minutos.

V (L)	M (g)	A <sub>0</sub>	A <sub>e</sub>	C <sub>0</sub> (g/L)	C <sub>e</sub> (g/L)	q <sub>e</sub> (mg/g)	%R
0,05	0,25	0,127	0,109	1	0,8583	28,35	14,17

Tabela 3 – Resultado em 30 minutos.

V (L)	M (g)	A <sub>0</sub>	A <sub>e</sub>	C <sub>0</sub> (g/L)	C <sub>e</sub> (g/L)	q <sub>e</sub> (mg/g)	%R
0,05	0,25	0,128	0,117	1	0,9141	17,19	8,59

Tabela 4 – Resultado em 60 minutos.

Por não terem sido observados resultados satisfatórios em termos de remoção, foi feita a caracterização do ponto de carga zero do ecat-R conforme o artigo de Freitas, Câmara e Martins (2015), possibilitando determinar o pH em que a sua superfície é neutra.

pH inicial	pH final
1,46	1,31
2,12	2,38
3,00	3,98
4,04	7,05
5,00	6,64
5,81	6,84
7,04	7,34
8,11	7,43
9,13	7,53
10,05	7,98
11,20	10,53
11,49	10,52

Tabela 5 – Resultado dos ensaios referentes ao ajuste de pH.

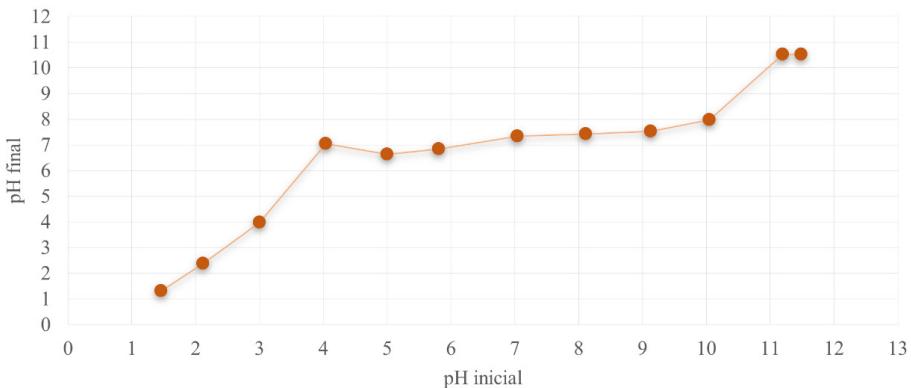


Figura 1 – Determinação do ponto de carga zero do ecat-R.

Para averiguar se o material favorece a adsorção de cátions ou ânions, analisa-se a região em que o pH final é aproximadamente constante, identificada entre os valores 7,05 e 7,53. Ao calcular a média aritmética desses 5 pontos, tem-se que o PCZ do ecat-R é 7,14. Assim, ao avaliar o pH do DNS e os percentuais de remoção apresentados, foi possível descartar quaisquer pH superiores ao PCZ e inferir que a adsorção de ânions é favorecida.

Após reduzir o pH da solução para 3, sua concentração foi alterada para 0,2 g/L, propiciando a análise de mais uma variável. Diante disso, realizou-se uma nova tentativa de adsorver DNS em ecat-R.

V (L)	M (g)	A <sub>0</sub>	A <sub>e</sub>	C <sub>0</sub> (g/L)	C <sub>e</sub> (g/L)	q <sub>e</sub> (mg/g)	%R
0,05	0,25	0,063	0,051	0,2	0,1619	7,62	19,05

Tabela 6 – Resultado com pH ajustado e concentração diluída.

Com base nos dados obtidos, a maior porcentagem de remoção foi igual a 19,05%. Tendo em vista que mudar a massa de adsorvente, o tempo de agitação, o pH e a concentração do poluente não afetou significativamente a adsorção, constata-se que não há afinidade química e física entre os materiais. Isso também pode ser depreendido ao comparar os valores alcançados com os de Hernández *et al.* (2018), que, a 25 °C e num tempo de contato de 24 horas, registrou remoções de 61% e 86% para carvão ativado granulado e particulado, respectivamente. Mesmo havendo diferença no tempo de contato, Oliveira (2018) demonstrou que a adsorção de compostos sulfurados, nitrogenados e aromáticos atinge o estado estacionário em até 2 horas de experimento com o ecat-R, com remoções entre 27 e 98%. Para o carvão ativado, esse tempo foi de aproximadamente 3,5 horas.

No que tange as capacidades de adsorção, percebe-se que os valores após centrifugação são consideravelmente distintos daqueles resultantes da filtração. Por existir a possibilidade de nem todas as partículas de adsorvente terem sido sedimentadas no processo de centrifugação, a leitura das absorbâncias pode ter sido comprometida, afetando diretamente alguns dos parâmetros estudados. Dessa forma, as únicas capacidades de adsorção pertinentes correspondem a 0 e 7,62 mg/g.

É válido ressaltar que, devido aos resultados insatisfatórios, os experimentos não foram feitos em triplicata, mas em duplicata, permitindo a economia de reagentes. Portanto, os valores exibidos são uma média aritmética daqueles obtidos individualmente.

## CONCLUSÃO

Perante o exposto, conclui-se que a poluição hídrica tende a se tornar um problema cada vez maior se novos métodos de descontaminação não forem propostos, avaliados e aplicados. Nessa perspectiva, foi sugerida a adsorção de dois materiais que, apesar de serem essenciais em determinados processos industriais, se tornam poluentes quando descartados incorretamente. Sendo assim, foram realizados testes modificando algumas das variáveis comumente associadas à eficiência operacional.

Embora os parâmetros de controle tenham sido ajustados com rigor, os resultados obtidos adsorvendo DNS em ecat-R não foram promissores. Sob as condições iniciais, o percentual de adsorção é de 10,32%. Alterando a massa de adsorvente e o volume de adsorvato, os resultados foram iguais a 0, 14,17% e 8,59%, respectivamente, em 15, 30 e 60 minutos de agitação. Como o pH pode influenciar de modo significativo a remoção do poluente, determinou-se que o ponto de carga zero do ecat-R equivale a 7,14. Entretanto, mesmo após ajustar o pH da solução para 3 e, por consequência, a concentração para 0,2 g/L, o percentual adsorvido foi de apenas 19,05%, indicando que não há afinidade química e física entre os materiais.

## AGRADECIMENTOS

Ao apoio financeiro da FAPEMIG, CNPq e UFU, à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, especialmente ao NUGAES e ao NUCBIO, pela oportunidade em realizar este trabalho, ao Grupo de Eletroquímica Aplicada da Universidade Federal do Paraná e à Petrobras pelo ecat-R.

## REFERÊNCIAS

- DONG, J. *et al.* Nitrophenolic byproducts formation during sulfate radical oxidation and their fate in simulated drinking water treatment processes. **Water research**, v. 224, n. 119054, p. 119054, 2022.

FREITAS, F. B. A.; CÂMARA, M. Y. F.; FREIRE, M. D. F. Determinação do PCZ de adsorventes naturais utilizados na remoção de contaminantes em soluções aquosas. In: **Anais do V Encontro Regional de Química & IV Encontro Nacional de Química**. São Paulo: Blucher, p. 610–618, 2015.

GHAEMI, N. et al. Ultrafiltration behavior of nitrophenols in the presence of humic substances. **Journal of membrane science**, v. 331, n. 1–2, p. 126–136, 2009.

HERNÁNDEZ, J. A. et al. 3,5-dinitrosalicylic acid adsorption using granulated and powdered activated carbons. **Molecules**, v. 26, n. 22, p. 6918, 2021.

OLIVEIRA, T. V. **Remoção de Compostos Sulfurados e Nitrogenados Presentes em Combustível Diesel Utilizando Processos Adsorтивos**. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, p. 168. 2018.

SANTOS, A. A. et al. Dosagem de açúcares redutores com o reativo DNS em microplaca. **Brazilian journal of food technology**, v. 20, 2017.

SARAVANAN, A. et al. A comprehensive review on sources, analysis and toxicity of environmental pollutants and its removal methods from water environment. **The Science of the total environment**, v. 812, n. 152456, p. 152456, 2022.

VIEIRA, L. M. **Contaminantes prioritários e emergentes e o saneamento ambiental**. Tese (Graduação em Engenharia Química) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade de Uberlândia. Uberlândia, p. 91. 2017.