

VI

Mostra de Trabalhos de
**Engenharia
Química**



30 ANOS



URI

SANTO
ÂNGELO

ISAAC DOS SANTOS NUNES

(Organizador)

Anais da
VI Mostra de Trabalhos de Engenharia Química
VI MTEQ

Santo Ângelo – RS
FuRI
2022



CATALOGAÇÃO NA FONTE:

M916a Mostra de Trabalhos de Engenharia Química (6 : 2022 : Santo Ângelo, RS)

Anais da VI Mostra de Trabalhos de Engenharia Química - VI MTEQ / organizador: Isaac dos Santos Nunes. – Santo Ângelo : EdiURI, 2022.

49 p.

ISBN 978-65-87121-21-5

1. Engenharia química - Anais I. Nunes, Isaac dos Santos (org.).

CDU: 66.0:061.3

Responsável pela catalogação: Fernanda Ribeiro Paz CRB 10/1720



UNIVERSIDADE REGIONAL INTEGRADA DO ALTO URUGUAI E DAS MISSÕES – URI

Reitor: Arnaldo Nogaro

Pró-Reitora de Ensino: Edite Maria Sudbrack

Pró-Reitora de Pesquisa, Extensão e Pós-Graduação: Neusa Maria John Scheid

Pró-Reitor de Administração: Nestor Henrique de Cesaro

CAMPUS DE SANTO ÂNGELO

Diretor Geral: Gilberto Pacheco

Diretor Acadêmico: Marcelo Paulo Stracke

Diretora Administrativa: Berenice Beatriz Rossner Wbatuba

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIAS E CIÊNCIA DA COMPUTAÇÃO

CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

ANAIS DA VI MOSTRA DE TRABALHOS DE ENGENHARIA QUÍMICA – VI MTEQ



ORGANIZAÇÃO

Isaac dos Santos Nunes, Mestre, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil

FORMATAÇÃO

Emanoéle Maurer, Secretária, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil

COMITÊ CIENTÍFICO

Daiane Skupin da Silva, Doutora, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil;

Enrique Chaves Peres, Doutor, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil;

Isaac dos Santos Nunes, Mestre, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil;

Júlia Cristina Diel, Mestre, Universidade Federal de Santa Maria, RS, Brasil;

Nataly Leidens, Mestre, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil;

Patrícia Siqueira Alves, Doutora, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, RS, Brasil;



Sumário

ADSORÇÃO DE FENOL EMPREGANDO <i>BIOCHAR</i> DE BUTIÁ (<i>BUTIA SPP.</i>) MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO.....	6
ELETRO-OXIDAÇÃO NO TRATAMENTO DO EFLUENTE ENZIMÁTICO DA PURIFICAÇÃO DO ÓLEO DE SOJA PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL	12
OBTENÇÃO DA CAFEÍNA A PARTIR DO CAFÉ SOLÚVEL PELO MÉTODO DE EXTRAÇÃO ..	17
PARÂMETROS DE REMOÇÃO DE COT DE ÁGUA RESIDUÁRIA COM FORMALDEÍDO POR PROCESSO FOTO-ELETRO-FENTON (FEF)	22
PENEIRAMENTO E ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE RAÇÃO MISTA PARA PASSÁROS.....	28
PERFIL MICROBIOLÓGICO E MULTIPARÂMETROS DO LEITE BOVINO DE UM REBANHO NO NOROESTE DO ESTADO DO RS, BRASIL	34
PROJETO DE UM PROTÓTIPO DE SEDIMENTADOR CONTÍNUO EM ESCALA LABORATORIAL PELO MÉTODO DE <i>BISCAIA JR.</i>	40



ADSORÇÃO DE FENOL EMPREGANDO *BIOCHAR* DE BUTIÁ (*Butia Spp.*) MODIFICADO COM ÓXIDO DE FERRO

Mikele da Silveira Vianna^{1*}, Guilherme Luiz Dotto², Marcelo Godinho³, Danieli Perondi³, Isaac dos Santos Nunes¹

¹Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, URI-Santo Ângelo, Departamento de Engenharias e Ciência da Computação, Curso de Engenharia Química

²Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Engenharia Química, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química

³Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias

*mikelevianna@aluno.santoangelo.uri.br

Área do Trabalho: Tratamento de água, resíduos e efluentes.

RESUMO

A poluição dos recursos hídricos por compostos orgânicos, acarretada pela atividade industrial de exploração do petróleo, tem recebido atenção crescente nos últimos anos. Em decorrência disso, muitos métodos vêm sendo desenvolvidos para garantir a realização de um tratamento adequado desses efluentes, entre os quais destaca-se a adsorção. No estudo atual, um novo composto de óxido de ferro à base de *biochar*, oriundo da pirólise de resíduos agroindustriais de butiá (*Butia Spp.*), foi impregnado com óxido de ferro na proporção de 1/1 (*biochar*/óxido de ferro). Investigou-se o efeito da dosagem de adsorvente na capacidade adsortiva e na remoção de fenol. O processo de adsorção do *biochar* modificado apresentou melhoria de 47,21% no índice de remoção do poluente e um aumento de 51,09% na capacidade adsortiva do material compósito, em comparação com o *biochar in natura*. Em relação à dosagem, a maior capacidade adsortiva foi alcançada com 50 mg, obtendo-se 92,15 mg g⁻¹, enquanto a maior remoção foi de 53,71%, para 200 mg de adsorvente. A cinética de adsorção foi avaliada em 120 minutos e, em relação aos modelos teóricos, o melhor ajuste foi adquirido com o modelo de pseudo-segunda ordem. Com os resultados obtidos, observou-se que a impregnação com óxido de ferro atingiu melhores resultados de adsorção em comparação ao *biochar in natura*.

Palavras-chave: *adsorção, biochar, butiá, óxido de ferro, fenol.*

1. INTRODUÇÃO

A atividade industrial de exploração do petróleo acarreta a geração de resíduos e efluentes dispostos através das águas residuais petrolíferas, que contém inúmeros poluentes como hidrocarbonetos, compostos nitrogenados e sulfurados, metais pesados e fenóis. A maioria dos compostos fenólicos são designados como carcinogênicos e mesmo em baixas concentrações podem ser um obstáculo à reutilização da água (VIDIC; SUIDAN; BRENNER, 1993). Em função disso, muitos métodos vêm sendo desenvolvidos para garantir a realização de um tratamento adequado desses efluentes, entre os quais destaca-se a adsorção (MORENO – MARENCO; GIRALDO; MORENO – PIRAJÁN, 2020).



Nesse segmento, o *biochar*, um material de carbono pirogênico derivado da biomassa de resíduos agrícolas, é um dos adsorventes que atrai cada vez mais atenção devido à sua capacidade única de remediar poluentes no solo e na água (AHMED *et al.*, 2016). No entanto, o biocarvão em seu estado puro apresenta um desempenho de adsorção abaixo dos níveis desejados devido aos defeitos estruturais de sua superfície (YIN *et al.*, 2020). Para reverter esse quadro, estudiosos investigaram diferentes possibilidades de modificação, incluindo ácidos, álcalis, oxidantes e íons metálicos, que foram aplicadas para aumentar ainda mais a capacidade adsorptiva dos *biochars* (RAJAPAKSHA *et al.*, 2016). Em particular, a impregnação de *biochars* envolvendo a utilização de óxidos de ferro vem sendo largamente empregada, em virtude da disponibilidade desses compostos na crosta terrestre, do baixo custo para adquiri-los, da característica de comportamento químico redox e de sua baixa toxicidade. Dessa forma, materiais compósitos baseados em carvão ativado e óxido de ferro podem representar um grande avanço tecnológico (CASTRO *et al.*, 2009).

Nesse cenário, o presente trabalho apresenta o preparo e o estudo da aplicação de compósitos fundamentados em *biochar* oriundo da termoconversão pirolítica de subprodutos agroindustriais de butiá (*Butia Spp.*) e óxidos de ferro na remoção de fenol em meio aquoso. Foram realizados testes para investigar o efeito da dosagem do adsorvente e a cinética de adsorção, avaliando-se a remoção obtida e a capacidade adsorptiva do material compósito.

2. MATERIAL E MÉTODO

O *biochar* foi preparado em forno de pirólise, a partir de fibras de butiá obtidas de agroindústria familiar da cidade de Sete de Setembro-RS. A reação foi realizada com taxa de aquecimento de $5^{\circ}\text{C min}^{-1}$ até 700°C , mantendo-se durante 1 h. O sólido obtido apresentou área superficial (A_{BET}) de $183,59 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$.

A preparação dos *biochars* modificados se deu através da precipitação dos óxidos de ferro formados pelo gotejamento de NaOH (5 mol L^{-1}) em uma suspensão aquosa contendo *biochar*, FeCl_3 e $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ a 70°C (OLIVEIRA *et al.*, 2003). A proporção de impregnação correspondeu a 1/1 de *biochar*/óxido de ferro (m/m). Após a precipitação dos óxidos formados, filtrou-se o material dando início a sucessivas lavagens com água destilada até que se atingisse pH neutro. Por fim, os *biochars* foram secos em estufa a 105°C , por 2 h.

Para elucidar o potencial de adsorção em razão dos *biochars* modificados com óxidos de ferro, preparou-se uma solução estoque de fenol na concentração de 100 mg L^{-1} e adicionou-se uma alíquota de 50 mL a um frasco contendo 100 mg dos compósitos à temperatura controlada de $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$. Manteve-se o frasco sob agitação constante a 200 rpm por 24h e, após este período, a solução foi filtrada e a concentração de fenol mensurada em espectrofotômetro UV/Visível (Shimadzu UV-2600), em 269 nm. A capacidade de adsorção do *biochar*, q_e (mg g^{-1}), foi calculada por meio da Equação 1, enquanto o índice de remoção do poluente, R (%), foi obtido pela Equação 2:

$$q_e = \frac{V \times (C_o - C_t)}{m} \quad \text{Equação 1}$$

$$R = \left[\frac{C_o - C_t}{C_o} \right] \times 100 \quad \text{Equação 2}$$



sendo V o volume da solução empregada (L); C_0 a concentração inicial do fenol no meio aquoso (mg L^{-1}); C_t a concentração de equilíbrio do fenol (mg L^{-1}) e m a massa de adsorvente utilizada (g).

Para avaliar o efeito da melhor dosagem de adsorvente a ser empregada, foram adicionados 50 mL da solução de fenol em frascos contendo diferentes teores de massa de biocarvão (10 mg, 50 mg, 100 mg, 150 mg e 200 mg), controlados a $25 \pm 1^\circ\text{C}$, com 200 rpm, durante 24h.

O mecanismo cinético da adsorção do fenol também foi explorado a fim de identificar o índice de remoção do poluente e a capacidade adsorviva do compósito em função do tempo de agitação de 120 minutos. Com essa finalidade, uma alíquota de 50 mL da solução do poluente foi posta em agitação com 100 mg de adsorvente, acompanhando-se a variação da concentração ao longo do tempo com medidas realizadas no espectrofotômetro. Os dados obtidos foram modelados com o pacote computacional MatLab® para a construção dos perfis cinéticos e estimou-se os parâmetros dos modelos de pseudo-primeira ordem (PPO), pseudo-segunda ordem (PSO) e quimissorção de Elovich, apresentados pelas Equações 3, 4 e 5. Os melhores ajustes aos dados foram conferidos em virtude dos modelos que apresentaram o valor do coeficiente de correlação (R^2) mais elevado.

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \quad \text{Equação 3}$$

$$q_t = \frac{t}{\left(\frac{1}{k_2 q_e^2}\right) + \left(\frac{t}{q_e}\right)} \quad \text{Equação 4}$$

$$q_t = A + B \ln(t) \quad \text{Equação 5}$$

sendo k_1 a constante adimensional da taxa de adsorção de PPO; k_2 a constante adimensional da taxa de adsorção de PSO; t o tempo de adsorção (min); q_e a capacidade de adsorção no equilíbrio (mg g^{-1}); A a taxa inicial de adsorção; e B uma constante relacionada ao grau de cobertura e a energia de ativação envolvida no processo.

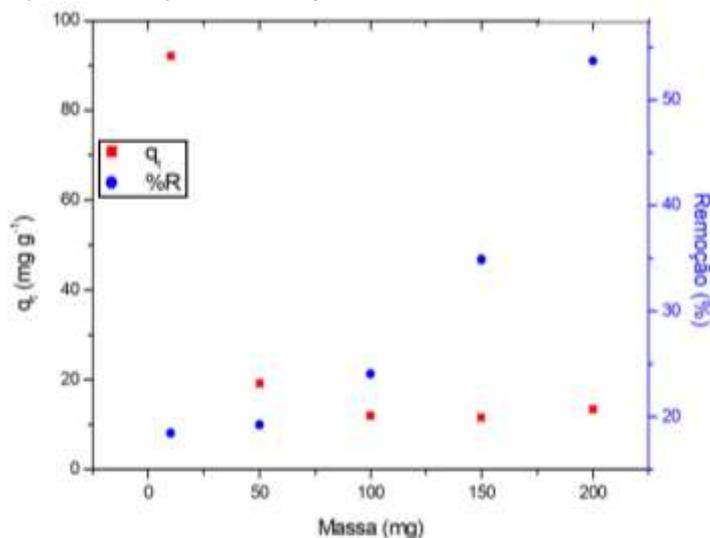
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os resultados obtidos durante o teste de dosagem de *biochar* impregnado com óxido de ferro em solução de fenol com 100 mg L^{-1} . Para a dosagem de 100 mg, os dados demonstraram um índice de remoção de 24% e capacidade adsorviva de aproximadamente 12 mg g^{-1} , em 24 h. Em comparação aos estudos anteriores de adsorção realizados aplicando o *biochar in natura* para a remoção do poluente de interesse, atingiu-se 12,67% de remoção e capacidade adsorviva de $5,87 \text{ mg g}^{-1}$ para 100 mg de adsorvente, em 24 h. Portanto, é possível afirmar que o método de impregnação de *biochar* manifestou resultados promissores em comparação ao material carbonáceo empregado em sua forma pura, com uma melhoria de 47,21% no índice de remoção do poluente e um aumento de 51,09% na capacidade adsorviva.

A partir dos dados adquiridos após o período de agitação de 24 h, atestou-se a massa de aproximadamente 100 mg como a dose mais adequada para aplicação do compósito. Enquanto isso, observou-se um índice máximo de remoção de 53,71% para a dosagem de 200 mg. Além do mais, a melhor capacidade adsorviva foi caracterizada pela dosagem de 10 mg de compósito, atingindo $92,15 \text{ mg g}^{-1}$.



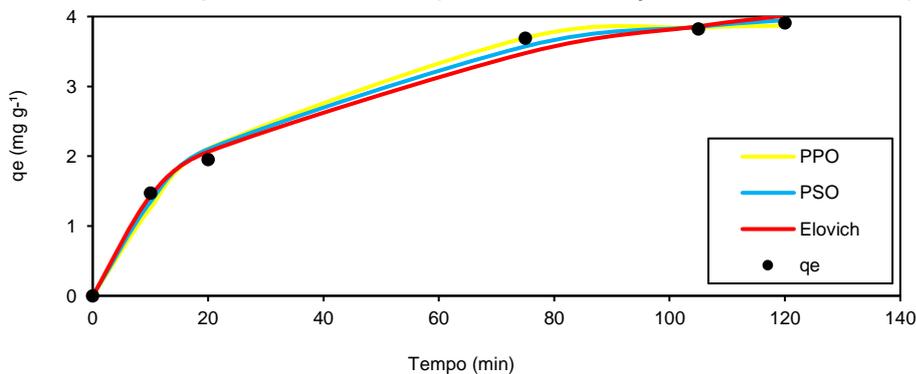
Figura 1. Dosagem de aplicação adequada ao material compósito



(Fonte: a Autora).

Com relação ao ensaio de cinética, estão apresentados na Figura 2 os perfis e o ajuste aos modelos cinéticos, sendo empregados os modelos de PPO, PSO e Elovich. Observando os dados apresentados na Figura 2, comparando-se à Figura 1, observa-se uma redução do desempenho de adsorção por parte do compósito no que concerne ao processo de remoção do fenol para tempos de apenas 120 min, evidenciado que o processo adsorptivo se estende, pelo menos, até 24 h de contato. Os resultados obtidos indicam índice de remoção de 8,16% e capacidade adsorptiva de 3,91 mg g⁻¹. Como fora indicado por Guilarduci *et al.* (2006), o equilíbrio do processo de adsorção pode ser estabelecido após 24 h, momento no qual não é possível identificar variação de concentração das espécies envolvidas.

Figura 2. Perfis cinéticos com ajuste dos modelos ao processo de adsorção do fenol sobre o compósito



(Fonte: a Autora).

A Tabela 1 apresenta os parâmetros cinéticos da adsorção de fenol em função dos modelos PPO, PSO e Elovich ajustados aos dados experimentais.



Tabela 1. Parâmetros cinéticos da adsorção de fenol sobre o compósito

Pseudo-primeira Ordem (PPO)	
q_1 (mg g ⁻¹)	3,907
k_1 (min ⁻¹)	0,03876
R^2	0,9943
Pseudo-segunda Ordem (PSO)	
q_2 (mg g ⁻¹)	4,792
k_2 (g mg ⁻¹ min ⁻¹)	0,008146
R^2	0,9957
Elovich	
A (mg g ⁻¹ min ⁻¹)	0,2754
B (g mg ⁻¹)	0,8356
R^2	0,9943

(Fonte: a Autora).

Para efetuar a determinação do modelo cinético com o melhor ajuste aos dados do procedimento de adsorção, analisou-se o coeficiente de correlação com o maior valor entre os modelos. Dessa maneira, foi identificado o de PSO como o mais apropriado, em virtude do melhor valor de R^2 entre os demais. Nesse contexto, Dong *et al.* (2021) sugere resultados semelhantes, com o modelo em questão apresentando o melhor ajuste aos dados de adsorção do fenol em meio aquoso. Entretanto, ao se comparar os valores de coeficiente de correlação obtidos para os diferentes modelos, os três se mostraram adequados ao ajuste dos dados, apresentando valores de R^2 acima de 0,99.

4. CONCLUSÃO

Diante dos dados experimentais obtidos pelo estudo de adsorção utilizando o *biochar* impregnado com óxido de ferro, torna-se notória a eficácia desse procedimento no que concerne à melhoria do índice de remoção do fenol em meio aquoso e na elevação da capacidade adsorptiva do material carbonáceo. Nesse contexto, estabeleceu-se por meio do teste inicial de adsorção um avanço de 47,21% no índice de remoção do poluente e um aumento de 51,09% na capacidade adsorptiva, em comparação com o biocarvão *in natura*.

Com relação ao ensaio de dosagem, obteve-se a dose adequada de adsorvente equivalente a 100 mg e foi estimado ser adquirido o tempo de equilíbrio após 24 h de agitação, carecendo de novos estudos. Além disso, o modelo mais adequado ao ajuste dos dados experimentais, oriundos da avaliação do mecanismo cinético, foi o de PSO com o maior valor de R^2 , de 0,9957. Diante do exposto, atestou-se a eficiência da aplicabilidade do método de impregnação de *biochar* aplicando óxido de ferro para adsorver fenol em solução aquosa.

REFERÊNCIAS

AHMED, M. B.; Zhou, J.L.; NGO, H. H.; GUO, W. S.; CHEN, M. F. Progress in the preparation and application of modified biochar for improved contaminant removal from water and wastewater. **Bioresource Technology**. v. 214, p. 836–851, 2016.

CASTRO, C. S.; GUERREIRO, M. C.; OLIVEIRA, L. C. A.; GONÇALVES, M. Remoção de compostos orgânicos em água empregando carvão ativado impregnado com óxido de ferro: ação combinada de



adsorção e oxidação em presença de H_2O_2 . **Química Nova**, v. 32, n. 6, p. 1561–1565, 2009.

DONG, Fu-Xin; YAN, L.; ZHOU, Xin-Hua; HUANG, Shi-Ting; LIANG, Jing-Yi; ZHANG, Wen-Xuan; GUO, Zi-Wei; GUO, Peng-Ran; QIAN, W.; KONG, Ling-Jun; CHU, W.; DIAO, Zeng-Hui.

Simultaneous adsorption of Cr (VI) and phenol by biochar-based iron oxide composites in water: Performance, kinetics and mechanism. **Journal of Hazardous Materials**, v. 416, 2021, 125930.

GUILARDUCI, V. V. S.; MESQUITA, J. P.; MARTELLI, P. B.; GORGULHO, H. F. Adsorção de fenol sobre carvão ativado em meio alcalino. **Química Nova**, v. 29, n. 6, p. 1226-1232, 2006.

MORENO – MARENCO, A. R.; GIRALDO, L.; MORENO – PIRAJÁN, J. C. Adsorption of n-butylparaben from aqueous solution on surface of modified granular activated carbons prepared from African palm shell. Thermodynamic study of interactions. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 8, ed. 4, 2020, 103969.

OLIVEIRA, L. C. A.; RIOS, R. V. R. A.; FABRIS, J. D.; SAPAG, K.; GARG, V. K.; LAGO, R. M. Clay-iron oxide magnetic composites for the adsorption of contaminants in water. **Applied Clay Science**. v. 22, ed. 4, p. 169-177, 2003.

RAJAPAKSHA, A. U.; CHEN, S. S.; TSANG, D. C. W.; ZHANG, M.; VITHANAGE, M.; MANDAL, S.; GAO, B.; BOLAN, N. S.; OK, Y. S. Engineered/designer biochar for contaminant removal/immobilization from soil and water: potential and implication of biochar modification. **Chemosphere**, v. 148, p. 276–291, 2016.

VIDIC, R. D.; SUIDAN, M. T.; BRENNER, R.C. Oxidative coupling of phenols on activated carbon: impact on adsorption equilibrium. **Environmental Science Technology**, v. 27, p. 2079–2085, 1993.

YIN, ZB.; XU, S.; LIU, S.; XU, SY.; LI, JH. Z. YC. A novel magnetic biochar prepared by K_2FeO_4 -promoted oxidative pyrolysis of pomelo peel for adsorption of hexavalente chromium. **Bioresource Technology**, v. 300, 2020, 122680.



ELETRO-OXIDAÇÃO NO TRATAMENTO DO EFLUENTE ENZIMÁTICO DA PURIFICAÇÃO DO ÓLEO DE SOJA PARA PRODUÇÃO DE BIODIESEL

Gustavo Kuhn Kreutz^{1,*}, Maikow Zago¹, Fernando Henrique Borba¹, Suzymeire Baroni¹

¹Universidade Federal da Fronteira Sul, UFFS-Cerro Largo, Curso de Pós-Graduação em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis-PPGATS.

*gustavo.kuhnk@hotmail.com

Área do Trabalho: Tratamento de água, resíduos e efluentes.

RESUMO

O efluente em estudo apresentou características inapropriadas para possibilidade de tratamento convencional (separação físico-química seguida de processo biológico) do mesmo, perfazendo a necessidade de uma alternativa avançada e promissora para redução significativa de matéria orgânica presente evidenciada pelo alto teor de carbono presente. Deste modo, este trabalho consistiu em avaliar a eficiência do processo de Eletro-oxidação no tratamento de um efluente proveniente do processo de degomagem enzimática do óleo de soja de uma indústria produtora de biodiesel situada no noroeste do estado do Rio Grande do Sul. Para tanto, foram realizados experimentos em um reator de escala laboratorial desenvolvido pelo grupo de pesquisa que utilizava um gerador de ozônio (O_3) para produção *in situ* deste oxidante, caixa com radiação Uv onde uma célula eletroquímica estava exposta, avaliando diferentes concentrações de oxidantes em diferentes tempos podendo obter uma condição aprimorada para produção de radical $\bullet OH$ e assim uma oxidação significativa de matéria orgânica. O monitoramento do tratamento este efluente em função do tempo considerou a avaliação da citotoxicidade e genotoxicidade do efluente bruto e tratado, utilizando como bioindicador a *Allium cepa* além da avaliação de índices de carbono como a DQO e TOC. Dessa forma, conclui-se que a aplicação do processo Eletro-oxidativo se apresenta como uma alternativa promissora para o tratamento do efluente da degomagem enzimática do óleo de soja alcançando percentuais de remoção acima de 75% e 95% de TOC e DQO respectivamente observando uma melhora significativa nos níveis citotóxicos e genotóxicos.

Palavras-chave: *Lisogoma*; *Foto-Fered-Fenton- O_3* ; *Citotoxicidade*.

1. INTRODUÇÃO

A substituição de combustíveis fósseis por combustíveis renováveis atualmente apresenta-se como uma alternativa promissora pela busca constante da minimização da utilização de fontes esgotáveis de energia (CHOZHAVENDHAN et al., 2020). O biodiesel obtido através de óleos vegetais é uma das principais fontes brasileiras de biocombustíveis, principalmente o obtido através do óleo de soja. Visando a variabilidade dos grãos e conseqüentemente do óleo obtido, necessita-se da aplicação de diferentes etapas e processos para a obtenção aprimorada do óleo combustível que por conseqüência gera efluentes que necessitam de um tratamento adequado para o lançamento adequado no meio ambiente. O tratamento destes efluentes necessitam de uma determinada eficiência na remoção de contaminantes para que seja garantido o atendimento aos aspectos legais



de descarte de efluentes no meio ambiente, bem como a adequação aos parâmetros legais de qualidade viabilizando uma destinação final adequada (SYAFIUDDIN et al., 2020).

Altos teores de matéria orgânica (MO) representados por dados de Carbono Orgânico Total (TOC), Demanda química de Oxigênio (DQO) além de Testes de Toxicidade evidenciam as características complexas que efluentes proveniente do processo de degomagem enzimática do óleo de soja para produção de biodiesel (Lisogoma) apresentam, dificultando o tratamento do mesmo por meios convencionais de tratamento de efluentes. Perante o exposto, alternativas avançadas de tratamento de efluentes como os processos Eletro-oxidativos Avançados (PEOA) apresentam-se como uma alternativa promissora e eficaz para o tratamento do mesmo, uma vez que estes processos foram considerados métodos eficientes na remoção de poluentes refratários, de baixa biodegradabilidade e alta estabilidade química (KORPE; RAO, 2021). Os PEOA visam a produção *in situ* de radicais de alto poder oxidativo, principalmente o radical hidroxila ($\cdot\text{OH}$) que apresenta alto poder de oxidação (Potencial Redox 2,80V) e baixa seletividade, sendo obtido através de um ou mais oxidante (s) primário (s) (KORPE; RAO, 2021).

Neste contexto, este trabalho propõe uma alternativa de tratamento para o efluente da Lisogoma através de um PEOA baseado em ozônio denominado como Foto-Fered-Fenton baseado em ozônio (FFF- O_3) bem como a avaliação da genotoxicidade do efluente provocada pelos compostos presentes tanto no efluente bruto e após o tratamento FFF- O_3 , considerando que o efluente utilizado neste trabalho é um efluente real proveniente de uma indústria produtora de biodiesel situada na região noroeste do Rio Grande do Sul, que produz cerca de 14m^3 diariamente, evidenciando um alto volume a qual traz grande relevância na investigação da possibilidade de tratamento para este efluente possibilitando uma remoção significativa de poluentes possivelmente presentes, juntamente com uma lacuna a ser preenchida na literatura pela não evidencia de trabalhos sobre este efluente.

2. MATERIAL E MÉTODO

Um modulo de bancada em escala laboratorial foi desenvolvido para a realização dos experimentos de acordo como demonstrado na Figura 1 (a), sendo constituído por sistema eletroquímico (conjunto de 10 eletrodos de Ferro, conectados como cátodo e anodo, espaçados em 1 cm e submergidos no efluente dentro de um reator cilíndrico de borosilicato com volume de 0.8 litros), uma fonte de corrente contínua (Precisão BK/1687B, 20V) alimentando os eletrodos com intensidade de corrente fixa programável (0 a 10 A) e tensão variável, uma caixa refletora de aço inox polido com uma fonte de radiação UV, um gerador de O_3 fornecendo um fluxo contínuo em diferentes concentrações e um agitador magnético.

Todos os reagentes químicos (H_2SO_4 , NaOH e H_2O_2) utilizados foram de pureza analítica (ALPHATEC), além de água destilada e ultrapura (MilliQ®).

O volume de 0.8 litros foi corrigido para o pH desejado de acordo com o planejamento estabelecido e posterior submergido os eletrodos dentro do reator com o efluente a ser tratado, adicionado a fração de H_2O_2 desejada iniciou-se o processo ligando a fonte de energia sob a



intensidade desejada juntamente com a fonte de radiação e o Fluxo de O_3 pré-estabelecido, coletando as amostras nos tempos pré-determinados (0, 5, 10, 15, 30, 45, 60, 90 e 120 min).

A DQO foi determinada pelo método colorimétrico de refluxo fechado (APHA, 2005), TOC foi quantificado por um analisador de TOC (Shimadzu TOC-L) conforme metodologia descrita por (BORBA *et al.*, 2022). *Allium cepa* foi utilizada como bioindicador para os testes citotóxicos e genotóxicos de acordo com a metodologia descrita por (ZORZO *et al.*, 2021).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Uma caracterização inicial dos parâmetros físico-químicos da lisogoma foi realizada onde dados representativos de altos teores de matéria orgânica foram evidenciados (TOC de $25250 \text{ mg C L}^{-1}$ e DQO de $34930 \text{ mg O}_2\text{L}^{-1}$). Caracterizou-se o mesmo efluente como um líquido amarelado, denso e altamente viscoso que possui uma fração de biodegradabilidade relativamente baixa (em torno de 0.1) dificultando a aplicação de um tratamento biológico perfazendo a necessidade de um tratamento avançado como também evidenciado em (BORBA *et al.*, 2022). Desta forma foram aplicados testes preliminares de tratamento com o processo FFF- O_3 no intuito de avaliação das variáveis significativamente influentes ao processo para identificação das possíveis regiões/concentrações de reagentes que seriam utilizadas para a produção do radical oxidante $\bullet\text{OH}$ e a redução dos contaminantes presentes. As regiões delimitadas dentre os testes preliminares realizados foram (pH 4,5, $65 \text{ mg O}_3 \text{ L}^{-1}$, fonte de irradiação UV-vis; $10000 \text{ mg H}_2\text{O}_2 \text{ L}^{-1}$ e intensidade de corrente de 3 Amperes).

Na passagem de corrente elétrica pelo sistema há um fluxo de elétrons que se desloca do ânodo em direção ao cátodo, promovendo a oxidação do ânodo, liberando íons metálicos positivos componentes das placas de ferro para o efluente, especificamente os íons de Fe^{2+} juntamente com o H_2O_2 irão desencadear as reações Fenton para produção de $\bullet\text{OH}$ (principal reação de produção de radicais), posterior a reação gera-se espécies de Fe^{3+} que são subprodutos da reação e precisam ser convertidas a Fe^{2+} para novamente reagir com o oxidante H_2O_2 onde o pH da reação desenvolve um papel fundamental para que estas espécies permaneçam em solução e não venham a precipitar (BORBA *et al.*, 2018). Paralelo há outras reações que também podem ocorrer simultaneamente, como a peroxona (combinação de $\text{H}_2\text{O}_2 + \text{O}_3$) além das reações que ocorrem/são potencializadas pela radiação Uv, que serve como um catalizador. Logo, estas reações seguem uma estequiometria, assim quantidades superiores e/ou inferior de reagentes químicos irão influenciar negativamente a produção do principal radical oxidante $\bullet\text{OH}$, podendo assim não alcançar a eficiência otimizada do sistema.

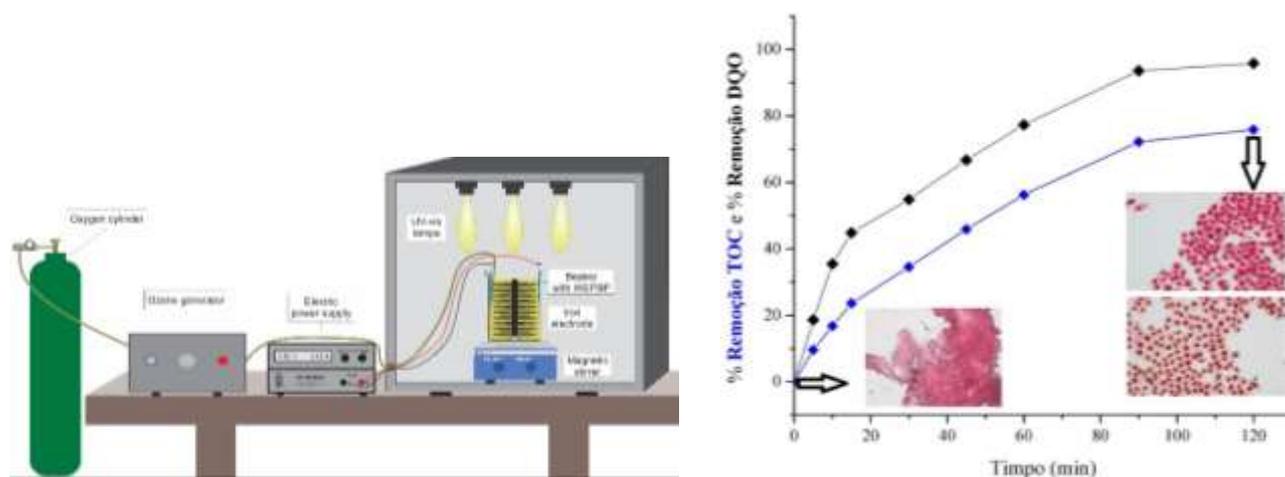
Neste contexto, realizou-se um Delineamento Central Composto Rotacional e a aplicação de uma Metodologia de Superfície Resposta (DCCR/MSR) (Dados não mostrados) com o objetivo da avaliação dos parâmetros pH inicial (1,5 a 9,5), intensidade de corrente elétrica (0,25 a 5,25 Amperes), concentração inicial de H_2O_2 (0 a 20.000 mgL^{-1}) e concentração de O_3 durante o experimento (25 a $85 \text{ }\mu\text{gO}_3 \text{ mL}^{-1}$) para obtenção de valores otimizados em relação a DQO, onde conseguiu-se alcançar uma porcentagem de remoção de DQO de 71,7% (visto que no DCCR foi avaliado apenas a DQO) que corresponde a degradação de compostos orgânicos que possivelmente eram não biodegradáveis em um intervalo de tempo de 45 minutos, onde os dados otimizados da condição operacional foi de 12000 mgL^{-1} de H_2O_2 , 50 mgL^{-1} de O_3 , pH inicial de 6,4 e uma intensidade de corrente de 3,0 Ampere.



Para a potencialização da formação de radicais $\bullet\text{OH}$ foram realizados mais testes que levarem a cinética a um tempo de 120 minutos com o fracionamento do oxidante primário e o controle de pH, resultando em uma otimização dos resultados que já tinham sido obtidos, 75,85% de mineralização e 95,78% de degradação dos compostos orgânicos presentes na Lisogoma, indicando uma remoção significativa de MO podendo possivelmente ser direcionado para um processo biológico para um polimento e possivelmente a adequação para lançamento em um corpo hídrico receptor. Assim, a aplicação de testes de citotoxicidade foi realizada para a identificação do potencial toxicológico do efluente após tratamento, e uma comparação com o efluente bruto com uma associação de melhora ao longo do processo.

Nos testes realizados, as raízes da *Allium cepa* foram submetidas ao efluente, nas diferentes condições Bruto e com tratamento FFF- O_3 de 120 minutos. Desta forma, os resultados obtidos na amostra bruta não apresentarem nenhuma viabilidade de vida, sendo impossibilitado a contagem das células (ver Figura 1 (b)), indicando que os componentes presentes na amostra interferiram nos processos básicos do ciclo celular e interferindo no desenvolvimento celular, além da representação da toxicidade extremamente alta do efluente.

Figura 1. (a) Representação do sistema FFF- O_3 e (b) Degradação e Mineralização da Lisogoma durante o processo e representação da melhora da Citotoxicidade.



(Fonte: Autores).

As raízes que foram submetidas ao efluente que foi tratado por FFF- O_3 /120 minutos apresentarem um estado mais avançado de mitose, evidenciado uma melhora significativa da qualidade do efluente, porém, ainda com danos genéticos como metáfases mal alinhadas na linha equatorial e pontes em células em anáfase representando que cromossomos não estão migrando corretamente para os polos a fim de equalizar a quantidade correta que cada célula filha será formada, trazendo danos irreversíveis para as células filhas.

4. CONCLUSÃO

Devido à grande tendência do aumento significativo da incorporação do biodiesel no diesel de origem fóssil industrias tendencialmente estão ampliando sua produção e como consequência um aumento



da geração deste tipo de efluente gera grande preocupação devido a lacuna tanto literária quanto em opções de possibilidades de tratamento para lançamento no meio ambiente de forma adequada. Desta forma, o processo FFF-O₃ apresentou-se como uma alternativa promissora na remoção significativa de MO presente no efluente expressa por TOC e DQO, principalmente após a aplicação do DCCR/MSR que possibilitou um aprimoramento dos parâmetros influentes ao processo que juntamente com a cinética realizada até 120 minutos conseguiu-se potencializar a geração de •OH, no entanto, ainda evidenciou-se alterações genéticas nas raízes que foram submetidas ao efluente final que indicam a presença toxicidade no efluente, que possivelmente necessita de um processo posterior para um polimento e remoção destes contaminantes.

REFERÊNCIAS

BORBA, F. H. et al. Genotoxicity and by-products assessment in degradation and mineralization of Ciprofloxacin by UV/H₂O₂ process. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 6, n. 6, p. 6979–6988, 1 dez. 2018.

BORBA, F. H. et al. New hybrid strategy of the photo-Fered-Fenton process assisted by O₃ for the degradation of wastewater from the pretreatment of biodiesel production. **Chemosphere**, p. 135470, 23 jun. 2022.

CHOZHAVENDHAN, S. et al. A review on influencing parameters of biodiesel production and purification processes. **Current Research in Green and Sustainable Chemistry**, v. 1–2, p. 1–6, 1 fev. 2020.

KORPE, S.; RAO, P. V. Application of advanced oxidation processes and cavitation techniques for treatment of tannery wastewater—A review. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 3, p. 105234, 1 jun. 2021.

SYAFI UDDIN, A. et al. The current scenario and challenges of biodiesel production in Asian countries: A review. **Bioresource Technology Reports**, v. 12, p. 100608, 1 dez. 2020.

ZORZO, C. F. et al. Oxidative degradation and mineralization of the endocrine disrupting chemical bisphenol-A by an eco-friendly system based on UV-solar/H₂O₂ with reduction of genotoxicity and cytotoxicity levels. **Science of The Total Environment**, v. 770, p. 145296, 20 maio 2021.



OBTENÇÃO DA CAFEÍNA A PARTIR DO CAFÉ SOLÚVEL PELO MÉTODO DE EXTRAÇÃO

Liliana de Matos da Luz^{1*}, Thalia Maslowski Ferreira¹, Isaac dos Santos Nunes¹

¹Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, URI-Santo Ângelo, Departamento de Engenharias e Ciência da Computação, Curso de Engenharia Química

*lilianaluz@aluno.santoangelo.com.br

RESUMO

A cafeína é uma substância química que está presente no dia a dia da sociedade no geral. Pertencente a classificação dos alcaloides, ela apresenta propriedades básicas devido a presença de nitrogênio na sua estrutura. O método de extração da cafeína de amostras reais é um tipo de prática muito empregada em disciplinas experimentais de graduação como a química orgânica e as operações unitárias. O presente trabalho tem por objetivo realizar a extração da cafeína de amostra de café solúvel através da extração do tipo líquido-líquido, tendo como solvente o diclorometano. Após a remoção de outras substâncias naturais indesejadas, as quais estão presentes na amostra de café a fim de que, estas não venham interferir durante o procedimento. Como resultados, obteve-se um rendimento da cafeína extraída foi de 47,50%, resultado menor que a teoria (100%), o que demonstra a presença de impurezas na cafeína obtida, evidenciadas pela coloração amarelada e leve odor de café

Palavras-chave: *extração, cafeína, café.*

1. INTRODUÇÃO

A extração é usada com frequência para separar um ou mais componentes de uma mistura. Desse modo a extração é um método com finalidade semelhante a destilação e recristalização. Entretanto, ao contrário da recristalização ou destilação, a extração raramente fornece um produto puro (VOGEL, 1989).

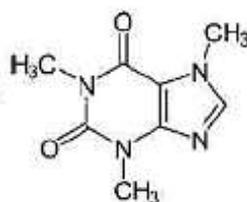
Para Vogel (1989), a extração baseia-se no princípio de que um determinado soluto distribui-se de modo equilibrado entre duas fases. O soluto divide-se entre as duas fases imiscíveis em uma razão determinada pela solubilidade relativa do soluto em cada fase. As extrações podem ser do tipo sólido-líquido, quando um líquido é utilizado para extrair um composto presente em um sólido, ou do tipo líquido-líquido, quando um líquido é utilizado para extrair um soluto dissolvido em uma outra fase líquida.

Um exemplo de extração líquido-líquido é a extração da cafeína, que está presente em vários produtos do nosso dia-a-dia, como por exemplo, nos chás, erva-mate, cacau, guaraná, café, etc. A cafeína é uma substância de caráter básico, que contém nitrogênio em sua estrutura (Figura 1). Este composto pode ser localizado na natureza em mais de 63 gêneros de vegetais associados, sendo que a porção de cafeína presente em cada um deles. Segundo Jesus et al (2010), irá depender de diversos fatores, como a diversidade da planta, o processo de cultivo, as circunstâncias de crescimento, além de particularidades genéticas e sazonais.



A cafeína, designada quimicamente de 1,3,7 – trimetilxantina, é um composto químico pertencente a classe dos alcalóides e se apresenta na forma de um pó branco onde pequenas agulhas que se fundem a 238°C em condições normais de pressão. Ela tem caráter básico devido em parte à presença do átomo de nitrogênio na estrutura (ONAMI, 1996).

Figura 1. Estrutura da molécula de cafeína.



(Fonte: BRENELLI, 2003)

Alcoóides são aminas, e portanto formam sais solúveis em água, quando tratados com ácidos. A cafeína encontrada nas plantas apresenta-se na forma livre ou combinada com taninos fracamente ácidos. Junto com a cafeína, outros inúmeros compostos orgânicos são extraídos, e a mistura destes compostos é que dá o aroma característico do chá e ao café. (ONAMI, 1996).

Segundo Brenelli (2003), a concentração de cafeína no café depende de vários fatores, incluindo a espécie de semente do café, local do cultivo, granulações da amostra e etc. Estudos mostram que o café, possui apenas 2 a 4,6% de cafeína, sendo composto por uma quantidade maior de outras substâncias, como minerais, aminoácidos, lipídeos, açúcares, vitaminas do complexo B.

O presente trabalho teve como objetivo, realizar a extração da cafeína a partir do café solúvel, por meio da extração líquido-líquido, utilizando diclorometano como solvente. Da cafeína extraída analisou-se o seu rendimento.

2. MATERIAL E MÉTODO

Em um béquer de 500 mL, pesou-se 10 g de café solúvel e adicionou-se 125 mL de água quente ao béquer juntamente com o café. Deixou a solução esfriar por alguns instantes e então acrescentou-se 100 mL de uma solução de óxido de magnésio 10%. Essa solução manteve-se agitando por 30 minutos em uma chapa de aquecimento com agitador magnético. Após, passado o tempo necessário, retirou-se a mistura da chapa de aquecimento aguardando até esfriar. Em seguida, filtrou-se todo líquido usando a filtração à vácuo.

Concentrou-se o filtrado até a metade de seu volume original, utilizando a chapa de aquecimento. Após o líquido esfriar, adicionou-se ao filtrado cerca de 10 mL de ácido sulfúrico 1 M, e após mediu-se o pH com um papel indicador (adicionou-se ácido sulfúrico até o pH ficar próximo de 1). Em seguida continuou-se a extração, adicionando-se ao funil de separação o líquido filtrado e 15 mL de diclorometano. Separou-se a fase orgânica em um erlenmeyer mantendo a fase aquosa dentro do funil. Repetiu-se a extração com 15 mL de diclorometano mais duas vezes, totalizando então três extrações. As três fases orgânicas coletadas eram sempre colocadas no mesmo erlenmeyer.



Após, adicionou-se ao erlenmeyer (contendo as três fases orgânicas combinadas) cerca de 18 mL de uma solução 0,1 M de hidróxido de potássio. Transferiu-se novamente a mistura para o funil de separação, e então, separaram-se as fases orgânica e aquosa. Em seguida, lavou-se a fase aquosa duas vezes com 5 mL de diclorometano e após, misturou-se as fases orgânicas obtidas na lavagem com a fase orgânica separada na etapa anterior.

Posteriormente, adicionou-se sulfato de sódio anidro ao erlenmeyer com a fase orgânica e filtrou-se a mistura para um balão de fundo chato (previamente identificado e pesado) e, com o evaporador rotatório, evaporou-se todo o solvente possível. Para assegurar que todo solvente eliminado, colocou-se o balão sobre a chapa de aquecimento até a completa evaporação do solvente. Após o balão resfriar, pesou-se o conjunto e então, calculou-se o rendimento de extrato pela Equação 1 e, comparou-se os resultados com a literatura.

$$\text{Rendimento \%} = \frac{\text{massa real}}{\text{massa teórica}} \cdot 100 \quad (\text{Equação 1})$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A infusão é a primeira etapa da extração da cafeína da amostra de café. Este é o processo de extração de compostos químicos utilizando-se um solvente (água quente), onde permite que o material vegetal fique suspenso no solvente por um certo período de tempo.

No isolamento da cafeína da amostra de café, o maior problema é o fato de que a cafeína não está sozinha presente na amostra, mas vem acompanhada por outras substâncias naturais, tais como pigmentos flavonóidicos, clorofila e taninos, das quais precisa ser separada. Essa classe de moléculas também acaba se dissolvendo em água quente, a qual é utilizada para extrair a cafeína. Então, neste contexto, uma solução de óxido de magnésio a 10% faz com que os taninos formassem sais insolúveis em água e precipitassem na solução.

Já o uso do ácido sulfúrico tem como sua principal finalidade de acidificar o meio até o pH do mesmo fique próximo de 1. Para essa extração de cafeína, utilizou-se o diclorometano como solvente, pois a cafeína apresenta alta solubilidade nesse solvente. Após a adição deste pode-se observar a formação de duas fases orgânicas: fase aquosa (solução na qual o solvente é a água) e a fase orgânica (substância que desejamos).

Após a extração com o solvente, utilizou-se o hidróxido de potássio 0,1 M. Este tem a finalidade de remover a toda a coloração amarelada do extrato orgânico. Ainda, ao final da extração, foi adicionado sulfato de sódio anidro que teve como objetivo remover a água da mistura de líquidos orgânicos, utilizando, por ação direta, uma substância dessecadora (ou secante). Dando seguimento, procedeu-se com a evaporação do solvente e, logo após determinou-se a massa de cafeína extraída: 0,969 g.

Alguns fatores como a espécie da semente do café, local de cultivo, granulações da amostra, podem influenciar diretamente na concentração de cafeína presente no café (BRENELLI, 2003). Os cafés apresentam teores de cafeína variando de 1,00 a 4,6 g/100g do produto. Para fins de cálculo do rendimento, utilizou-se como valor de referência 4,6 g de cafeína a cada 100 g do produto. Com base nestes dados o rendimento da extração de cafeína da amostra de café solúvel foi de 47,5%.



Supondo que foi extraída apenas a cafeína em todo processo de extração, pode-se determinar a quantidade de cafeína extraída do café solúvel, a massa de café pesada para extração, corresponde a 100 % e a massa final obtida corresponde à porcentagem de cafeína extraída. Obteve-se um valor igual a 9,67 % de cafeína extraída do café solúvel. O teor experimental é distante do teórico, a discrepância se dá devido ao tipo de café. Segundo Brenelli (2003) a concentração de cafeína no café depende de vários fatores, incluindo a espécie de semente do café, local do cultivo e granulações da amostra.

Admitindo que o rendimento é inferior a 100% evidencia a baixa pureza da cafeína obtida, além disso, outro fator que mostra a baixa pureza do produto é a constatação do aroma do café e também a coloração amarelada do sólido obtido na extração (a cafeína pura é um sólido branco e inodoro) causada possivelmente pela presença de taninos (compostos coloridos) e compostos voláteis (responsáveis pelo aroma do café).

Como foi constatado que o produto obtido não é puro, poderia ter sido empregado, segundo Brenelli (2003), os métodos de recristalização, sublimação ou a cromatografia em coluna para a purificação do sólido. A avaliação da pureza do produto final poderia ser verificada pela medida do seu ponto de fusão: se a faixa ficasse entre 235 e 239° C (faixa de fusão da cafeína pura) significaria que sólido estaria purificado, caso contrário, a purificação deveria ser repetida até ser encontrado um ponto de fusão constante (VOGEL, 1971).

O rendimento seria muito baixo após uma purificação, tal resultado poderia ser aumentado, conforme Gurgel (2014), com a utilização de uma solução aquosa de carbonato de cálcio, pois o meio básico promoveria a hidrólise do sal de cafeína-tanino, aumentando assim o rendimento de cafeína extraída.

4. CONCLUSÃO

Após a realização dos procedimentos experimentais, conclui-se que o método de extração líquido-líquido é efetivo para a obtenção da cafeína a partir do café solúvel, apesar de existirem discrepâncias em relação aos valores teóricos e práticos.

Na extração líquido-líquido, de aproximadamente 10 g de café solúvel obteve-se 0,969 g de cafeína bruta, quantidade superior ao valor teórico de 0,46 g. O rendimento do café extraído foi de 47,50%, um resultado menor que a teoria (100%), o que demonstra a presença de impurezas na cafeína obtida, evidenciadas pela coloração amarelada e leve odor de café.

Como o rendimento registrado foi superior ao teórico, poderia ter sido realizada a purificação da cafeína bruta pelo método de recristalização, sublimação ou cromatografia em coluna, até que a faixa do ponto de fusão ficasse entre 235 e 239 °C, que indicaria um composto purificado. O rendimento de cafeína extraída poderia ser aumentada com a utilização de uma solução aquosa de carbonato de cálcio no início da prática.

REFERÊNCIAS

BRENELLI, E. C. S. **A extração de cafeína em bebidas estimulantes – uma nova abordagem para um experimento clássico em química orgânica.** Quim. Nova, Vol. 26, No. 1, 136- 138, 2003.



GURGEL, Leandro Vinícius Alves. **Práticas de química orgânica**. Disponível em: <http://www.iceb.ufop.br/dequi/professores/Leandro/Apostila_de_pr%C3%A1ticas_QUI-703.pdf>. Acesso em: 20 out. 2019.

JESUS, C. C.; *et al.* **A extração e quantificação da cafeína em alimentos**. In: CBQ – Congr. Bras. de Química, 50, 2010, Cuiabá, MT. Disponível em: <<http://www.abq.org.br/cbq/2010/trabalhos/14/14-44-8053.htm>>. Acesso em: 20 out. 2019.

ONAMI, T.; KANAZAWA, H. **Journal of Chemical Education** 1996

SAAD, M. C. B.; *et al.* **Extração, purificação e caracterização da cafeína obtida a partir de café torrado e moído**. In: CBQ – Congr. Bras. de Química, 52, 2012, Recife, PE. Disponível em: <<http://www.abq.org.br/cbq/2012/trabalhos/13/884-14624.html>>. Acesso em: 20 out. 2019.

VOGEL, A. I. **Química Orgânica: Análise orgânica qualitativa**. 3ª ed. Rio de Janeiro: Editora da Universidade de São Paulo, 1971.

VOGEL, Arthur I. \ Rio de Janeiro: Ao livro técnico, 1989.



PARÂMETROS DE REMOÇÃO DE COT DE ÁGUA RESIDUÁRIA COM FORMALDEÍDO POR PROCESSO FOTO-ELETRO-FENTON (FEF)

Maikow Zago^{1,*}, Fernando Henrique Borba¹ (orientador), Gustavo Kuhn Kreutz¹, Liziara da Costa Cabrera¹

¹Universidade Federal da Fronteira Sul, UFFS Campus de Cerro Largo, Programa de Pós Graduação em Ambiente e Tecnologias Sustentáveis – PPGATS..

*maikowzago@hotmail.com

Área do Trabalho: Tratamento de água, resíduos e efluentes.

RESUMO

O presente trabalho avaliou a importância de três parâmetros utilizados no processo oxidativo avançado Foto-Eleto-Fenton (FEF), para a redução de carbono orgânico total (COT) de água residuária de laboratório de Anatomia humana contendo formaldeído. Através de experimentos prévios realizando um delineamento composto central rotacional (DCCR) pôde-se verificar que os três parâmetros avaliados desempenham papel importante na redução de COT inicial (61117 mg L^{-1}), com maior destaque para o H_2O_2 , depois corrente elétrica e pH, respectivamente. Após, foram realizados experimentos de avaliação para melhor compreensão desses parâmetros, onde foi obtida maior redução de COT nas condições de H_2O_2 em adição parcelada de 12000 mg L^{-1} e $4 \times 3000 \text{ mg L}^{-1}$, pH bruto sem controle e valor 4.6 e corrente elétrica de 2.4A, atingindo 51,2% em 15 minutos de processo.

Palavras-chave: *Formaldeído, processos oxidativos avançados, carbono orgânico total.*

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento das atividades humanas tende a ocasionar impactos ambientais, principalmente em atividades que envolvem processos industriais e com uso de produtos químicos que geram efluentes. Devido a presença de contaminantes nestes efluentes, há necessidade de se atentar aos impactos causados ao ecossistema e à saúde humana (Olkoski, 2020) surgindo a necessidade da investigação de processos de tratamento e redução de impactos causados por estes efluentes.

O formaldeído é comumente utilizado em Laboratórios para conservação de peças humanas, gerando volume considerável de efluente quando sua troca se faz necessária. Neste sentido, podem ser usados processos de tratamento biológicos e físico-químicos (Araujo, 2013), visando reduzir ou mesmo neutralizar a toxicidade deste efluente. Dentre os processos físico-químicos, destacam-se os processos oxidativos avançados (POA's), como Foto-Eleto-Fenton (FEF), baseado no uso de íons ferrosos que reagem com H_2O_2 em presença de luz UV-C, gerando radicais hidroxila ($\text{OH}\cdot$), altamente reativos que degradam a maioria dos contaminantes orgânicos (Kajitvichyanukul, 2008). Utilizando este tipo de oxidação, este trabalho teve o objetivo de verificar a importância de três parâmetros na remoção de carbono orgânico total (COT) de efluente de formaldeído, como H_2O_2 , pH e corrente elétrica.



2. MATERIAL E MÉTODO

2.1 Amostragem e delineamento

A amostra de água residuária de formaldeído foi coletada em uma Universidade na cidade de Santo Ângelo, no noroeste do estado do Rio Grande do Sul, Brasil, onde fica armazenado em um tanque de aço inoxidável de 5000 litros e é usado na conservação das peças anatômicas humanas. Para a coleta, foi realizada homogeneização do tanque com uma haste de madeira e posterior armazenamento da amostra em recipiente de polietileno com tampa, de 20 litros de capacidade. Os experimentos foram realizados no Laboratório de Efluentes da Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS), localizada no município de Cerro Largo, RS, Brasil. Um delineamento composto central rotacional (DCCR) foi feito para determinar a relação entre os parâmetros peróxido de hidrogênio (H_2O_2), intensidade de corrente elétrica (I) e pH no processo de redução de carbono orgânico total (COT) da amostra, através de 15 ensaios prévios com variação de H_2O_2 entre 30909 a 24090 mg L, corrente elétrica de 0,66 a 2,34 A e faixa de pH de 2,98 – 8,02. Para o ajuste das concentrações de H_2O_2 foi utilizada solução de peróxido de hidrogênio 30%, os ajustes de pH foram realizados com soluções de hidróxido de sódio (NaOH) e ácido sulfúrico (H_2SO_4). A corrente elétrica foi gerada por meio de fonte com controle e monitoramento de corrente e tensão (V) e os dados obtidos foram usados para análise das suas importâncias no processo, por meio de metodologia de superfície de resposta (MSR) para verificar se existe relação entre os parâmetros avaliados e a remoção de COT.

Para as análises estatísticas e plotagem dos gráficos foram usados os softwares Statistic® e Origin®.

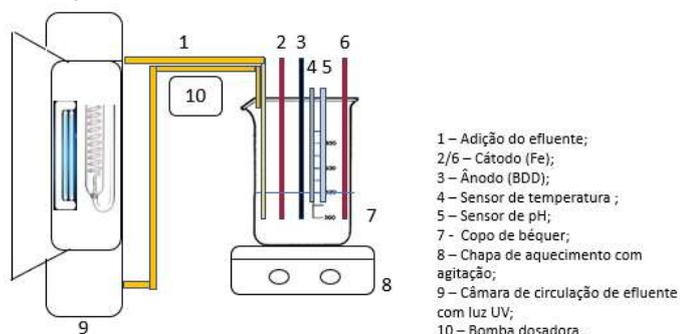
2.2 Experimentos de avaliação

Após a verificação da importância dos parâmetros, foram realizados 6 experimentos de avaliação para melhor compreender o processo e suas variações, onde foram também monitorados parâmetros como temperatura ($^{\circ}C$), tensão (V), tempo de reação (min), condutividade elétrica ($mS\ cm^{-1}$), assim como a adição de H_2O_2 de diferentes formas e controle de pH em alguns experimentos. A estrutura usada na realização dos experimentos é mostrada na Figura 01, onde a circulação da amostra foi realizada na vazão de $0,6\ L\ min^{-1}$, totalizando 120 minutos de processo em cada experimento. Os experimentos de avaliação foram realizados mantendo a corrente elétrica fixa em 2.4 A, variando a forma de adição de H_2O_2 , iniciando nos experimentos 1 e 2 com $24000\ mg\ L^{-1}$ em adição única inicial; experimento 3 com adição de $12000\ mg\ L^{-1}$ mais quatro adições de $3000\ mg\ L^{-1}$ nos tempos 15, 30, 60 e 90 minutos; experimento 4 com $4800\ mg\ L^{-1}$ iniciais mais quatro adições de $4800\ mg\ L^{-1}$ nos tempos de 15, 30, 60 e 90 minutos; experimento 5 com $12000\ mg\ L^{-1}$ mais quatro adições de $3000\ mg\ L^{-1}$; e o experimento 6 com adição de H_2O_2 realizada igualmente ao experimento 4.

Durante o processo foram feitas coletas de amostra para a determinação do COT, nos tempos 0, 15, 30, 60, 90 e 120 minutos e o armazenamento foi feito em eppendorf's, após passar pelo processo de centrifugação. Depois da realização de todos dos experimentos, as amostras foram avaliadas quanto ao teor de carbono orgânico total em equipamento analisador de COT.



Figura 01. Esquema do reator usado no processo FEF.



(Fonte: Os autores)

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para os 3 parâmetros avaliados no DCCR houve correlação positiva na remoção de COT baseados nos dados gerados, de concentração inicial de 61117 mg L^{-1} , conforme a Figura 02, obtendo a seguinte ordem: H_2O_2 ($p < 0,01$) > I ($p = 0,02$) > pH ($p = 0,03$) na influência sob o processo (Tabela 01). Estes parâmetros de trabalho são solidamente descritos na literatura como importantes no tratamento de águas residuárias usando processos oxidativos avançados (POA's), assim como a composição do ânodo usado (Akyol, 2019) e teor de contaminante e tempo de tratamento, também chamado de tempo de contato (Hosseinzadeh, 2021). O experimento número 3 (Figura 03) foi o que proporcionou maior remoção de COT entre os 6 ensaios de avaliação realizados, com 53,7% e parâmetros dosagem única de H_2O_2 de 24000 mg L^{-1} , pH inicial e não controlado 4,6, corrente 2,4A e tempo de 15 minutos. Nota-se que a remoção de COT no experimento 03 chegou a 55,2% no tempo de 60 minutos, porém, foi escolhido o tempo de 15 minutos para o processo, pois a diferença de remoção de COT de 1,5% de t_{15} até t_{60} não justifica a manutenção da reação, pois acaba tornando o processo oneroso para uma diferença insignificante de remoção.

Tabela 01. Correlações dos parâmetros investigados com a remoção de COT.

Parâmetro	Valor de p
H_2O_2	< 0,01
I (A)	0,02
pH	0,03

(Fonte: Os Autores)

3.1 Efeito do H_2O_2

Como visto na Tabela 01, o H_2O_2 é o parâmetro de maior correlação na remoção de COT da água residuária contendo formaldeído. A exposição do H_2O_2 a luz UV facilita sua decomposição (Xuemei, 2022) e um aumento na concentração de H_2O_2 ocasiona maior geração de radicais OH^\bullet , responsáveis pela degradação dos contaminantes (Kurt, 2007), havendo uma tendência ao aumento na remoção de COT (Moussavi, 2012) que, como os contaminantes de modo geral, possuem relação inversa em termos de concentração com o H_2O_2 , uma vez que quanto maior a concentração de formaldeído na amostra menor tende a ser a concentração de H_2O_2 , devido ao alto consumo dos radicais OH^\bullet gerados (Benitez, 2001).



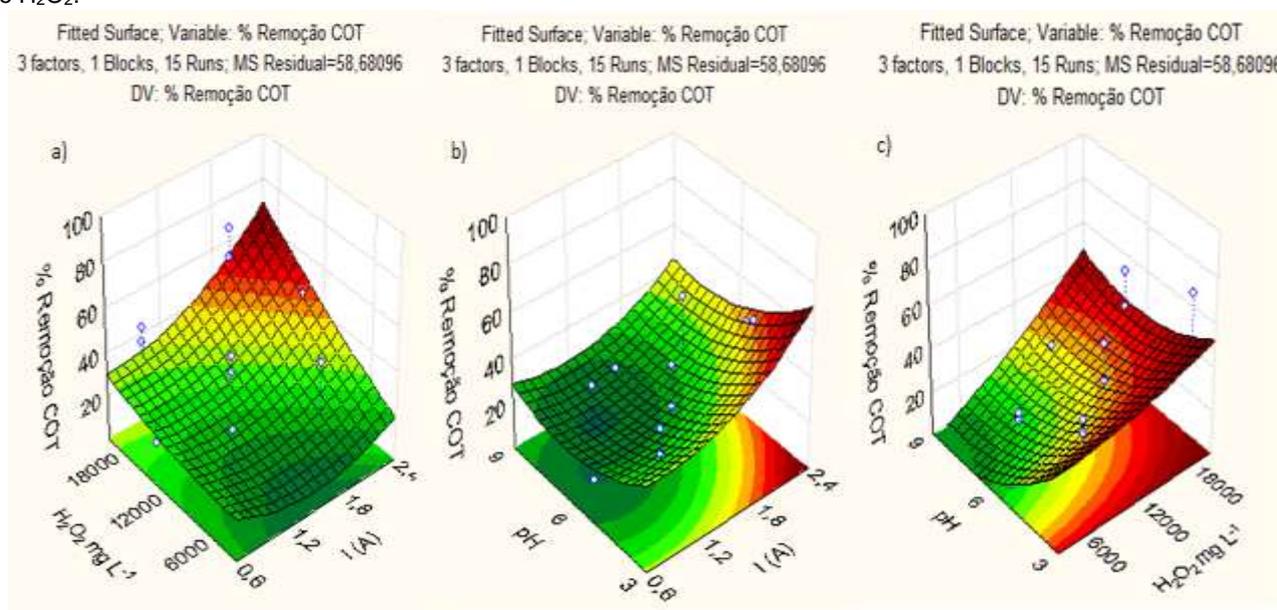
3.2 Efeito do pH

Como mostra a Figura 03, o pH aumenta no início do processo, no intervalo de 5 minutos de reação, tendo seu valor reduzido ao longo do processo, tendo este efeito relatado na literatura (Akyol, 2019). Como o pH da amostra bruta foi de 4,6, percebe-se uma relação com o aumento da temperatura no sentido de que quando a temperatura está muito alta, o H_2O_2 pode se decompor e a formação de radicais OH^\bullet inicia o processo oxidativo. A presença de fenol na amostra é responsável pela sua leve acidez, devido ao seu caráter ácido que, em solução, libera H^+ produzindo a base fenolato, que se estabiliza pela ressonância do anel aromático e, uma vez que o fenol é adicionado à solução de formaldeído em menor quantidade, é degradado havendo redução de acidez o meio reacional. O valor de pH 4,6 da água residuária bruta sem mantimento de controle obteve melhor remoção de COT, no experimento 3. Este resultado é coerente com o obtido por Borba *et al* (2022) na utilização de um sistema híbrido para aplicação de POA's.

3.3 Efeito da intensidade de corrente

A corrente elétrica tem participação na liberação de íons Fe no meio reacional, tendo relação entre a massa de Fe^{2+} e o H_2O_2 adicionado (Fe^{2+}/H_2O_2) (Moussavi, 2012), havendo perda de massa dos eletrodos pela escarificação acelerada do ânodo (Moussavi, 2011). Pode ser relacionada com os eletrodos através da medida da densidade de corrente, sendo importante parâmetro de controle de processos eletroquímicos (Akyol, 2019; Seibert, 2020). A densidade de corrente envolvida neste processo foi de 14 mA/cm^2 e a distância entre os eletrodos foi de 2,5 cm.

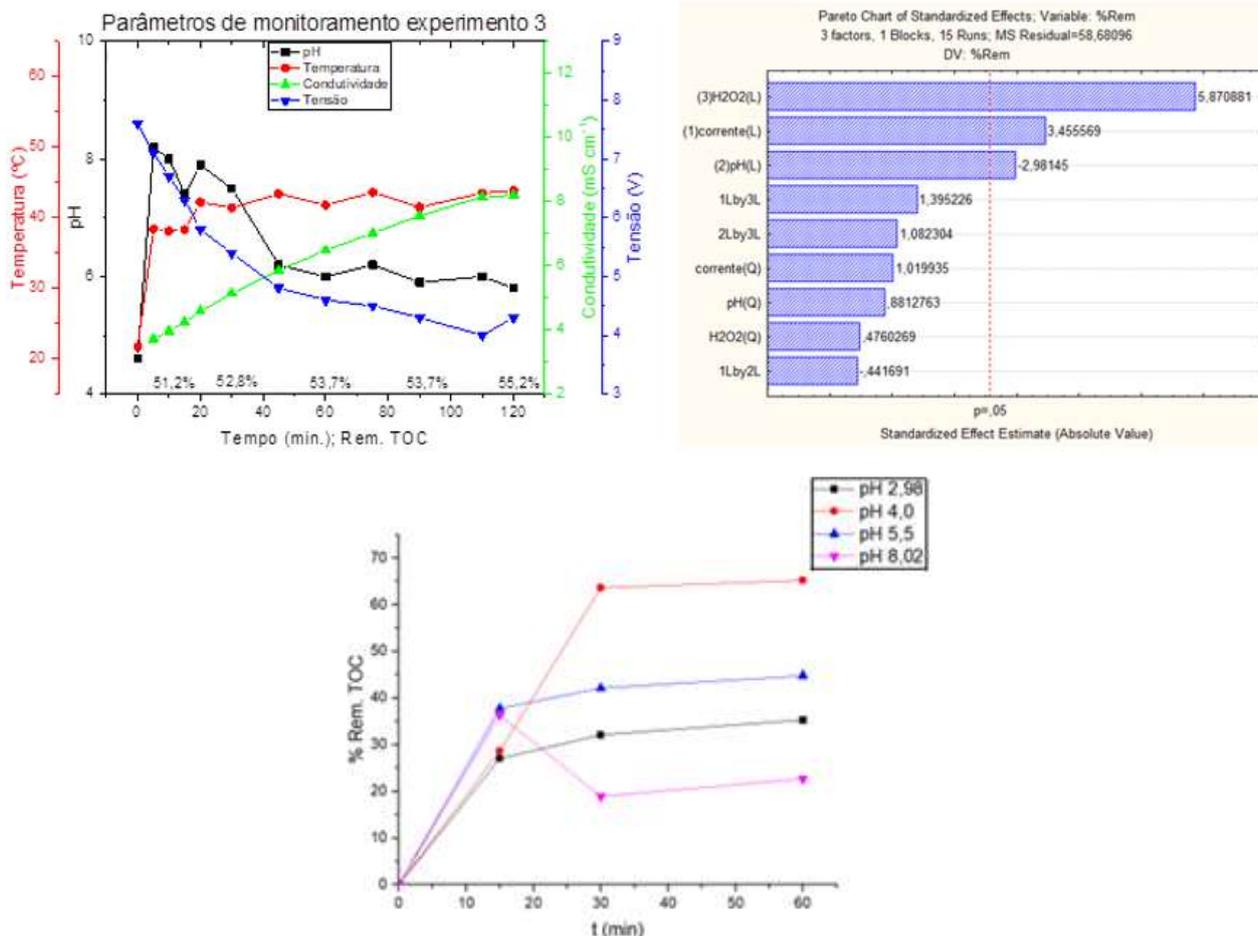
Figura 02. Metodologia de superfície de resposta (MSR) para os parâmetros a) H_2O_2 e I(A); b) pH e I(A); e c) pH e H_2O_2 .



(Fonte: Os Autores)



Figura 03. Remoção de COT no experimento 3 e relações entre seus parâmetros de controle e monitoramento (esquerda), análise de Pareto (direita) e relação do pH com a remoção de COT (baseada na MSR, abaixo).



(Fonte: Os Autores)

4. CONCLUSÃO

O efeito dos parâmetros avaliados (H_2O_2 , pH e corrente elétrica) na redução de carbono orgânico total ($COT_0 = 61117 \text{ mg L}^{-1}$) em amostra de água residuária contendo formaldeído foi positivo, com maior influência do H_2O_2 para este processo. O experimento avaliativo que obteve maior remoção de COT foi o número 3 (53,7%), com dosagem única de H_2O_2 de 24000 mg L^{-1} , pH inicial e não controlado de 4,6 e corrente 2,4 Na num tempo de 15 minutos. Estes parâmetros são condizentes com a literatura avaliada que avalia a melhor faixa de pH para os sistemas Foto-Eleto-Fenton entre 3,3 – 4,5 e a participação direta do H_2O_2 na redução de COT, assim como a corrente elétrica.

O processo mostra-se eficiente na redução de COT em água residuária contendo formaldeído, com a possibilidade da extensão de avaliações futuras para contaminantes individuais, como avaliar a degradação de formaldeído e fenol.



REFERÊNCIAS

- AKYOL, A. et al. Treatment of phenol formaldehyde production wastewater by electrooxidation-electrofenton successive processes. **Separation Science and Technology**, v. 55, n. 15, p. 2830–2843, 12 out. 2020.
- ARAÚJO, M. B. Avaliação da degradação fotocatalítica de soluções de formol e da geração de H₂ utilizando nanotubos de TiO₂. 2013. 51 f. Trabalho de conclusão de curso - Química Industrial, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2013. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/90055/000913766.pdf?sequence=1>. Acesso em 2022.
- BAO, X. et al. Cascading in-situ generation of H₂O₂ and Fenton-like reaction in photocatalytic composite ultrafiltration membrane for high self-cleaning performance in wastewater treatment. **Journal of Membrane Science**, v. 660, p. 120866, out. 2022.
- BENITEZ, F. J. et al. Oxidation of several chlorophenolic derivatives by UV irradiation and hydroxyl radicals. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, v. 76, n. 3, p. 312–320, mar. 2001.
- BORBA, F. H. et al. New hybrid strategy of the photo-Fered-Fenton process assisted by O₃ for the degradation of wastewater from the pretreatment of biodiesel production. **Chemosphere**, v. 306, p. 135470, nov. 2022.
- HOSSEINZADEH, A. et al. Improving Formaldehyde Removal from Water and Wastewater by Fenton, Photo-Fenton and Ozonation/Fenton Processes through Optimization and Modeling. **Water**, v. 13, n. 19, p. 2754, 4 out. 2021.
- KAJITVICHYANUKULUMA, P. Degradação do formaldeído na presença de metanol por processo foto-Fenton. *Journal of Environmental Management* 86, 2008, 545-553.
- KURT, U.; APAYDIN, O.; GONULLU, M. T. Reduction of COD in wastewater from an organized tannery industrial region by Electro-Fenton process. **Journal of Hazardous Materials**, v. 143, n. 1–2, p. 33–40, maio 2007.
- MOUSSAVI, G.; BAGHERI, A.; KHAVANIN, A. The investigation of degradation and mineralization of high concentrations of formaldehyde in an electro-Fenton process combined with the biodegradation. **Journal of Hazardous Materials**, v. 237–238, p. 147–152, out. 2012.
- MOUSSAVI, G.; KHOSRAVI, R.; FARZADKIA, M. Removal of petroleum hydrocarbons from contaminated groundwater using an electrocoagulation process: Batch and continuous experiments. **Desalination**, v. 278, n. 1–3, p. 288–294, set. 2011.
- OLKOSKI, L. Avaliação de diferentes processos de tratamento visando a remoção de formol presente em efluentes de laboratórios anatômicos. *Revista Vivências, Erechim*, v. 16, n. 31, p. 137-155, jul./dez. 2020.
- SEIBERT, D. et al. Occurrence, statutory guideline values and removal of contaminants of emerging concern by Electrochemical Advanced Oxidation Processes: A review. **Science of The Total Environment**, v. 748, p. 141527, dez. 2020.



PENEIRAMENTO E ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE RAÇÃO MISTA PARA PASSÁROS

Bruno Giovelli Colovini¹, Gabriel Zagonell Guma¹, Mikele da Silveira Vianna^{1*}, Isaac dos Santos Nunes¹

¹Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, URI-Santo Ângelo, Departamento de Engenharias e Ciência da Computação, Curso de Engenharia Química

*mikelevianna@aluno.santoangelo.uri.br

Área do Trabalho: Fenômenos de Transporte, Operações Unitárias e aplicações.

RESUMO

Peneiramento é uma operação unitária que consiste na separação de partículas sólidas em frações de diferentes granulometrias em virtude da passagem da amostra em peneiras com distintas dimensões de abertura, a fim de exercer uma análise granulométrica do material em estudo. Nesse segmento, teve-se por finalidade realizar tal análise de interesse em uma ração mista para pássaros. Foram empregadas várias peneiras entre 4 e 14 *Mesh* e a amostra foi analisada em 10 minutos com intensidade vibracional equivalente a 7. Por meio do experimento, verificou-se que o modelo mais adequado para a amostra foi o GGS, visto que o coeficiente de correlação da reta adquirido resultou em um valor de 0,9988. Ademais, efetuou-se a utilização de procedimentos computacionais de imagem no software “*Image J*” para identificar o Diâmetro de Feret e a esfericidade das partículas. Foram obtidos os seguintes valores para o Diâmetro de Feret, para as partículas do farelo de amendoim, 0,917 cm; semente de girassol, 1,253 cm; farelo de trigo, 0,876 cm; grão de soja, 0,660 cm; farelo de mandioca, 0,563 cm; aveia com casca, 0,752 cm; farelo de arroz 1,608 cm; amendoim com casca, 0,990 cm; farinha de ossos calcinados, 0,729 cm e levedura seca de cana-de-açúcar, 1,061 cm.

Palavras-chave: *análise granulométrica, peneiramento, ração animal, diâmetro de Feret.*

1. INTRODUÇÃO

A análise granulométrica, efetuada através da determinação e medição do tamanho e forma de partículas de interesse, é amplamente utilizada em uma variedade de segmentos industriais. Nas áreas de geologia, metalurgia, agricultura, engenharia de concreto e agregados, há uma grande variação de dimensões e de formato dos elementos, portanto, a classificação dessas variáveis é bastante complexa (WANG, 2005). O peneiramento é a técnica mais comum e mais antiga aplicada para essa resolução, devido a sua simplicidade, fácil reprodutibilidade e baixo custo operacional, podendo ser realizada em fragmentos que variam em tamanho de 5 μm a 125 mm (DISHMAN, 2006). Essa operação unitária é realizada segregando a amostra em frações de proporções distintas, podendo ser realizada a seco ou a úmido, através da distribuição de uma série de peneiras padronizadas geralmente em *Tyler (W. S. TylerTM)* ou *USSS (United States Sieve Series)*, com diferentes aberturas de malha (Peçanha, 2014).



Além disso, técnicas de análise de imagem têm sido utilizadas para a medição de tamanho de partículas. Como os computadores são largamente manuseados hoje em dia, o custo de um sistema de imagem é baixo e a verificação dessas propriedades pode ser realizada de maneira fácil e rápida. Essas técnicas dependem da obtenção de um contorno individual de cada fragmento por meio de uma fotografia, a qual é aplicada em um *software* computacional a fim de se estabelecer os parâmetros dimensionais e de conformação (WANG, 2006).

A caracterização de tais partículas é de suma importância na alimentação de pássaros, cada espécie possui um formato de bico que é adaptado para sua dieta (MOORE, 2017). A classificação das partículas garante uma ração adequada para cada espécie, promovendo um bem-estar animal. Daí a importância do estudo do dimensionamento dos grãos.

Neste trabalho foram abordados os procedimentos práticos de peneiramento exercidos em escala laboratorial, tendo como objeto de avaliação uma amostra de ração mista para pássaros que continha 10 classes diferentes de sementes, acompanhados de um método de caracterização de partículas efetuado através de técnicas computacionais de análise de imagem no *software Image J*.

2. MATERIAL E MÉTODO

a. Peneiramento e análise granulométrica

No que concerne ao procedimento efetuado para o ensaio de peneiramento, foram inicialmente pesados aproximadamente 200 g de amostra de ração mista para pássaros. A escolha da técnica abrangeu a realização a seco, que foi estabelecida com um tempo de agitação mecânica equivalente a 10 minutos. Em seguida, realizou-se a distribuição estatística de tamanhos ou granulometria de partículas, que é expressa, usualmente, em função da frequência relativa das partículas que detém certo diâmetro. No caso do peneiramento, essa função pode ser expressa através da massa (CREMASCO, 2014).

Os dados de frequência relativa e diâmetro médio das partículas propicia a construção de gráficos que auxiliam na interpretação dos resultados de peneiramento e proporcionam a identificação do modelo de distribuição granulométrica mais adequado aos resultados, que pode ser o GGS, descrito na Equação 1, ou o RRB, indicado na Equação 2:

$$X_i = \left(\frac{D_i}{k}\right)^m \quad \text{Equação 1}$$

$$X_i = 1 - \exp\left[-\left(\frac{D_i}{D'}\right)^n\right] \quad \text{Equação 2}$$

sendo D_i o diâmetro de interesse (μm), k representa o D_{100} ou diâmetro que acumula 100% das partículas (μm), m é o coeficiente angular da reta para o modelo GGS, obtido através dos resultados de distribuição (-), D' é o diâmetro que acumula 63,2% das partículas (μm) e n indica o coeficiente angular da reta para o modelo RRB (-).

No caso do gráfico de Análise Granulométrica Diferencial (AGD), descrita por meio da Equação 3, temos os valores correspondentes à quantidade de amostra em um determinado diâmetro D_i . Enquanto isso, a Análise Granulométrica Acumulada engloba a Fração Retida (AGAR), que corresponde à quantidade de massa que ficou retida até um diâmetro D_i e pode ser calculada



pela Equação 4. Além disso, essa análise também inclui a Fração Passante (AGAP), que indica a quantidade de massa passante em um diâmetro D_i . Nesse contexto, AGAP é calculada em função da Equação 5:

$$AGD = x_i = \frac{m_i}{m} \quad \text{Equação 3}$$

$$AGAR = \sum x_i \quad \text{Equação 4}$$

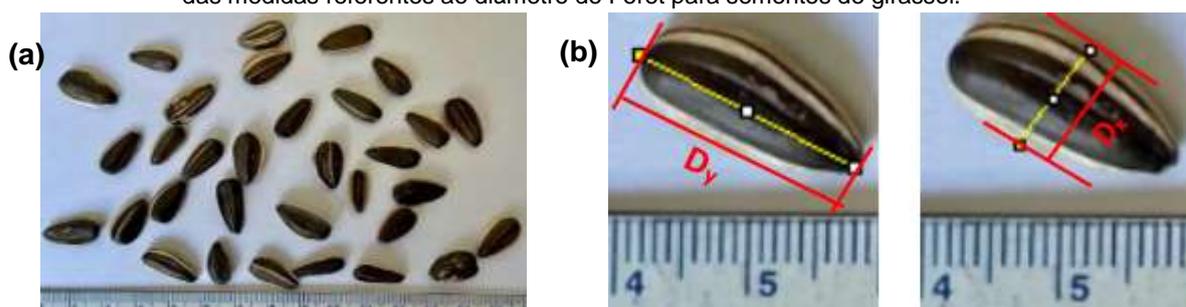
$$AGAP = 1 - \sum x_i \quad \text{Equação 5}$$

sendo x_i a frequência relativa (-), m_i a quantidade de amostra em um determinado diâmetro D_i (g) e m compreende a massa total original (g).

2.2 Análise de Imagens

Para aplicar a técnica de análise computacional de imagens digitalizadas, registrou-se, com câmera digital e o auxílio de uma régua aplicada como medida de referência, uma imagem individual da vista superior de cada uma das sementes contidas na amostra de ração, com 30 grãos da mesma espécie, como mostra a Figura 1(a). Em seguida, as imagens foram processadas utilizando o software *ImageJ*, onde foram mensuradas as distâncias em relação aos planos x e y de cada partícula, como designa a Figura 1(b).

Figura 1. (a) Representação das imagens empregadas na técnica de análise computacional e (b) determinação das medidas referentes ao diâmetro de Feret para sementes de girassol.



(Fonte: os Autores).

A partir dos dados obtidos nas medidas das imagens das partículas, com a Equação 6 calculou-se o diâmetro de Feret. Na sequência, foram determinados o alongamento e a esfericidade da partícula através das Equações 7 e 8, respectivamente,

$$D_{Fe} = \frac{D_y + D_x}{2} \quad \text{Equação 6}$$

$$Al = \frac{D_{maior}}{D_{menor}} \quad \text{Equação 7}$$

$$\Phi = \frac{1}{Al} \quad \text{Equação 8}$$



sendo D_x o diâmetro mínimo de Feret (cm), D_y o diâmetro máximo de Feret (cm), Al o alongamento (-), D_{maior} o maior diâmetro (cm), D_{menor} o menor diâmetro (cm), φ a esfericidade (-).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Ao finalizar o ensaio de peneiramento, as partículas analisadas foram segregadas em diferentes peneiras como mostra a Figura 2.

Figura 2. Resultado da distribuição de partículas obtida ao final do ensaio de peneiramento



(Fonte: os Autores).

Em seguida, pesou-se cada fração de tamanho de partícula retida em sua respectiva peneira em prol de calcular a distribuição de suas dimensões. A partir disso foi elaborada a Tabela 1 para representar os dados obtidos, onde o diâmetro médio é designado como D_{pi} (cm) e corresponde à média das aberturas das peneiras utilizadas no ensaio.

Tabela 1. Resultados da análise granulométrica da amostra de ração de pássaros

Peneira (mesh)	D_{pi} (μm)	Massa (g)	AGD	AGAR	AGAP	φ	
-3,5	+4	5175	108	0,540	0,54000	0,46000	1,851852
-4	+6	4050	51	0,255	0,79500	0,20500	1,257862
-6	+8	2855	31	0,155	0,95000	0,05000	1,052632
-8	+10	2030	7	0,035	0,98500	0,01500	1,015228
-10	+14	1440	3	0,015	1,00000	0,00000	1
-14	FUNDO	590	0	0,000	1,00000	0,00000	-

(Fonte: os Autores).

A partir desses dados experimentais, obteve-se a equação da reta do modelo GGS e do RRB. As equações de linearização das retas servem para obtenção dos parâmetros de k , m , n e D' , por exemplo. Com estes valores, foi possível montar a equação dos modelos de distribuição granulométrica, que estão descritos na Tabela 2.

Na Tabela 3 estão evidenciadas as propriedades de dimensões das diferentes partículas oriundas da amostra de interesse e na Figura 3 há a descrição visual das sementes que foram analisadas no *software ImageJ*. A semente da soja (4), apresentou valores médios para a esfericidade de 0,975, valor acima do encontrado por Matouk et al. (2008) de 0,8721. Uma das causas possíveis dessa diferença é variação da umidade das sementes, como relatado por Isik (2007) e o método de análise. O menor valor de esfericidade é o da Aveia com casca (6) de 0,271,



causado por seu alto valor de alongamento, de 3,687. Foram calculados os valores de desvio padrão relativo (D.P.R) da esfericidade, onde as partículas 7 e 10 apresentaram maior desvio, 4,53% e 5,36% respectivamente, por falta da padronização no preparo de ambas, por se tratarem de material extrusado. As partículas naturais (girassol, soja, aveia e amendoim) foram que apresentaram menor valor de D.P.R de, 1,41%, 1,39%, 1,43% e 1,42%.

Tabela 2. Modelos de distribuição granulométrica e seus parâmetros para a ração para pássaros

Modelo	Parâmetro	R ²	Equação (D _i em µm)
GGS	m= 3,7062	0,9988	$X_i = \left(\frac{D_i}{5175}\right)^{3,7062}$
	k= 5175		
RRB	n=3,9946 D'=5873,55	0,9986	$X_i = 1 - \exp\left[-\left(\frac{D_i}{5873,55}\right)^{3,9946}\right]$

(Fonte: os Autores).

Tabela 3. Resultados médios das Propriedades de Dimensões de Partículas Atribuídos pelo Método de Análise de Imagem Computacional.

Partícula	Dx (cm)	Dy (cm)	Dm (cm)	AI (-)	Φ (-)	D.P.R Φ (%)
1	0,912	0,922	0,917	1,083	0,923	1,51
2	1,661	0,845	1,253	2,007	0,498	1,41
3	1,31	0,443	0,876	2,962	0,337	1,53
4	0,668	0,652	0,660	1,024	0,975	1,39
5	0,766	0,358	0,563	2,137	0,467	1,49
6	1,183	0,320	0,752	3,687	0,271	1,43
7	0,887	1,504	1,608	1,710	0,584	4,53
8	1,243	0,738	0,990	1,461	0,684	1,42
9	1,004	0,453	0,729	1,825	0,547	1,45
10	1,080	1,041	1,061	1,489	0,671	5,36

(Fonte: os Autores).

Figura 3. Sementes separadas após o peneiramento: Farelo de Amendoim (1); Semente de Girassol (2); Farelo de Trigo (3); Grão de Soja (4); Farelo de Mandioca (5); Aveia com casca (6); Farelo de Arroz (7), Amendoim com casca (8); Farinha de ossos calcinados (9); Levedura seca de cana-de-açúcar (10).



(Fonte: os Autores).

4. CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, determinou-se que o modelo ideal para descrever os dados oriundos desta análise granulométrica foi o GGS, em que o coeficiente de correlação atingiu o valor



de 0,9988. Uma afirmação relevante com base nos dados adquiridos, foi a de que o material ficou quase completamente retido entre as peneiras de 4 e 8 *mesh*.

Além disso, as análises de partículas efetuadas em função do método de imagem computacional resultaram em dados coerentes de Diâmetro de Feret, em que se obteve para as partículas do farelo de amendoim o equivalente a 0,917 cm, para as semente de girassol, 1,253 cm, para o farelo de trigo, 0,876 cm, enquanto isso, para o grão de soja, 0,660 cm, para o farelo de mandioca, 0,563 cm, para a aveia com casca, 0,752 cm, para o farelo de arroz 1,608 cm, para o amendoim com casca, 0,990 cm, para a farinha de ossos calcinados, 0,729 cm e para a levedura seca de cana-de-açúcar, 1,061 cm.

Com relação às esfericidades, o grão da soja possui a maior dentre as demais partículas, ao contrário da aveia com casca, que em virtude de seu grande alongamento apresentou baixa esfericidade. Todos os valores obtidos pelo *software Image J* exibiram desvio padrão que variou de 1,39% até 5,36%, devido à diferença entre as partículas que compõem a amostra.

REFERÊNCIAS

ARAÚJO, G. S. **Estudos de parâmetros texturais das areias para argamassas de revestimento através da análise de imagens**. Dissertação de Mestrado. Vitória: Universidade Federal do Espírito Santo, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2001.

COLLINS, T.J. ImageJ for microscopy. **BioTechniques**, v. 43, p. 25–30, 2007.

CREMASCO, M. A. **Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos**, 2° ed. São Paulo: Blucher, 2014.

DISHMAN K. L. Sieving in Particle Size Analysis. **Encyclopedia of Analytical Chemistry**, 2006 John Wiley & Sons, Ltd.

ISIK, E.; Izli, N. Moisture physical and mechanic properties of dent corn (*Zea mays* var. *indentata* Sturt) seeds (Ada-523). **American Journal of Food Technology**, v.2, n.5, p.342-353, 2007.

MATOUK, A. M.; Abd El-Latif, S. M.; Tharwat, A. Physical properties of some oil producing crops. **Journal Agricultural scientific**, Mansoura, Egypt, v.33, p.4213–4233, 2008.

MOORE, Jay.; Behavioral selection by consequences. **Brazilian journal of behavior analysis**, v. 13, n.2, p. 48-56, 2017.

PEÇANHA R. P. **Sistemas Particulados: Operações Unitárias Envolvendo Partículas e Fluidos**, Elsevier Editora Ltda, 2014.

WANG W. Image analysis of particles by modified Ferret method — best-fit rectangle. **Powder Technology**, v. 165, p. 1–10, 2006.



PERFIL MICROBIOLÓGICO E MULTIPARÂMETROS DO LEITE BOVINO DE UM REBANHO NO NOROESTE DO ESTADO DO RS, BRASIL

Gabriela Birck^{1*}, Maikow Zago¹, Marcelo Paulo Stracke¹, Vitor Cauduro Girardello¹, Núbia Cristina Weber Freitas¹, Moacir Mesquita da Silveira Junior¹

¹Universidade Regional do Alto Uruguai e das Missões, URI – Campus de Santo Ângelo, Departamento de Ciências Agrárias, Laboratório de Inovação de análise de leite e apoio para empresas (LIALAE).

*e-mail: gabrielabirck@aluno.santoangelo.uri.br

Área do trabalho: Química: Geral, Inorgânica, Orgânica, Analítica e Físico-Química.

RESUMO

A pesquisa foi desenvolvida no município de Santo Ângelo, RS, Brasil, em um rebanho de bovinos de raça holandesa, totalizando 39 amostras coletadas no mesmo dia da análise. O objetivo foi avaliar o perfil do leite in natura, sendo que a determinação do perfil microbiológico do leite foi realizada por contagem padrão em placas (CPP) e os parâmetros físico químicos por citometria de fluxo Smartcounter[®] em equipamento automatizado. O rebanho em estudo apresentou 3 amostras acima do permitido para o perfil microbiológico e o teor de gordura abaixo do estabelecido pela legislação do Ministério da Agricultura (Instrução Normativa 76 de 2018, MAPA). Os demais itens, como extrato seco (sólidos totais), proteína, lactose, densidade e teor de sais mostraram-se coerentes com a legislação e literatura.

Palavras-chave: *Leite bovino; perfil microbiológico; parâmetros físico químicos.*

1. INTRODUÇÃO

Com o aumento da população mundial de forma emergente, o setor de alimentos necessita de novas tecnologias e melhorias na produção devem ser desenvolvidas para atender a demanda mundial. Neste contexto, o leite bovino é um alimento largamente consumido e, no Brasil, a produção histórica registrada teve início em 1961, com 5,2 milhões de toneladas, chegando a 35 milhões de toneladas em 2015 podendo ser explicada pelo investimento em tecnologia, principalmente. Mesmo assim, o país não tem autossuficiência para o consumo e importação (Vilela, 2017), tendo seu consumo recomendado variando conforme a faixa etária, de 146 l hab⁻¹ ano⁻¹ até 256 l hab⁻¹ ano⁻¹ (Embrapa, 2021).

A qualidade do leite está associada ao manejo e a raça do rebanho, entre outros fatores. Para possibilitar a venda e o consumo seguro, algumas normas devem ser seguidas, as quais estão estabelecidas pelo Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA).

Para melhor compreensão da dinâmica de consumo do leite é possível estabelecer o perfil do consumidor.

Conforme Wijndaele (2009), há relação entre o baixo nível de escolaridade materna e baixa renda com a introdução precoce do leite na alimentação das crianças, por vezes, substituindo erroneamente o aleitamento materno. Considerando que o leite é um dos alimentos mais importantes e sua indicação é alta entre crianças e jovens, a realização deste trabalho é justificada para melhor compreender as suas características e melhorar a qualidade microbiológica e dos seus parâmetros físico químicos.



2. MATERIAL E MÉTODO

O rebanho da amostragem é da raça holandesa e está localizado na região noroeste do estado do Rio Grande do Sul, Brasil e foram avaliadas 39 amostras de leite com coletas realizadas em frascos de 50 ml previamente esterilizados, e as análises foram realizadas na Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, URI Campus de Santo Ângelo, RS, no Laboratório de Inovação de análise de leite e apoio para empresas (LIALAE), num período menor que 8 horas desde a coleta, sendo as mesmas feitas no mês de julho de 2022. O armazenamento das amostras foi feito em geladeira e manteve-se em temperaturas entre 2 e 4°C.

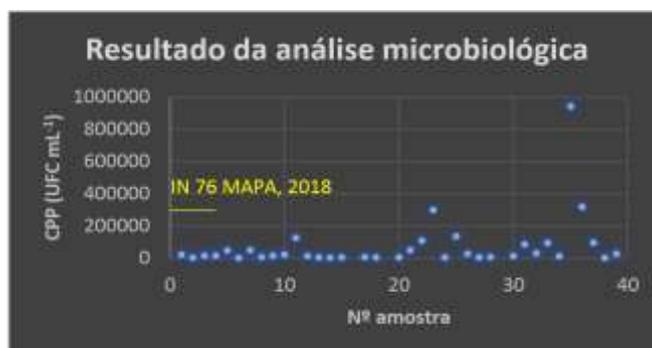
As análises realizadas para a determinação dos perfis microbiológico e multiparâmetros das amostras de leite foram contagem padrão em placas (CPP), utilizando método referência o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA, 2018), usando placas tipo compact dry (Cap-Lab®) com posterior leitura das placas usando equipamento semiautomatizado Smartcounter® com valor expresso em unidades formadoras de colônia por ml (UFC ml). Para as análises multiparâmetros foi utilizado equipamento automatizado Lactoscan Combo®, baseado em citometria de fluxo, com análises simultâneas de cada item pós injeção das amostras. Foram determinados teores de gordura, sais, extrato seco, densidade, lactose e proteína no leite *in natura*

No parâmetro microbiológico (CPP), verificou-se três amostras (8,3%) com valor igual ou acima do permitido pela legislação (MAPA, 2018), com valores de 300.000 UFC ml para a amostra número 23, 320.000 UFC ml para a amostra 36 e o valor mais alto de 940.000 UFC ml para a amostra 35. Este valor está muito acima do limite legal da Instrução Normativa 76, de 2018, do MAPA, e necessita de atenção especial para entender o local e buscar formas de corrigir a fonte de contaminação. A contaminação do leite ocorre por diversos motivos, porém, geralmente está associado à manipulação e os procedimentos de lavagem, incluindo a qualidade da água usada (Berhanu, 2021) e até mesmo a geografia, ou seja, a localidade onde está o rebanho e suas características (Peng, 2020). Isto torna o leite uma possível fonte de bactérias que podem variar entre mesófilas aeróbicas, coliforme totais, *Staphylococcus auerus*, *Salmonella* e *Escherichia coli*, por exemplo, tornando o produto um risco para a saúde do consumidor (Joubrane, 2022). As demais amostras mostraram valores baixos de CPP, como mostra a Figura 01. A metodologia, a seletividade e a qualidade do meio de cultura utilizado na análise microbiológica são importantes, visto que alguns componentes podem mascarar o resultado, como a presença de aditivos irregulares como cloreto de amônio, hidróxido de sódio, ureia, formaldeído ou ácidos e diluição do leite em água (Silva, 2022). Partindo deste princípio, foram usadas placas adquiridas e certificadas, com meio de cultura para contagem bacteriana total do tipo *compact dry*.

Em alguns casos a qualidade do leite bovino pode destoar de seus atributos comuns por diversos motivos, como clima, onde as secas trazem limitação de pastagem, por exemplo. Neste sentido, alguns estudos investigam a ação da adição de suplementos de enzimas fibrolíticas e amiolíticas e sua participação no comportamento e composição do leite, demonstrando diferenças na composição multiparâmetro do leite como produção, gordura e lactose (Liu, 2022).

As amostras nº 16, 19 e 29 não apresentaram resolução de leitura no equipamento, devido ao baixo crescimento das colônias, não sendo possível realizar a contagem das mesmas.

Figura 01: Contagem padrão em placas (CPP) para as amostras de leite do rebanho avaliado.



Fonte: Os autores.

Em relação aos multiparâmetros avaliados, o teor de gordura atendeu a Norma vigente somente em 8 amostras, estando abaixo para todas as demais. Os baixos índices de gordura do rebanho podem estar associados a dieta e a raça dos animais, porém, este é um fato a ser verificado para entender como corrigir estes teores para atender a legislação. Outros fatores interferem na produção e característica do leite, como os fatores ambientais de exposição à poluição do ar e ozônio, permitindo inclusive que vacas leiteiras sejam usadas como sentinelas em estudos de qualidade ambiental (Beaupied, 2022). Algumas dietas concentradas também diminuem o teor de gordura no leite, por meio de uma resposta inflamatória e estresse oxidativo na glândula mamária, assim como a inibição de enzimas relacionadas à síntese e gordura (Ma, 2022). Outra possibilidade relatada na literatura para aumentar o teor de gordura do leite é a suplementação alimentar com magnésio, o que, em alguns casos, pode aumentar o teor de gordura em até 12% num período de 4 dias. Isto sugere que alcalinizantes a base de magnésio, agem na síntese de gordura através da mudança na biohidrogenação ruminal. Outros suplementos de ação semelhante são óxido de magnésio e dolomita cálcio/magnésio (Razzaghi, 2021). No parâmetro relativo ao extrato seco, nenhuma amostra atingiu o estabelecido por Norma, estando todas abaixo do valor mínimo de 11,4%. A avaliação da densidade relativa das amostras esteve acima do limite 1,034 g ml para quatro amostras. Nos demais casos, os valores encontram-se dentro do limite. Nos parâmetros lactose e proteína, todas as amostras estão de acordo com a legislação Brasileira, atendendo o valor mínimo de 4,3 e 2,9%, respectivamente. A Tabela 01 mostra todos os resultados das análises multiparâmetros, associando-os com a IN 76, que estabelece os seguintes valores mínimos de referência: Teor de gordura 3%; extrato seco 11,4%; densidade 1,028-1,034 g ml⁻¹; lactose 4,3%; e proteínas 2,9%.

Tabela 01: Resultados da análise multiparâmetros das amostras de leite.

Amostra	Teor de gordura %	Extrato seco %	Densidade	Lactose %	Sais %	Proteína %
1	3,08	8,9	1,031	4,9	0,73	3,27
2	2,02	8,97	1,032	4,95	0,73	3,3
3	1,44	8,89	1,032	4,9	0,73	3,27
4	0,90	9,18	1,034	5,06	0,75	3,37
5	1,87	9,55	1,034	5,27	0,78	3,51
6	1,76	9,66	1,035	5,33	0,79	3,55
7	1,70	9,16	1,033	5,05	0,75	3,37



8	2,46	9,11	1,032	5,02	0,75	3,35
9	1,55	9,25	1,034	5,1	0,76	3,4
10	2,58	9,3	1,033	5,13	0,76	3,42
11	2,73	9,52	1,034	5,25	0,78	3,5
12	2,52	9,18	1,033	5,06	0,75	3,37
13	4,28	9,7	1,033	5,34	0,8	3,56
14	2,07	9,16	1,033	5,05	0,75	3,37
15	2,68	9,61	1,034	5,3	0,79	3,53
16	3,73	9,51	1,033	5,24	0,78	3,49
17	1,45	8,95	1,033	4,94	0,73	3,29
18	2,78	8,98	1,032	4,95	0,74	3,3
19	1,09	8,55	1,032	4,72	0,7	3,14
20	3,00	9,24	1,032	5,09	0,76	3,39
21	1,49	9,06	1,033	5	0,74	3,33
22	2,88	9,27	1,033	5,11	0,76	3,4
23	2,31	8,74	1,031	4,82	0,72	3,21
24	4,80	9,05	1,03	4,98	0,74	3,32
25	1,64	9,3	1,034	5,13	0,76	3,42
26	1,69	9,66	1,035	5,33	0,79	3,55
27	3,12	8,9	1,031	4,91	0,73	3,25
28	1,86	9,02	1,032	4,97	0,74	3,31
29	1,01	9,13	1,034	5,04	0,75	3,36
30	3,32	8,78	1,03	4,84	0,72	3,22
31	1,13	9,43	1,035	5,2	0,77	3,47
32	3,28	9,1	1,032	5,01	0,75	3,34
33	1,54	8,95	1,032	4,94	0,73	3,29
34	1,35	8,4	1,031	4,63	0,69	3,09
35	3,17	9,85	1,035	5,43	0,81	3,62
36	1,99	9,15	1,033	5,05	0,75	3,36
37	0,95	9,32	1,034	5,14	0,76	3,43
38	1,01	8,75	1,032	4,83	0,71	3,22
39	1,30	8,64	1,032	4,98	0,75	3,55

Fonte: Os Autores.

Os sólidos totais são um parâmetro mais usado na indústria de laticínios, devido a proporcionalidade deste parâmetro com o rendimento do leite para esta finalidade (Guerra, 2007). Em raças de vacas tipo Jersey, por exemplo, há relatos de uma média de 12,20% de sólidos totais (González *et al.*, 2004). No rebanho de vacas holandesas avaliado neste estudo, o valor máximo de sólidos totais foi de 9,85%.

Os valores de proteína em torno de 3% encontrados são semelhantes aos relatados por Souza *et al* (2003), para a mesma raça holandesa. Já os valores de lactose estão levemente acima do relatado por González *et al* (2004).



Nota-se que, de modo geral, o rebanho avaliado apresenta problemas na qualidade do leite no que diz respeito ao teor de gordura em todas as amostras e na presença de bactérias em três amostras.

3. CONCLUSÃO

A qualidade do leite em um rebanho é influenciada por fatores climáticos, operacionais e de raça dos animais. O rebanho avaliado neste estudo apresentou problemas de baixo teor de gordura em todas as 39 amostras e de contaminação bacteriana em 3 amostras, sendo em uma delas, acima de 900.000 UFC/ml, valor considerado muito alto e acima da legislação vigente. Em relação aos outros parâmetros, houve semelhanças em relação a outros estudos e com condições dentro da normalidade estabelecida para um produto de qualidade mínima aceitável.

O cuidado com o manuseio e a qualidade da água, assim como a alimentação e transporte do rebanho devem ser monitorados de modo a manter a segurança do alimento até o final da cadeia produtiva. Estudos complementares são necessários para monitorar o parâmetro de células somáticas do rebanho avaliado, aumentando a base de dados e auxiliando na tomada de medidas de segurança.

REFERÊNCIAS

BEAUPIED, B. L. *et al.* Cows as canaries: The effects of ambient air pollution exposure on milk production and somatic cell count in dairy cows. **Environmental Research**, v. 207, p. 112197, maio 2022.

BERHANU, L. *et al.* Microbial quality of raw cow milk and its predictors along the dairy value chain in Southwest Ethiopia. **International Journal of Food Microbiology**, v. 350, p. 109228, jul. 2021.

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, EMBRAPA, 2021. **Estatísticas de consumo de leite**. Disponível em <https://www.embrapa.br/agencia-de-informacao->

[tecnologica/criacoes/gado_de_leite/pos-producao/consumo/estatisticas-de-consumo](https://www.embrapa.br/agencia-de-informacao-tecnologica/criacoes/gado_de_leite/pos-producao/consumo/estatisticas-de-consumo) Acesso em 16/09/2022.

GUERRA, I. C. D. *et al.* ANÁLISE COMPARATIVA DA COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DE LEITE BOVINO, CAPRINO E OVINO. p. 6, [s.d.].

JOUBRANE, K. *et al.* Microbiological contamination, antimicrobial residues, and antimicrobial resistance in raw bovine milk in Lebanon. **International Dairy Journal**, v. 134, p. 105455, nov. 2022.

LIU, Z. K. *et al.* Effects of a combination of fibrolytic and amylolytic enzymes on ruminal enzyme activities, bacterial diversity, blood profile and milk production in dairy cows. **animal**, v. 16, n. 8, p. 100595, ago. 2022.

MA, N. *et al.* A high-concentrate diet induces an inflammatory response and oxidative stress and depresses milk fat synthesis in the mammary gland of dairy cows. **Journal of Dairy Science**, v. 105, n. 6, p. 5493–5505, jun. 2022.



Ministério da Agricultura, Abastecimento e Pecuária, 2018. **Instrução normativa nº 76, de 26 de novembro de 2018**. Disponível em < <https://www.in.gov.br/materia/>-

[/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/52750137/do1-2018-11-30-instrucao-normativa-n-76de-26-de-novembro-de-2018-52749894IN%2076](https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/52750137/do1-2018-11-30-instrucao-normativa-n-76de-26-de-novembro-de-2018-52749894IN%2076) > Acesso em 16/09/2022.

PENG, C. *et al.* Characterization and association of bacterial communities and nonvolatile components in spontaneously fermented cow milk at different geographical distances. **Journal of Dairy Science**, v. 104, n. 3, p. 2594–2605, mar. 2021.

SILVA, A. F. S.; ROCHA, F. R. P. Innovative prediction of milk microbiological quality from pH measurements by digital imaging photometry. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 114, p. 104715, dez. 2022.

VILELA, D., RESENDE, J., LEITE, J., ALVES, E.. A evolução do leite no Brasil em cinco décadas. **Revista de Política Agrícola**, Local de publicação (editar no plugin de tradução o arquivo da citação ABNT), 26, ago. 2017. Disponível em:
<<https://seer.sede.embrapa.br/index.php/RPA/article/view/1243>>. Acesso em: 16 Set. 2022.

Wijndaele K, Lakshman R, Landsbaugh JR, Ong KK, Ogilvie D. Determinants of early weaning and use of unmodified cow's milk in infants: a systematic review. *Journal of the American Dietetic Association*. 2009 Dec;109(12):2017-2028. DOI: 10.1016/j.jada.2009.09.003. PMID: 19942019.



PROJETO DE UM PROTÓTIPO DE SEDIMENTADOR CONTÍNUO EM ESCALA LABORATORIAL PELO MÉTODO DE *BISCAIA JR.*

Mikele da Silveira Vianna^{1*}, Paula Vitória Pedroso Bremert¹, Isaac dos Santos Nunes¹

¹Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, URI-Santo Ângelo, Departamento de Engenharias e Ciência da Computação, Curso de Engenharia Química

*mikelevianna@aluno.santoangelo.uri.br

Área do Trabalho: Fenômenos de Transporte, Operações Unitárias e aplicações.

RESUMO

A sedimentação contínua é uma operação unitária bastante utilizada na indústria química e em estações de tratamento de água. Nela, as fases de materiais sólidos e líquidos, que fluem no interior do sedimentador, são separadas devido à diferença de peso. Devido à forma geométrica do equipamento o líquido flui continuamente, permitindo o acúmulo de partículas sólidas em suspensão no fundo do tanque, obtendo-se assim duas correntes, o líquido clarificado e o espessado. No projeto desenvolvido, foi estruturado um processo de sedimentação em escala laboratorial, onde ocorre a separação de fases. Para o estudo, preparou-se uma suspensão aquosa com partículas de Latossolo Vermelho distrófico típico na concentração de 25 g L^{-1} e foi então realizado o teste de proveta, utilizando uma vidraria de 50 mL. Acompanhou-se a variação de altura do líquido clarificado-sedimentado por 5430 min e, foram calculados, então, os parâmetros adequados para obter um espessado com cerca de 50 g L^{-1} . Dessa maneira, construiu-se a curva de sedimentação de altura *versus* tempo. Por meio das variáveis envolvidas no projeto de sedimentação tornou-se possível dimensionar a vazão correspondente às dimensões do equipamento, o qual possui um diâmetro de 13,5 cm, área equivalente a $143,14 \text{ cm}^2$, abrangendo até $0,531 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$.

Palavras-chave: *projeto, sedimentador, separação sólido-líquido, latossolo vermelho.*

1. INTRODUÇÃO

A sedimentação pode ser definida como uma operação de separação sólido-líquido baseada na diferença entre as concentrações das fases presentes na suspensão a ser processada, sujeitas à ação do campo gravitacional (CREMASCO, 2014). A decantação, também denominada sedimentação ou espessamento, da fase particulada ocorre geralmente em tanques cilíndricos, designados como sedimentadores (AROUCA, 2007). No campo industrial, os sedimentadores são largamente empregados em diversos segmentos, como na mineração, por exemplo, onde são utilizados para obtenção de polpas com concentrações adequadas a um determinado processo subsequente, bem como para o espessamento de rejeitos com concentração elevada de partículas, visando o transporte e descarte mais eficazes, dentre outras (FRANÇA e MASSARANI, 2004).

Para simular o projeto de um sedimentador em escala de bancada, realiza-se um teste de proveta. A suspensão de interesse é transferida para a vidraria, que é, então, vigorosamente agitada e posta a sedimentar. Nesse momento, o cronômetro é acionado e a cada intervalo de tempo, anota-



se a altura da interface clarificado-sedimento, medida a partir da base da proveta, e o correspondente tempo registrado pelo cronômetro (PEÇANHA, 2014). O cálculo das variáveis necessárias ao dimensionamento do tanque pode ocorrer em virtude de três diferentes métodos, o primeiro deles é o de *Coe e Clevenger* (1916), utilizado por mais de meio século e pouco aplicado atualmente (DAMASCENO, 1998). Em 1952, *Kynch* desenvolveu a teoria matemática para o processo, fundamentada em um estudo teórico pioneiro sobre a sedimentação de suspensões sólido-líquido, bem como em dados experimentais do teste de proveta descrito anteriormente. Entretanto, em 1997 *Biscaia Jr.* propôs uma simplificação do procedimento de *Kynch*, baseado no fato de que a curva de sedimentação resulta na combinação de uma reta com uma exponencial (MASSARANI, 1997).

Neste estudo, realizou-se o projeto de um sedimentador industrial operando em regime contínuo a partir do método de *Biscaia Jr.*, com vistas a separar partículas de Latossolo Vermelho distrófico típico, característico da região de projeto do equipamento. Para isso, foi efetuado um teste com uma proveta de 50 mL e monitorado ao longo de 5430 min. A vazão de alimentação necessária para que o sedimentador opere de acordo com o diâmetro pré-estabelecido foi definida através dos cálculos específicos adotados pelo método.

2. MATERIAL E MÉTODO

Tendo em vista a metodologia de *Biscaia Jr.*, um teste de proveta foi realizado utilizando uma concentração de 25 g L⁻¹ de Latossolo Vermelho distrófico típico, com a massa específica do sólido equivalente a 1.330 kg m⁻³ (BATISTA *et al.* 2016), visando obter um espessado com cerca de 50 g L⁻¹. A vidraria de 50 mL foi completada com a suspensão aquosa e agitada vigorosamente. Na sequência, acionou-se o cronômetro e a variação da altura do líquido clarificado-sedimento foi registrado em função do intervalo de tempo de 5430 min. Dessa maneira, construiu-se a curva de sedimentação de altura *versus* tempo. Nesse método, para determinar a vazão de alimentação necessária para que o equipamento opere de forma contínua, dada pela Equação 1, é preciso determinar dois parâmetros (t_{\min} e Z_{\min}) que descrevem a região de transição, calculados pelas Equações 2, 3 e 4:

$$\left(\frac{Q}{A}\right)_{proj} = \frac{Z_0}{t_{\min}} \quad \text{Equação 1}$$

$$Z_{\min} = Z_0 \frac{\varepsilon_{\rho A}}{\rho S} \quad \text{Equação 2}$$

$$\varepsilon_{\rho A} = \frac{C_A}{\rho S} \quad \text{Equação 3}$$

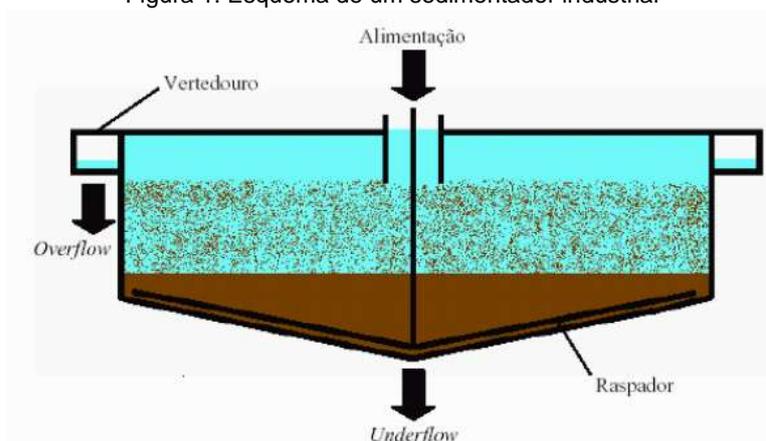
$$\varepsilon_{\rho E} = \frac{C_E}{\rho S} \quad \text{Equação 4}$$



sendo Q a vazão de alimentação (kg m^{-3}); A a área projetada para o sedimentador (cm^2); Z_0 a altura inicial da interface no tempo 0 (cm); t_{\min} o tempo correspondente a Z_{\min} (min); Z_{\min} a altura onde ocorre o tempo mínimo de sedimentação (cm); $\varepsilon_{\rho A}$ o adimensional de concentração na alimentação (-); C_A a concentração de alimentação (g L^{-1}); ρ_S a massa específica do sólido presente na suspensão (kg m^{-3}); $\varepsilon_{\rho E}$ o adimensional de concentração no espessado (-) e C_E a concentração do espessado (g L^{-1}).

Os sedimentadores industriais operam continuamente e geralmente são construídos com seção circular, dotada de uma parte cilíndrica e uma cônica que tem como finalidade facilitar a retirada do lodo ou lama do equipamento, como está descrito na Figura 1. Na parte superior do equipamento há um vertedouro, por onde transborda a corrente de líquido clarificado. A alimentação da suspensão que se deseja processar é posicionada na região central do equipamento e pode ser feita no topo ou no interior do mesmo (AZEVEDO, 2009).

Figura 1. Esquema de um sedimentador industrial



(Fonte: NUNES, J. F., 2008).

O mecanismo de funcionamento do equipamento projetado envolve um tanque de alimentação de 17,5 cm de diâmetro e altura igual a 16,7 cm, em conjunto com um agitador, além de uma torneira de controle de vazão acoplada a uma mangueira com 5 mm de diâmetro utilizada para direcionar a suspensão ao sedimentador, que é caracterizado por um recipiente cilíndrico agregado a um funil, bem como um ponto de coleta do líquido clarificado no *overflow* do cilindro e outro do espessado no *underflow* do funil, assim como um recipiente de coleta de ambas as correntes contendo uma bomba hidráulica para redirecioná-las à alimentação. Dessa maneira, o sedimentador opera de maneira contínua. O diâmetro do recipiente escolhido para atender às especificidades do sedimentador corresponde a 13,5 cm e a altura é de 14,5 cm, conseqüentemente, a área equivale a 143,14 cm^2 . Para adquirir a vazão volumétrica adequada é indispensável utilizar a área de projeto pré-estabelecida e dividi-la pelos fatores de correção estipulados. É possível visualizar esse requisito por meio da Equação 5:



$$A_{proj.} = A_{calc.} \times \mathcal{F}_1 \times \mathcal{F}_2$$

Equação 5

sendo $A_{proj.}$ a área do sedimentador com as devidas correções (cm²); $A_{calc.}$ a área do sedimentador isenta de correções (cm²); \mathcal{F}_1 o fator de correção equivalente a 1,175 (-) e \mathcal{F}_2 o fator de correção dado por 1,3 (-).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 detalha a execução do projeto da unidade experimental do sedimentador, para a qual foi utilizado um reservatório plástico com capacidade de armazenagem de até 2,2 L, em conjunto com um funil plástico de mesmo diâmetro agregado ao equipamento. Enquanto isso, o reservatório de alimentação da suspensão apresentou suporte de armazenamento de até 3,3 L. O tanque responsável pela coleta das duas correntes fruto do processo foi capaz de acondicionar 1,0 L.

Figura 2. Esquema da construção da unidade contendo o reservatório da alimentação com o agitador, o sedimentador e o tanque de coleta das correntes de fundo e de topo.

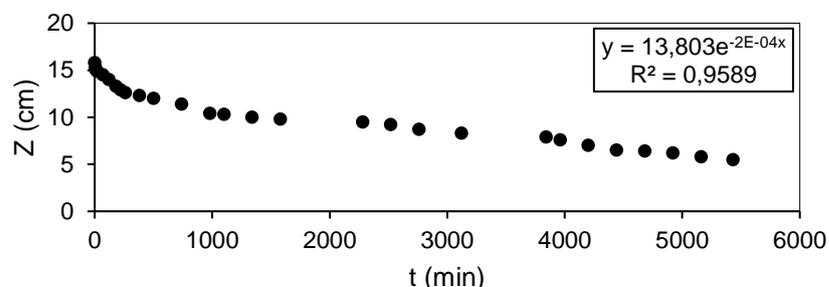


(Fonte: as Autoras).

A Figura 3 indica a curva de sedimentação adquirida em função dos dados coletados durante o teste de proveta. A partir do gráfico é possível identificar uma tendência linear nos pontos experimentais iniciais, seguida de uma curva exponencial indicativa do acréscimo da região clarificada. Ao longo do experimento, o líquido clarificado apresentou alta turbidez e elevada cor aparente das partículas flutuantes de latossolo. Resultados semelhantes foram encontrados por Souza *et al.* (2015) em testes de proveta efetuados com uma suspensão de cal hidratada.



Figura 3. Ajuste não linear dos dados experimentais do teste de proveta para $C_A = 25 \text{ g L}^{-1}$



(Fonte: as Autoras).

Além disso, com base nos dados da curva de sedimentação encontrou-se uma equação exponencial que descreve o comportamento da curva e, com o valor de Z_{\min} calculado, obteve-se a vazão volumétrica de alimentação do equipamento, equivalente a $0,531 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$. As variáveis resultantes dos cálculos estabelecidos pelas equações anteriores estão dispostas na Tabela 1.

Tabela 1. Variáveis obtidas por meio das equações oriundas do método de Biscaia Jr.

Z_{\min} (cm)	t_{\min} (min)	$\varepsilon_{\rho A}$ (-)	$\varepsilon_{\rho E}$ (-)	$A_{\text{calc.}}$ (cm ²)	Q (cm ³ min ⁻¹)
7,9	2790,12	0,0188	0,0376	93,71	0,531

(Fonte: as Autoras).

Devido ao modelo estrutural do sedimentador projetado apresentar pequenas dimensões a vazão estabelecida atingiu baixo índice, porém proporcional, quando comparado com outros protótipos desenvolvidos como o de SILVA (2014), que foi engendrado para atuar como uma estação de tratamento de efluentes de baixo custo, com o diâmetro igual a 1,0 m e vazão contínua de $0,511 \text{ m}^3 \text{ dia}^{-1}$, o que corresponde a $354,86 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$. Com relação à eficiência de separação do protótipo, foi possível observar teor relativo, uma vez que o produto de alimentação apresenta granulometria extremamente baixa, com partículas finas equiparadas ao pó de argila vermelha. Entretanto, o projeto do equipamento cumpriu a função de fornecer a visualização adequada do processo de sedimentação contínua, abrangido em diversos segmentos industriais.

Ademais, torna-se pertinente mencionar que o processo contrário também poderia ser executado, de modo a dimensionar a estrutura do sedimentador a partir de uma vazão pré-estabelecida. Nesse caso, outras variáveis entrariam em pauta, como as respectivas alturas do equipamento, dadas por H_1 , que representa a altura da região de líquido clarificado, com variações entre 0,45 e 0,75 m, assim como por H_2 , que indica a altura da região de espessamento e, por H_3 , que está relacionado com a altura do fundo do equipamento. Contudo, no atual projeto tais informações não foram consideradas oportunas para serem abrangidas como alvo de estudo.

4. CONCLUSÃO

O projeto do sedimentador contínuo se mostrou eficiente para a visualização e compreensão da operação unitária de separação sólido-líquido. Com relação ao ensaio de proveta, apesar de ser definido como um método comum e acessível, ele consolidou-se pelo elevado índice de eficácia, a medida em que se obteve um bom resultado experimental. Através da curva de sedimentação



adquirida em função dos dados coletados, construiu-se o gráfico e foi identificada uma tendência linear nos pontos experimentais iniciais, seguida de uma curva exponencial indicativa do acréscimo da região clarificada. Ao longo do experimento, o líquido clarificado apresentou alta turbidez e elevada cor aparente das partículas flutuantes, com resultados semelhantes encontrados na literatura.

Além disso, devido a pequena escala de projeto do equipamento, a vazão obtida por meio dos cálculos é um valor extremamente baixo, correspondente a $0,531 \text{ cm}^3 \text{ min}^{-1}$, o que torna a operação morosa, mas proporcional quando comparada com a estrutura de outros protótipos desenvolvidos. Por conseguinte, é possível afirmar que o processo contrário também pode ser executado, de modo a medir a estrutura do sedimentador a partir de uma vazão definida. Assim, outras variáveis devem ser consideradas e investigadas, como as alturas do equipamento.

REFERÊNCIAS

AROUCA, F. O. **Uma contribuição ao estudo da sedimentação gravitacional em batelada.**

Tese de Doutorado. Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2007.

AZEVEDO, C. G. **Simulação da operação de sedimentadores contínuos.** 2009. Dissertação (Pós-graduação em Engenharia) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2009.

BATISTA, A. M.; SILVA, B. M.; MELO, M. L. A.; ARAÚJO, G. S. S.; GUIMARÃES, E. V.; BERTOLINO, K. M.; CAIXETA, S.P.; RESENDE, A. V. Atributos físicos de um Latossolo Vermelho distrófico correlacionados aos limites críticos do crescimento de raízes para o milho (*Zea mays* L.). **CONGRESSO NACIONAL DE MILHO E SORGO**, Bento Gonçalves, 2016.

CREMASCO, M. A. **Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos**, 2º ed. São Paulo: Blucher, 2014.

DAMASCENO, J. R. Sedimentação de partículas em campo gravitacional. In: **Tópicos especiais em sistemas particulados**, v. 4. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos, 1998.

FRANÇA, S. C.; MASSARANI, G. Separação sólido-líquido. In: FREIRE, J. J.; SILVEIRA, A. N. (Eds.) **Tratamento de Minérios**. Comunicação Técnica – CETEM. Rio de Janeiro, 2004.

NUNES, J. F. **Estudo da sedimentação gravitacional de suspensões flocculentas.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Química do Programa de Pós-Graduação da Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG, 2008.

MASSARANI, G. **Fluidodinâmica em sistemas particulados.** Rio de Janeiro: Editora UFRJ, 1997.

PEÇANHA R. P. **Sistemas Particulados: Operações Unitárias Envolvendo Partículas e Fluidos**, Elsevier Editora Ltda, 2014.

SILVA, L. A. **Desenvolvimento e avaliação de um protótipo de estação compacta para tratamento de esgotos em unidades residenciais unifamiliares.** Dissertação de Mestrado em Tecnologia Ambiental e Recursos Hídricos, 2014.