



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO UNIVERSITÁRIO NORTE DO ESPÍRITO SANTO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENERGIA

ODILON JUNIO GONÇALVES DE OLIVEIRA

**ANÁLISE DO USO INTEGRADO DE ELETROFLOCULADOR
CONTÍNUO E COLUNA FILTRANTE QUANTO À EFICIÊNCIA DE
REMOÇÃO DE ÓLEO EMULSIONADO EM ÁGUA**

SÃO MATEUS – ES

2022

ODILON JUNIO GONÇALVES DE OLIVEIRA

**ANÁLISE DO USO INTEGRADO DE ELETROFLOCULADOR
CONTÍNUO E COLUNA FILTRANTE QUANTO À EFICIÊNCIA DE
REMOÇÃO DE ÓLEO EMULSIONADO EM ÁGUA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Energia, do Centro Universitário Norte do Espírito Santo, da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Energia na área de concentração: Engenharia, Tecnologia e Gestão.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Sérgio da Silva
Porto

Coorientador: Prof. Dr. Eduardo Perini Muniz

SÃO MATEUS – ES

2022

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

O48a Oliveira, Odilon Junio Gonçalves de, 1992-
Análise do uso integrado de eletrofloculador contínuo e coluna filtrante quanto à eficiência de remoção de óleo emulsionado em água / Odilon Junio Gonçalves de Oliveira. - 2022.
99 f. : il.

Orientador: Paulo Sérgio da Silva Porto.

Coorientador: Eduardo Perini Muniz.

Dissertação (Mestrado em Energia) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Universitário Norte do Espírito Santo.

1. Fibras vegetais. 2. Adsorção. 3. Filtração. 4. Águas residuais - Purificação - Processo eletrolítico. 5. Poluição. 6. Petróleo - Derivados. I. Porto, Paulo Sérgio da Silva. II. Muniz, Eduardo Perini. III. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Universitário Norte do Espírito Santo. IV. Título.

CDU: 620.9

ODILON JUNIO GONÇALVES DE OLIVEIRA

**ANÁLISE DO USO INTEGRADO DE ELETROFLOCULADOR
CONTÍNUO E COLUNA FILTRANTE QUANTO À EFICIÊNCIA DE
REMOÇÃO DE ÓLEO EMULSIONADO EM ÁGUA**

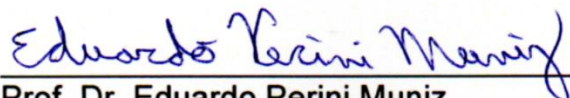
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Energia da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Energia.

Aprovada em 26 de agosto de 2022.

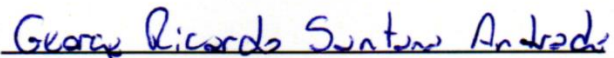
COMISSÃO EXAMINADORA



Prof. Dr. Paulo Sérgio da Silva Porto
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador



Prof. Dr. Eduardo Perini Muniz
Universidade Federal do Espírito Santo
Coorientador



Prof. Dr. George Ricardo Santana Andrade
Universidade Federal do Espírito Santo



Documento assinado digitalmente
MARCILIO MACHADO MORAIS
Data: 19/10/2022 17:49:03-0300
Verifique em <https://verificador.itl.br>

Prof. Dr. Marcílio Machado Moraes
Universidade Federal do Pampa

AGRADECIMENTOS

Antes de tudo, agradeço a Deus por me dar forças todas as vezes em que achei que não teria; por ter me concedido sabedoria. Olhar para Cristo sempre foi o que me possibilitou seguir em frente.

A minha esposa, por ser minha companheira de todos os momentos; pelo incentivo, orações, e por ser compreensiva nas horas de ausência.

Aos meus pais (Margareth & Esperidião) pelo apoio incondicional; pelo incentivo que me deram durante toda a caminhada de aprendizado desde a infância.

Aos tios, Rui & Cleonice, Mirian & Joilson, pela hospitalidade prontamente oferecida em todos os momentos em que precisei me hospedar em São Mateus; ao meu sogro (José Carlos), pela ajuda com a localização e colheita dos frutos da *Calotropis procera*. E aos demais familiares que sempre oraram, torceram e confiaram que eu conseguiria.

Aos meus amigos por todo apoio e compreensão pela ausência nos momentos de estudo. E sou grato também aos colegas de trabalho pela colaboração nos momentos em que precisei me ausentar.

A Universidade Federal do Espírito Santo pela estrutura física e o conhecimento ofertado.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio na realização do presente trabalho – Código de Financiamento 001, e a Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Estado do Espírito Santo (FAPES).

Ao meu orientador o Prof. Dr. Paulo Sérgio da Silva Porto, e ao meu coorientador o Prof. Dr. Eduardo Perini Muniz, pelos ensinamentos, orientações, paciência, puxões de orelha, e incentivos ao longo do desenvolvimento da pesquisa.

Aos professores, que nos passaram o seu conhecimento nas aulas ministradas, mesmo enfrentando os desafios do ensino a distância nos períodos da pandemia. E aos demais colaboradores do CEUNES pela dedicação ao funcionamento do campus, em especial aos técnicos Jean Calos Fiorotti (Laboratórios de Química) e Pedro Ribeiro Figueiredo Couto (PPGEN) pelas contribuições e disposição em sempre ajudar em todos os momentos.

Aos colegas de turma, pela cooperação mútua nos momentos de estudo; e aos parceiros de laboratório, Nicholas (mestrando), André (IC), Lucas Coutinho (mestrando), Victor (mestrando), Dâmaris (mestranda), e Suellen (IC), pela ajuda e compartilhamento de experiências.

“Eu pensava que nós seguíamos caminhos já
feitos, mas parece que não os há.
O nosso ir faz o caminho.”

C. S. Lewis

RESUMO

A gestão inadequada de resíduos oleosos causa grande poluição ambiental em vários ecossistemas, principalmente na poluição aquática. Muitos dos métodos convencionais de separação de óleos contaminantes têm altos custos e remoção pouco eficiente. Cada vez mais a indústria necessita de métodos de tratamentos de resíduos que permitam remover maiores porcentagens de contaminantes dos efluentes. Através do uso de um bioissorvente, parte desses problemas podem ser superados. A *Calotropis procera* é uma planta originária da Índia e comumente encontrada em algumas regiões do Brasil. Seu fruto produz uma fibra com características oleofílicas, dessa forma, foi montada uma coluna filtrante tendo como recheio a fibra da *Calotropis procera*. Este trabalho teve como intuito estudar a eficiência de remoção de óleo emulsificado em água através do processo de eletrofloculação associado a utilização dessa fibra vegetal *in natura* como elemento filtrante para reter parte do resíduo oleoso contaminante. O efluente sintético foi exposto ao processo de eletrofloculação, onde foram utilizados eletrodos de placas de alumínio como ânodo e cátodo. Neste estudo foi possível observar que a fibra da *Calotropis procera* apresentou ser favorável a bioissorção do material floculado e resíduo oleoso. Durante os procedimentos experimentais foram estudadas algumas das variações de características do efluente, alcançando resultados de remoção máxima de TOG em $97,34 \pm 0,62$ %, turbidez em $99,56 \pm 0,19$ %, e DQO em $93,86 \pm 1,0$ %. Além disso, foi avaliado o consumo de energia durante o processo de tratamento, que somando o consumido pelo reator e pela bomba peristáltica, variou entre $2,24 \text{ kWh.m}^3$ na menor vazão (2 mL.s^{-1}) e $0,99 \text{ kWh.m}^3$ na maior vazão (6 mL.s^{-1}). Assim foi possível analisar a viabilidade da associação dos métodos, sendo que a utilização da coluna filtrante com a fibra vegetal proporcionou um menor consumo de energia por viabilizar o tratamento de maior volume de efluente, alcançando no final uma redução média de $55,8$ % no consumo de energia elétrica, e $69,69$ % no custo de operação quanto comparados aos valores de remoção das amostras pós-reator. A condição de tratamento mais adequada foi obtida com a aplicação da $Q = 6 \text{ mL.s}^{-1}$ e o $T_{inv} = 20 \text{ s}$.

Palavras-chave: fibra vegetal; *Calotropis procera*; remoção de óleo; eletrofloculação; bioissorção.

ABSTRACT

Inadequate management of oily waste causes great environmental pollution in several ecosystems, mainly in aquatic pollution. Many of the conventional methods of separating contaminating oils are expensive and inefficient to remove. Increasingly, the industry needs waste treatment methods that allow the removal of higher percentages of contaminants from effluents. Through the use of a biosorbent, part of these problems can be overcome. *Calotropis procera* is a plant originally from India and commonly found in some regions of Brazil. Its fruit produces a fiber with oleophilic characteristics, in this way, a filtering column was assembled with the fiber of *Calotropis procera* as filling. This work aimed to study the efficiency of removing emulsified oil in water through the electroflocculation process associated with the use of this *in natura* vegetable fiber as a filter element to retain part of the contaminating oily residue. The synthetic effluent was exposed to the electroflocculation process, where aluminum plate electrodes were used as anode and cathode. In this study it was possible to observe that the fiber of *Calotropis procera* showed to be favorable to the biosorption of flocculated material and oily residue. During the experimental procedures, some of the variations in effluent characteristics were studied, reaching maximum TOG removal results at $97,34 \pm 0,62$ %, turbidity at $99,56 \pm 0,19$ %, and COD at $93,86 \pm 1,0$ %. In addition, the energy consumption during the treatment process was evaluated, which, adding the consumption by the reactor and the peristaltic pump, varied between 2,24 kWh.m³ at the lowest flow (2 mL.s⁻¹) and 0,99 kWh.m³ at the highest flow rate (6 mL.s⁻¹). Thus, it was possible to analyze the feasibility of associating the methods, and the use of the filter column with the vegetable fiber provided a lower energy consumption by enabling the treatment of a greater volume of effluent, reaching in the end an average reduction of 55,8 % in the electricity consumption, and 69,69% in the cost of operation when compared to the removal values of the post-reactor samples. The most adequate treatment condition was obtained with the application of $Q = 6 \text{ mL.s}^{-1}$ and $T_{inv} = 20 \text{ s}$.

Keywords: vegetable fiber; *Calotropis procera*; oil removal; electroflocculation; biosorption.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Repartição da oferta interna de energia – OIE.	21
Figura 2 – Desenho esquemático do reator eletrolítico.	22
Figura 3 – Desenho ilustrativo das etapas de reação.	24
Figura 4 – Imagens do local da colheita.	29
Figura 5 – Imagens das etapas de preparo da fibra pós-colheita.	30
Figura 6 – Concentração de óleo quanto ao tempo de repouso.	32
Figura 7 – Desenho esquemático da unidade experimental.	33
Figura 8 – Desenho esquemático das placas de alumínio.	35
Figura 9 – Desenho esquemático dos eletrodos.	36
Figura 10 – Desenho esquemático da coluna de adsorção.	37
Figura 11 – Desenho esquemático do mecanismo interno da coluna.	38
Figura 12 – Curva de calibração do TOG.	42
Figura 13 – Curva de calibração da DQO.	45
Figura 14 – Fotografia do Eletrodo montado e fixado à tampa do reator.	52
Figura 15 – Cilindro de fibra e resíduo oleoso.	53
Figura 16 – Gráfico de variação do pH ($T_{inv} = 10$ s).	56
Figura 17 – Gráfico de variação do pH ($T_{inv} = 15$ s).	57
Figura 18 – Gráfico de variação do pH ($T_{inv} = 20$ s).	57
Figura 19 – Correlação de Spearman quanto ao pH.	59
Figura 20 – Gráfico de redução da turbidez pós-reator ($T_{inv} = 10$ s).	61
Figura 21 – Gráfico de redução da turbidez pós-reator ($T_{inv} = 15$ s).	61
Figura 22 – Gráfico de redução da turbidez pós-reator ($T_{inv} = 20$ s).	62
Figura 23 – Gráfico de redução da turbidez pós-coluna ($T_{inv} = 10$ s).	63
Figura 24 – Gráfico de redução da turbidez pós-coluna ($T_{inv} = 15$ s).	63
Figura 25 – Gráfico de redução da turbidez pós-coluna ($T_{inv} = 20$ s).	64
Figura 26 – Imagens de perfil das amostras quanto à redução da turbidez.	64
Figura 27 – Correlação de Spearman quanto a Turbidez (pós-reator).	65
Figura 28 – Correlação de Spearman quanto a Turbidez (pós-coluna).	65
Figura 29 – Superfície de resposta para o TOG pós-reator.	67
Figura 30 – Superfície de resposta para o TOG pós-coluna.	68
Figura 31 – Correlação de Spearman quanto ao TOG (pós-reator).	70

Figura 32 – Correlação de Spearman quanto ao TOG (pós-coluna).	70
Figura 33 – Amostras de DQO após a digestão.	73
Figura 34 – Remoção de DQO pós-reator ($T_{inv} = 10$ s).	73
Figura 35 – Remoção de DQO pós-reator ($T_{inv} = 15$ s).	74
Figura 36 – Remoção de DQO pós-reator ($T_{inv} = 20$ s).	74
Figura 37 – Remoção de DQO pós-coluna ($T_{inv} = 10$ s).	75
Figura 38 – Remoção de DQO pós-coluna ($T_{inv} = 15$ s).	75
Figura 39 – Remoção de DQO pós-coluna ($T_{inv} = 20$ s).	76
Figura 40 – Correlação de Spearman quanto a DQO (pós-reator).	77
Figura 41 – Correlação de Spearman quanto a DQO (pós-coluna).	78
Figura 42 – Imagem da placa antes e depois da reação.	81
Figura 43 – Correlação de Spearman quanto ao Cenergia	83
Figura 44 – Imagens comparativas do desgaste das placas pós-uso e reuso.	86

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dados técnicos do óleo Havoline 15W40.	31
Tabela 2 – Controle de vazão da bomba peristáltica.....	40
Tabela 3 – Fatores e níveis da matriz 3 ²	48
Tabela 4 – Matriz do planejamento de experimentos 3 ²	49
Tabela 5 – Coeficiente de correlação de Spearman.....	49
Tabela 6 – Comparação de valores médios das chapas de alumínio por massa.	51
Tabela 7 – Descarte de efluente em razão da vazão.	55
Tabela 8 – Valores de pH quanto às variáveis codificadas.....	58
Tabela 9 – Valores máximos de redução da turbidez.....	60
Tabela 10 – Valores de remoção direta de turbidez.	66
Tabela 11 – Valores máximos de remoção de TOG.....	69
Tabela 12 – Valores de remoção direta de TOG.	71
Tabela 13 – Valores máximos de remoção de DQO.	77
Tabela 14 – Valores de remoção direta de DQO.....	79
Tabela 15 – Variação de massa dos eletrodos.....	80
Tabela 16 – Consumo de energia pela bomba peristáltica.	81
Tabela 17 – Consumo de energia no reator eletrolítico.	82
Tabela 18 – Custo operacional.	84
Tabela 19 – Comparação dos resultados da reutilização dos eletrodos.....	85

LISTA DE SÍMBOLOS

[] – Concentração	[mg.L ⁻¹]
<i>C_{operação}</i> - Custo de operação	[R\$.m ³]
<i>C_{energia}</i> - Consumo de energia	[kWh.m ³]
<i>C_{eletrodos}</i> - Consumo dos eletrodos	[kg.Al.m ³]
<i>DQO</i> - Demanda Química de Oxigênio	[mg.L ⁻¹]
<i>I</i> - Corrente elétrica aplicada	[A]
<i>P</i> - Consumo de energia	[kWh.m ³]
<i>Q</i> - Vazão volumétrica	[mL.s ⁻¹]
<i>t</i> - Tempo de aplicação da corrente	[min]
<i>T_{inv}</i> - Tempo de inversão de polaridade	[s]
<i>TOG</i> - Teor de Óleos e Graxas	[mg.L ⁻¹]
<i>U</i> - Voltagem aplicada no sistema	[V]
<i>V</i> - Volume do efluente tratado	[m ³]

LISTA DE SIGLAS

Abs – Absorbância

BBL - barril; inclui líquidos de gás natural e GLP

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

EVs - Veículos Elétricos

NTU - Unidade de Turbidez Nefelométrica

rpm - Rotação por minuto

UV/HPLC - Espectroscópico/Cromatografia Líquida de Alta Eficiência

%DQO - Percentual de remoção da demanda química de oxigênio

%TOG - Percentual de remoção do teor de óleos e graxas

%Turb - Percentual de remoção de turbidez

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
1.1 PROBLEMA DA PESQUISA	17
1.2 JUSTIFICATIVA	18
2. OBJETIVOS	19
2.1 OBJETIVO GERAL	19
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3. REFERENCIAL TEÓRICO	20
3.1 FONTES POTENCIAIS DE GERAÇÃO DE ÁGUA OLEOSA	20
3.2 ELETROFLOCULAÇÃO	21
3.3 MEIOS FÍSICOS COMBINADOS AO PROCESSO ELETROQUÍMICO	24
3.3.1 Adsorção	25
3.3.2 Materiais biossorventes	25
3.4 <i>Calotropis procera</i>	26
3.5 DESTINAÇÃO DO MATERIAL FILTRANTE CONTAMINADO	27
4. METODOLOGIA	29
4.1. COLETA E PREPARO DOS FRUTOS DA <i>Calotropis Procera</i>	29
4.2 PREPARO DO EFLUENTE SINTÉTICO	31
4.3 UNIDADE EXPERIMENTAL	32
4.4 CONFECÇÃO DAS PLACAS DE ALUMÍNIO	34
4.5 MONTAGEM DOS ELETRODOS	36
4.6 CONSTRUÇÃO DA COLUNA DE ADSORÇÃO	37
4.7 CALIBRAÇÃO DA BOMBA PERISTÁLTICA	40
4.8 METODOLOGIA ANALÍTICA	41
4.8.1 Determinação do pH	41
4.8.2 Determinação da turbidez	41
4.8.3 Determinação do TOG (teor de óleos e graxas)	41
4.8.4 Demanda Química de Oxigênio (DQO)	44
4.8.5 Determinação da massa do eletrodo	46
4.8.6 Fotografias das placas de eletrodos	46
4.9 CUSTO DE OPERAÇÃO	47
4.10 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	47
4.11 REUTILIZAÇÃO DO ELETRODO	50
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
5.1 CUSTO DE CONFECÇÃO DAS PLACAS E MONTAGEM DOS ELETRODOS	51

5.2 CONSTRUÇÃO E MONTAGEM DA COLUNA DE ADSORÇÃO	53
5.2.1 Pressão na coluna	53
5.3 ANÁLISE DOS VALORES DE pH	56
5.4 ANÁLISE DOS VALORES DE TURBIDEZ	59
5.4.1 Redução direta de Turbidez antes da eletrofloculação	66
5.5 ANÁLISE DA REMOÇÃO DE TOG	67
5.5.1 Remoção direta de TOG antes da eletrofloculação	71
5.6 ANÁLISE DA REMOÇÃO DE DQO	72
5.6.1 Remoção direta de DQO antes da eletrofloculação	78
5.7 ANÁLISE DA VARIAÇÃO DE MASSA DOS ELETRODOS	79
5.8 ANÁLISE DO CONSUMO DE ENERGIA ELÉTRICA	81
5.8.1 Consumo de energia elétrica da bomba peristáltica	81
5.8.2 Consumo de energia elétrica do reator eletrolítico	82
5.9 ANÁLISE DO CUSTO DE OPERAÇÃO	83
5.10 ANÁLISE DA REUTILIZAÇÃO DOS ELETRODOS	84
6. CONCLUSÃO	87
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	88
8. REFERÊNCIAS	89
APÊNDICES	95

1. INTRODUÇÃO

O ser humano tem em sua essência a busca pelo constante desenvolvimento e evolução de suas atividades a procura de obter melhor qualidade de vida. No período mais recente da história, tem-se procurado constantemente melhorar o processo de produção, o que induziu a busca por tecnologias que possibilitem alcançar meios mais sustentáveis para os processos produtivos (LEIP, A.; UWIZEYE, A., 2018).

De acordo com o avanço do desenvolvimento da humanidade, cresce cada vez mais a demanda por energia, bens e consumo. Dessa forma, os meios de produção almejam suprir essa necessidade. Em meio à procura de atendimento às demandas, um dos principais problemas ambientais causados pelo homem é a contaminação dos recursos hídricos ocasionada pelas diversas atividades antropogênicas, seja no meio industrial, ou pela decorrência do manejo da terra, como na agricultura, pecuária, extração mineral, entre outros (WANG, N. *et al.*, 2019).

Dentre elas, a indústria de petróleo tem uma grande participação no problema, contribuindo para a contaminação hídrica em algumas das etapas do seu processo de produção, como exemplo na extração. Esse setor abastece parte do mercado de gás natural, termelétricas em alguns países, e principalmente o setor de transportes. E apesar da tendência mundial do setor de transportes ser de mudança da matriz energética através da utilização de motores elétricos, e da busca pela substituição da geração de energia elétrica por fontes renováveis e mais limpas, o mundo ainda é dependente da indústria de petróleo, como pode ser observado no relatório do IEA (2020).

A água produzida no processo de extração do petróleo por exemplo, possui gotículas de óleo que dificultam a remoção por métodos gravimétricos. Neste sentido, a busca por meios de tratamentos de águas contaminadas por óleo vem sendo aprimorada principalmente durante as últimas décadas. Um dos meios de remoção de óleo em água desenvolvidos é o processo de eletrofloculação, o qual tem demonstrado excelentes resultados além de possuir grandes vantagens quando comparado com outros processos químicos ou físicos convencionais. A eletrofloculação permite a remoção de óleos emulsificados em água com maior eficiência e custos consideravelmente baixos (GOBBI, L. C. A. *et al.*, 2018). Nessa técnica é empregada a corrente elétrica, através de reatores eletrolíticos, onde é

gerado um agente coagulante por oxidação eletrolítica de determinado material, nesse caso o $[Al(OH)_3]$. Comumente se utilizam eletrodos de alumínio, ferro, e aço inox, porém alguns fatores são levados em consideração na definição do material utilizado, entre esses temos: o custo de fabricação, a disponibilidade, o tipo de efluente em tratamento, entre outros (GENC, A.; BAKIRCI, B., 2015).

Dessa forma, o método de eletrofloculação tem despertado grandes interesses devido à sua simples operação e diversidade nas possibilidades de aplicação no tratamento de diferentes tipos de efluentes como, de efluentes têxteis (COMINOTE, M. *et al.*, 2020), de extração de petróleo (ANDREATTA, D. *et al.*, 2021), efluentes urbanos (COTILLAS, S. *et al.*, 2020), de efluente de tinta automotiva (MOHTASHAMI, R.; SHANG, R.; YANQING, X., 2018), e etc.

Um dos diferenciais desta pesquisa foi a associação do método de eletrofloculação com uma fibra vegetal extraída da planta *Calotropis procera*. É uma planta originária da Índia, mas comumente encontrada em muitas regiões do Brasil principalmente no Nordeste. Tem a capacidade de se desenvolver em situações adversas, o que facilitando o seu desenvolvimento. (HILÁRIO, L. S., 2019) Sua fibra apresenta excelente capacidade de sorção de materiais oleosos, e ao mesmo tempo tem a característica de ser hidrofóbica, facilitando sua aplicação nessa condição de material filtrante de uma emulsão óleo/água.

Na tentativa de melhoria do processo de tratamento, este trabalho investiga o tratamento de efluentes oleosos utilizando a associação do método de eletrofloculação em ciclo contínuo e uma coluna de adsorção, tendo como recheio uma fibra vegetal para reter o floculado e o resíduo oleoso emulsionado em água.

1.1 PROBLEMA DA PESQUISA

A remoção do óleo emulsionado em água para minimizar a contaminação de recursos hídricos requer técnicas de remoção mais complexas. O desenvolvimento de métodos, equipamentos e aprimoramento de determinados processos tornando-os mais eficazes tem sido constantemente estudado na busca de índices percentuais significativos quanto à remoção deste poluente. Essa pesquisa se baseou em investigar o uso de um reator de eletrofloculação associado com uma coluna de adsorção, tendo como recheio uma fibra vegetal na expectativa de remover expressivamente um efluente oleoso que se encontra emulsionado em água.

Pretendeu-se obter como resposta a influência positiva do uso da fibra na porcentagem de remoção de material floculado e óleo emulsificado, bem como avaliar a viabilidade de associar a presença de uma coluna de adsorção ao processo de eletrofloculação.

1.2 JUSTIFICATIVA

Há uma busca constante de métodos que possibilitem mitigar os danos causados ao meio ambiente pela contaminação dos recursos hídricos por resíduos oleosos. Neste sentido, se faz necessária a investigação de meios que possibilitem a remoção desses resíduos de forma mais eficiente, possibilitando o reuso do efluente tratado no processo industrial ou um descarte seguro obedecendo as normas estabelecidas na legislação em vigor, e uma destinação adequada ao resíduo oleoso removido.

Na literatura são encontradas pesquisas analisando o tratamento de diversos tipos de efluentes aplicando a técnica de eletrofloculação, e mais recentemente também são encontrados estudos abordando a remoção de óleo através da fibra da *Calotropis procera*; porém, não há publicações que envolvam os métodos abordados nesta pesquisa. Dessa forma, é possível investigar a utilização da desestabilização da solução oleosa e formação de flocos ocasionadas pela eletrofloculação, associado a capacidade de retenção de parte do floculado e resíduo oleoso pela fibra da *Calotropis procera*.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o uso de um reator de eletrofloculação contínuo em conjunto com uma coluna de adsorção quanto à eficiência de remoção de óleo emulsionado em água.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Adaptar o sistema de eletrofloculação para a inclusão de uma coluna de adsorção;
- Estudar a influência da associação do método de eletrofloculação com a coluna de filtração recheada com um bioissorvente à base de fibra vegetal;
- Estudar a capacidade de remoção de TOG da fibra da *Calotropis procera*.
- Estudar a influência das variáveis vazão e tempo de inversão de polaridade nas variáveis resposta (TOG, DQO, pH e Turbidez) via planejamento de experimentos antes e após a coluna de adsorção;
- Estudar a viabilidade de utilização de um bioissorvente como elemento filtrante do material floculado e óleo ainda presentes no efluente após o reator;
- Analisar a viabilidade do reuso dos eletrodos;
- Quantificar o consumo de energia elétrica durante o processo.

3. REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 FONTES POTENCIAIS DE GERAÇÃO DE ÁGUA OLEOSA

A contaminação hídrica se apresenta como um dos grandes problemas ambientais (WANG, N.; VILLA, 2021) ocasionados por diferentes processos de fabricação. Entre as fontes geradoras desses poluentes e produção de água oleosa podemos destacar alguns, como a extração de petróleo, o ciclo do óleo lubrificante de motor, a produção do óleo de dendê, utilização dos fluídos de corte nos processos de usinagem, a pintura automotiva, postos de combustíveis, entre outros (LIU, B. et al. 2016).

No processo de extração de petróleo, se produz água contaminada com determinado teor de óleos, graxas, e outros contaminantes, daí o termo Água Produzida. É o principal subproduto da atividade de extração de petróleo (COHA, M. et al., 2021). Ela também pode ser produzida em aquíferos subterrâneos próximos a formações rochosas que armazenam algum contaminante.

A água produzida é composta principalmente por emulsificação de óleo em água, gerando gotículas que impossibilitam a separação natural, esse fenômeno pode ocorrer devido à agitação do fluído e a alta pressão nas tubulações durante o transporte até a superfície no processo de extração ou refino.

Esse efluente acaba gerando maiores custos ao processo de produção de combustíveis devido a necessidade da utilização de grandes equipamentos e instalações, gerando também maior consumo de energia (GOBBI, L. et al., 2018).

A indústria de produção de petróleo atende à demanda energética de diferentes áreas, como a geração de energia elétrica em determinadas situações, o abastecimento residencial e industrial de gás natural, e o setor de transportes que é o principal consumidor de combustíveis oriundos do petróleo.

Apesar da tendência de mudança da matriz energética mundial, induzida principalmente pela crescente necessidade de busca pelo desenvolvimento de tecnologias que possibilitem o uso de energias renováveis, a conversão de motores à combustão para motores elétricos na indústria automobilística ainda caminha a passos lentos, principalmente em países menos desenvolvidos (MARTINS, L. S. et al., 2021). Isso se dá principalmente devido aos altos custos de produção de baterias para veículos elétricos que ainda não tornam os veículos elétricos (EVs) competitivos

no mercado. Pelo menos até o ano de 2030, a projeção dos preços das baterias para veículos ainda não é suficientemente favorável para tornar esse segmento competitivo (HSIEH, I. Y. L. *et al.*, 2019).

Dessa forma, a utilização do petróleo como fonte de energia ainda irá se estender por algumas décadas, até ser substituída totalmente ou em grande parte por outras fontes renováveis como as de energias solar, eólica e/ou biocombustíveis. Segundo o relatório BEN (Balanço Energético Nacional de 2020), em 2019 o petróleo e derivados representaram 34,4% na oferta interna de energia no Brasil (Figura 1), e foram produzidos mais de 1 (um) bilhão de BBL (barril) de petróleo no mesmo ano, tendo um aumento de 7,6% em relação ao ano anterior.

Figura 1 – Repartição da oferta interna de energia – OIE.



Fonte: EPE - Balanço Energético Nacional (2020)

Portanto, existe grande necessidade do desenvolvimento de métodos e tecnologias que possibilitem a remoção de contaminantes provenientes dos processos de produção, os tornando menos impactantes, e atendendo as exigências dos órgãos fiscalizadores.

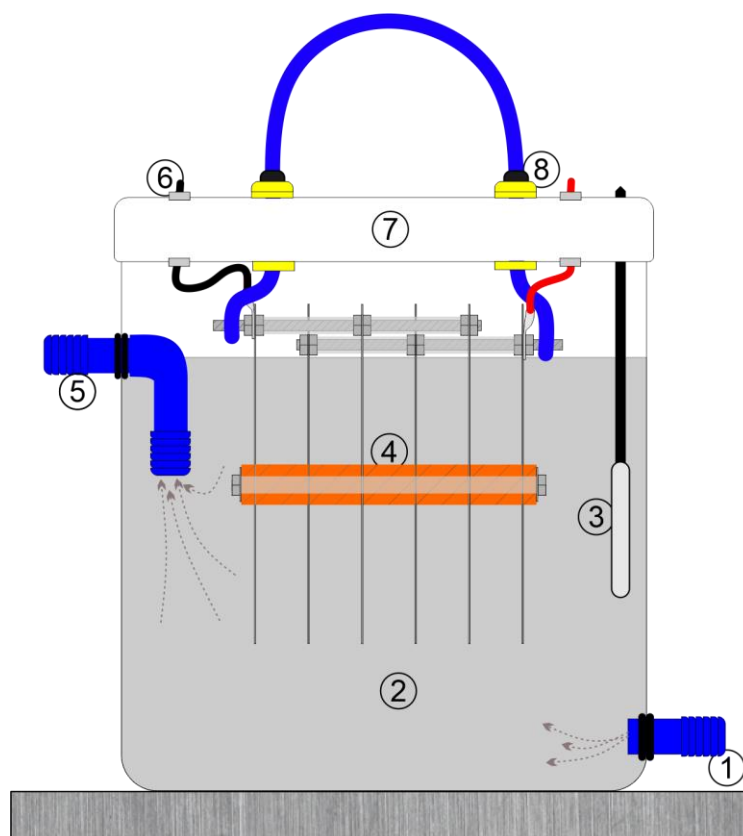
3.2 ELETROFLOCULAÇÃO

Um sistema de tratamento de efluentes por eletrofloculação pode ser adaptado e aplicado de diferentes formas (FITCH, A. *et al.*, 2022). Na literatura são encontrados estudos aplicando a técnica da eletrofloculação com métodos adaptados para diversas finalidades, e a diferentes tipos de efluentes. Como exemplo, no tratamento de

efluente da indústria de abate de animais (ARAÚJO, F. M. *et al.*, 2020), na remoção de efluentes farmacêuticos veterinários (ZAFAR, M. *et al.*, 2022), na redução de turbidez de águas residuais (THIRUGNANASAMBANDHAM, K., 2021), no tratamento de resíduos na indústria de café (GARDIMAN, S.; GUIMARÃES, D.; GARCIA, G., 2021), no tratamento de águas residuais contendo manganês, zinco e ferro (LI, YU-E. *et al.*, 2020), entre outros.

O processo de eletrofloculação é possível devido à utilização de corrente elétrica aplicada nos eletrodos, gerando coagulantes *in situ* através da oxidação eletrolítica do ânodo imerso no efluente. A densidade da corrente elétrica utilizada pode influenciar a taxa de geração de bolhas e a quantidade do agente coagulante formado (PÉREZ, L. S. *et al.*, 2016). Comumente são utilizados materiais como o ferro ou alumínio devido aos custos e disponibilidade. A Figura 2 apresenta o desenho do reator de eletrofloculação com os eletrodos de alumínio.

Figura 2 – Desenho esquemático do reator eletrolítico.



Fonte: adaptado de Gobbi *et al.* (2018) e Nascimento B. Z. (2020)

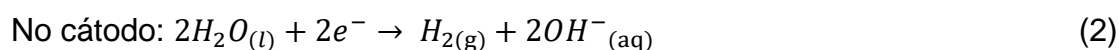
Em que: (1) - entrada do efluente, (2) - recipiente de acrílico com o efluente, (3) sensor de temperatura, (4) – conjuntos de eletrodos, (5) - saída do efluente, (6) –

conexão de carga, (7) – tampa do reator, (8) – fixador e regulador de profundidade dos eletrodos.

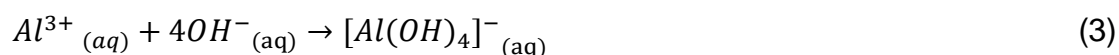
Esse processo ocorre em três etapas: oxidação (reações redox), eletrofloculação e eletroflotação (Figura 3). A formação do agente coagulante $[Al(OH)_3]$ ocorre na primeira etapa com a reação do ânodo de sacrifício, ocorrendo sua oxidação o que ocasiona a quebra de emulsões pela desestabilização das partículas pelo agente coagulante formado (GOBBI, L. C. A. *et al.*, 2018).

Na etapa de eletrofloculação, o hidróxido de alumínio formado desestabiliza as partículas da emulsão, ocorrendo a agregação e favorecendo o crescimento de flocos que posteriormente podem ser retirados do meio por filtração, decantação ou flotação. Já na eletroflotação ocorre a formação de microbolhas de oxigênio (O_2) e hidrogênio (H_2) no ânodo e cátodo, respectivamente. No deslocamento dessas microbolhas até a superfície ocorre o carreamento dos flocos presentes ao longo do percurso, possibilitando o acúmulo das impurezas (lama) na superfície do efluente, o que torna mais favorável a retirada (NASCIMENTO, B. Z., 2020).

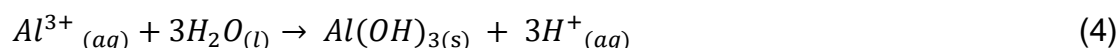
As reações no ânodo e cátodo se dão da seguinte forma:



Quando ocorre a dissolução eletrolítica no efluente em tratamento a reação pode ser representada pelas equações 3 e 4:



ou



Fonte: adaptado de Nascimento, B. Z. (2020)

Figura 3 – Desenho ilustrativo das etapas de reação.



Fonte: adaptado de Krishnamoorthy, N. *et al.* (2021)

Nesse processo, quanto menor o tamanho das microbolhas geradas pelo ânodo e cátodo, melhor será a agregação aos flocos, carregando maior quantidade de impurezas até a superfície (GOBBI, L. C. A. *et al.*, 2018).

A condutividade elétrica do efluente tem grande influência no processo de eletrofloculação, proporcionando que o efluente conduza corrente elétrica entre as placas dos eletrodos. Alguns fatores influenciam a condutividade do meio, como o pH inicial (SHONZA, N. S. *et al.*, 2020) e o teor inicial de eletrólito presente no efluente NaCl, como exemplo.

3.3 MEIOS FÍSICOS COMBINADOS AO PROCESSO ELETROQUÍMICO

Como já comentado anteriormente, o processo de eletrofloculação aplicado ao tratamento de efluentes tem despertado o interesse para sua aplicação no tratamento de diversos tipos de efluentes. Na literatura também são encontradas algumas formas de associação a outros métodos de tratamento físicos, químicos ou biológicos. Entre essas combinações podemos destacar algumas como a adsorção, filtração, ultrassom, ozonização, entre outras (BARRERA-DÍAZ, C. *et al.*, 2014; PERUMAL, A. *et al.*, 2022).

A associação dos métodos busca combinar as potencialidades dos mesmos, visando o aumento da eficiência no tratamento final dos efluentes. Dessa forma, busca-se obter um aumento nos percentuais de remoção de contaminantes, a redução dos custos finais de tratamento, ou ambos.

3.3.1 Adsorção

A adsorção é um fenômeno de transferência de massa de um soluto (chamado de adsorvato) presente em uma solução para a superfície de um determinado sólido, comumente chamado de adsorvente, podendo ser caracterizada como física ou química. Nesse processo ocorre a atração de moléculas de um fluido que está em contato com a superfície irregular do adsorvente.

O processo de adsorção pode ser classificado como quimiossorção ou fisiossorção, de acordo com as forças que estão envolvidas entre o adsorvente e o adsorvato. As forças envolvidas na fisiossorção são mais fracas com pequenas variações de entalpia através de interações dipolo (NASCIMENTO, R. F. *et al.*, 2014). Já na quimiossorção, são ligações mais fortes que ocorrem entre as valências do adsorvente e do adsorvato.

Os principais tipos de adsorventes utilizados comercialmente são, as adsorventes silicosos, o carvão ativado, a argila, entre outros (PRIYA, E. *et al.* 2022) (EKKA, B. *et al.*, 2022). Nestes, o adsorvato fica retido apenas nas paredes do adsorvente. Diferente da absorção, em que o adsorvente é encharcado com o material absorvido.

3.3.2 Materiais biossorventes

Os biossorventes são materiais adsorventes originários de materiais biológicos, biomassa, resíduos agrícolas, ou industriais. Esses materiais são alternativas ao carvão ativado que visam proporcionar um menor custo, ampla variedade, eficientes e potencial regeneração.

Diferentes tipos de materiais vegetais já foram testados na literatura como biossorventes para a remoção de contaminantes do meio aquoso, entre eles estão: casca de banana (THANI, N. S. M. *et al.*, 2017), resíduo de cana de açúcar (LI, Z. *et al.*, 2021), sabugo de milho (CHOI, H. J., 2019), casca de café (TAUFIK, R. *et al.*, 2021), fibra de coco (ABDULSALAM, M. *et al.*, 2018), entre outros.

A fibra de coco é uma matéria-prima promissora para uso como biossorvente devido à grande quantidade de carbono em sua estrutura, e ao baixo teor de cinzas quando utilizada carbonizada (NASCIMENTO, J. L. *et al.*, 2019). Na literatura são encontrados alguns trabalhos utilizando a fibra de coco como material adsorvente para

a remoção de diferentes poluentes como, tolueno e clorobenzeno (ZHAO, X. *et al.*, 2018), fenol (KARRI, R. R. *et al.*, 2017), corantes industriais (ALJEBOREE, A. M. *et al.*, 2017), cromo (CHWASTOWSKI, J. *et al.*, 2017), e outros.

Koseoglu (2016), estudou a fibra da bucha vegetal (*Luffa cylindrica*) para a remoção de óleo da água do mar. Os resultados obtidos indicaram que ela pode ser usada como um sorvente natural eficaz no processo de remoção no derramamento de óleo.

Também foram realizadas pesquisas relacionando a associação entre o método de eletrofloculação com a filtração por diferentes materiais buscando aumentar a eficiência de remoção dos contaminantes. Soriano *et al.* (2017) utilizaram o tratamento de efluente industrial para remover ácido perfluorohexanóico (PFHxA) através da nano filtração por uma membrana plana associado à reação eletroquímica. Trotochaud, L. *et al* (2020) realizaram uma pesquisa para analisar a viabilidade econômica do tratamento de águas residuais utilizando um sistema de filtração com carvão ativado associado à oxidação eletroquímica.

3.4 *Calotropis procera*

A *Calotropis procera* é originária da Índia, é uma planta muito comum em regiões tropicais, sendo mais explorada em países como a Índia, Malásia, Egito e Paquistão (NASCIMENTO, J. H. O. *et al.*, 2016). No Brasil é popularmente conhecida também como: Leiteira, Saco de Velho, Flor de Seda, Queimadeira, Algodão de Seda, entre outros nomes. É uma planta que pode se desenvolver em situações adversas, como em regiões de clima semiárido, solos empobrecidos, e a diferentes temperaturas (HILÁRIO, L. S., 2019), características que a tornam de difícil combate quando se prolifera em pastagens e terras agrícolas.

É considerada um arbusto pertencente à família Apocynaceae e do gênero *Calotropis* R. Br. Essa família possui 280 gêneros e 2000 espécies (HILÁRIO, L. S., 2019). É capaz de entrar no período da primeira floração em apenas 90 dias após a germinação, e na vida adulta chega a alcançar aproximadamente 3,5 metros de altura dependendo das condições de solo e clima (KARTHIK, T., 2014). Os frutos têm aproximadamente 15 centímetros de comprimentos. Quando chegam ao ponto de maturação, sua casca externa se abre para liberar as sementes que podem ser

levadas a longas distâncias pelo vento. Isso é possível através dos filamentos da fibra ligados as sementes de forma individual, como pode ser visualizado na figura 4.

As fibras da *Calotropis procera* apresentam excelentes propriedades hidrofóbico-oleofílicas, características que possibilitam a sua utilização para a remoção de óleo em água (ANJOS, R. B. *et al.*, 2020). Nascimento, J. H. *et al.* (2016) também estudaram a utilização dessa fibra na remoção de petróleo em água, identificando características potenciais para a utilização como biossorvente. Sua fibra é composta principalmente por lignina, celulose, hemicelulose, pectina e cera. A lignina é a principal responsável pela característica hidrofóbica da fibra (HILÁRIO, L. S., 2019).

Na literatura são encontradas pesquisas envolvendo a *Calotropis procera*, realizadas com o intuito de aumentar a capacidade de retenção de óleo da fibra aplicando-se tratamentos térmicos e químicos. Anjos (2020) realizou o tratamento térmico da fibra para aumentar a eficiência de remoção no derramamento de petróleo. Hilário (2019) desenvolveu uma pesquisa semelhante realizando um tratamento térmico e químico da fibra, comparando também a capacidade retenção da fibra *in natura*.

Pelo exposto, o uso dessa fibra vegetal como material filtrante de resíduos oleosos presentes em efluentes, pode ser uma combinação interessante para aumentar a eficiência de remoção dos resíduos oleosos presentes no efluente.

3.5 DESTINAÇÃO DO MATERIAL FILTRANTE CONTAMINADO

O floculado gerado no tratamento por eletrofloculação é composto por alumínio, material oleoso e outros contaminantes, não podendo ser descartado diretamente no meio ambiente para não causar outros danos ambientais.

Uma das possíveis benesses da utilização da coluna de adsorção, é a redução da quantidade de lama gerada no processo de eletrofloculação, uma vez que parte do teor do resíduo oleoso e floculado será retido. O recheio utilizado na coluna de adsorção poderia ser utilizado como produto de queima para caldeiras na indústria.

Thilagavathi *et al.* (2021), realizou uma análise de TGA (termogravimetria) para determinar o comportamento térmico da fibra da *Calotropis procera* comparando os resultados com os da fibra do algodão. Na análise foram observados os valores de perda de massa em 3 regiões da temperatura. Na primeira (29 a 250 °C), houve uma

perda de massa de 7,9 % devido à evaporação da umidade. Na segunda (250 a 370 °C), houve uma perda de massa de 75,47 % devido a perda de hemicelulose e componente celulósico. E na terceira (370 a 700 °C), a perda de massa foi de 87,64 % devido à degradação da celulose e lignina. Foi observado que a perda de massa nas fibras da *Calotropis procera* foi maior que as do algodão.

Ahmed e Jong (2016) encontraram valores próximos ao realizar a análise de TGA com as fibras da *Calotropis procera*, sendo que a temperatura inicial de decomposição térmica das fibras foi de 228,25 °C.

Radhaboy *et al.* (2022) realizou testes de com partes da planta *Calotropis procera* conseguindo identificar o seu poder calorífico total (4286 kcal/kg). Porém não foi determinado o poder calorífico específico da fibra em estudo.

Hilário (2019) realizou uma análise termogravimétrica identificando a estabilidade térmica da fibra para a determinação das temperaturas de tratamento térmico.

4. METODOLOGIA

Neste capítulo, serão descritos os materiais, os equipamentos e acessórios, e as metodologias utilizadas para o desenvolvimento do trabalho.

Nos experimentos preliminares, foi considerada a possibilidade da utilização de três materiais vegetais neste trabalho: a fibra do coco, a bucha vegetal (*Luffa cylindrica*), e a fibra da *Calotropis procera*. De acordo com resultados obtidos, foi decidido que este trabalho se concentraria em investigar a possibilidade da utilização da fibra da *Calotropis procera in natura* como bioissorvente para a remoção de parte do teor de óleos e graxas, e do floculado, presentes no efluente após a passagem pelo sistema de eletrofloculação.

4.1. COLETA E PREPARO DOS FRUTOS DA *Calotropis Procera*

Os frutos da *C. procera* foram coletados no município de Aimorés/MG, próximo à divisa com Baixo Guandu/ES (Coordenadas Geográficas UTM: Longitude 284912.30 m E, Latitude 7843678.06 m S, Zona 24 K) no dia 19 de dezembro de 2021 (Figura 4).

Figura 4 – Imagens do local da colheita.



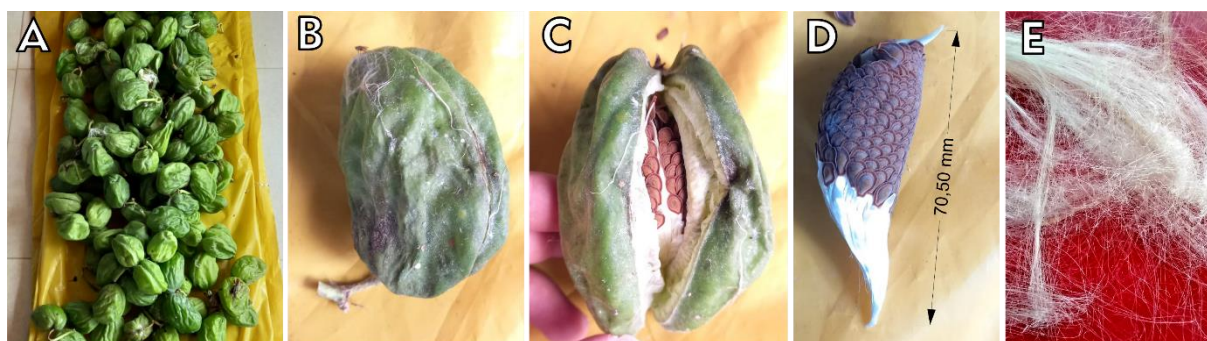
Fonte: o autor

Os frutos foram coletados quando estavam prestes a abrirem naturalmente. Estes foram mantidos à sombra e a temperatura ambiente (média de 25 °C) por 3 a 6 dias para que, a casca externa, alcançasse o tempo de abertura. Após o rompimento, foi observado que a fibra manteve um teor de umidade, após a retirada do fruto interno, o que mantém cada fibra unida. Essa união facilitou a remoção das sementes por raspagem manual antes que a fibra secasse e ocorresse a separação característica da mesma. Então, a fibra foi colocada em um recipiente e seca naturalmente ao sol por 5 dias seguidos. Como a exposição foi feita em local aberto, foi necessário utilizar uma tela para cobrir o recipiente para impedir a entrada de insetos e que a fibra fosse dispersa pelo vento.

A fibra seca foi armazenada em sacos plásticos, contendo cerca de 20 g cada. Estes foram mantidos à temperatura ambiente até a utilização nos experimentos em laboratório.

As imagens sequenciadas (Figura 5) registram as etapas da colheita ao preparo da fibra. Cabe ressaltar que certos frutos coletados, ainda muito verdes, não alcançaram as etapas descritas, sendo eliminados por apresentar sinais de deterioração sem ao menos abrir o revestimento externo. Outros abriram alguns dias depois, porém, a fibra já apresentava sinais de bolores. Por fim, apesar de certos frutos não apresentarem bolor, suas sementes ainda não estavam maduras e a fibra apresentava coloração escurecida (pontos de pigmentação). Em todos esses casos a fibra foi descartada. Este procedimento foi mantido como padrão de maturação da fibra pós-colheita utilizada nos experimentos.

Figura 5 – Imagens das etapas de preparo da fibra pós-colheita.



Fonte: o autor

Em que: (A) - 2º dia; (B) - 4º dia; (C) 6º dia; (D) - miolo removido; (E) - fibra após o período de secagem.

4.2 PREPARO DO EFLUENTE SINTÉTICO

No preparo das amostras de emulsão oleosa sintética, foi utilizado um óleo para motor da marca Havoline® (semisintético) com viscosidade 15W40. A emulsão foi preparada em concentração de 200 ppm de óleo de motor, sendo mantida a mesma do grupo de pesquisa. No recipiente foram adicionados 15 L de água destilada, 0,3 g do emulsificante Tween, 3 g de cloreto de sódio, e 3 g de óleo. A utilização do emulsificante contribui para a diminuição da separação de fases no efluente sintético antes do processo de tratamento proposto, e a utilização do cloreto de sódio como eletrólito tem por objetivo aumentar a condutividade do meio, favorecendo as reações no reator de eletrofloculação. O uso do cloreto de sódio como eletrólito ainda tem a vantagem de diminuir os efeitos dos sulfatos geralmente presentes do óleo que inibem a oxidação dos eletrodos (GOBBI *et al.*, 2018). Na Tabela 1, encontram-se as especificações do óleo Havoline 15W40.

Tabela 1 – Dados técnicos do óleo Havoline 15W40.

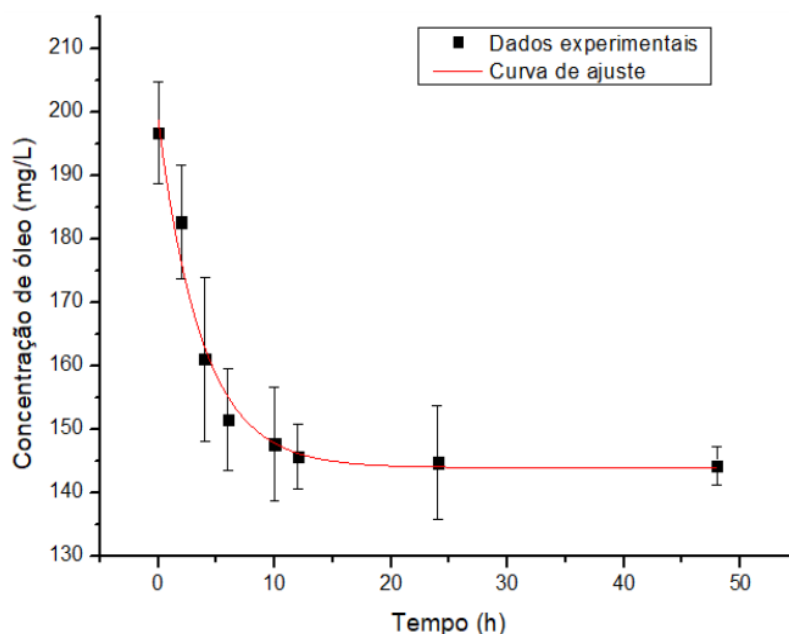
Grau	Método ASTM	15W-40
Código do Produto	-	314129
Código da FISPQ	-	41806
Densidade a 20°C (g/cm ³)	D4052	0,879
Viscosidade Cinemática cSt a 40°C	D445	106,6
Viscosidade Cinemática cSt a 100°C	D445	14,10
Viscosidade a baixa temperatura, (CCS, -20°C, cP)	D5293	6300
Índice de Viscosidade	D2270	135

Fonte: a fabricante (Texaco)

A emulsão água/óleo foi obtida utilizando-se um agitador Ultra Turrax da marca IKA, modelo T50 digital, com velocidade de rotação de 8.800 rpm. Foram executados três ciclos de 5 min cada, com intervalos de 5 min entre cada ciclo. O efluente foi preparado tendo como base os trabalhos de Gobbi *et al.* (2018) e Nascimento B.Z. (2020).

A emulsão foi deixada em repouso (entre 12 e 24 h) para a estabilidade da mesma, antes de ser utilizada nos experimentos. Esse período foi determinado por Nascimento, B. Z. (2020), que identificou o tempo de estabilidade de uma emulsão preparada com óleo sintético nessas mesmas condições. Na Figura 6 estão os dados da concentração de óleo de acordo com o tempo de repouso até a emulsão atingir a estabilidade.

Figura 6 – Concentração de óleo quanto ao tempo de repouso.



Fonte: Nascimento, B.Z. (2020)

Nascimento, B. Z. (2020) observou que nas primeiras 10 h, a variação na concentração foi de aproximadamente 25 %. A partir das 12 até 48 h de descanso, a variação foi de apenas 1%, o que subentende que a emulsão alcançou o seu ponto de estabilidade (equilíbrio). Para todos os experimentos, neste trabalho as emulsões foram preparadas, deixadas em repouso por aproximadamente 13 h antes de cada ensaio.

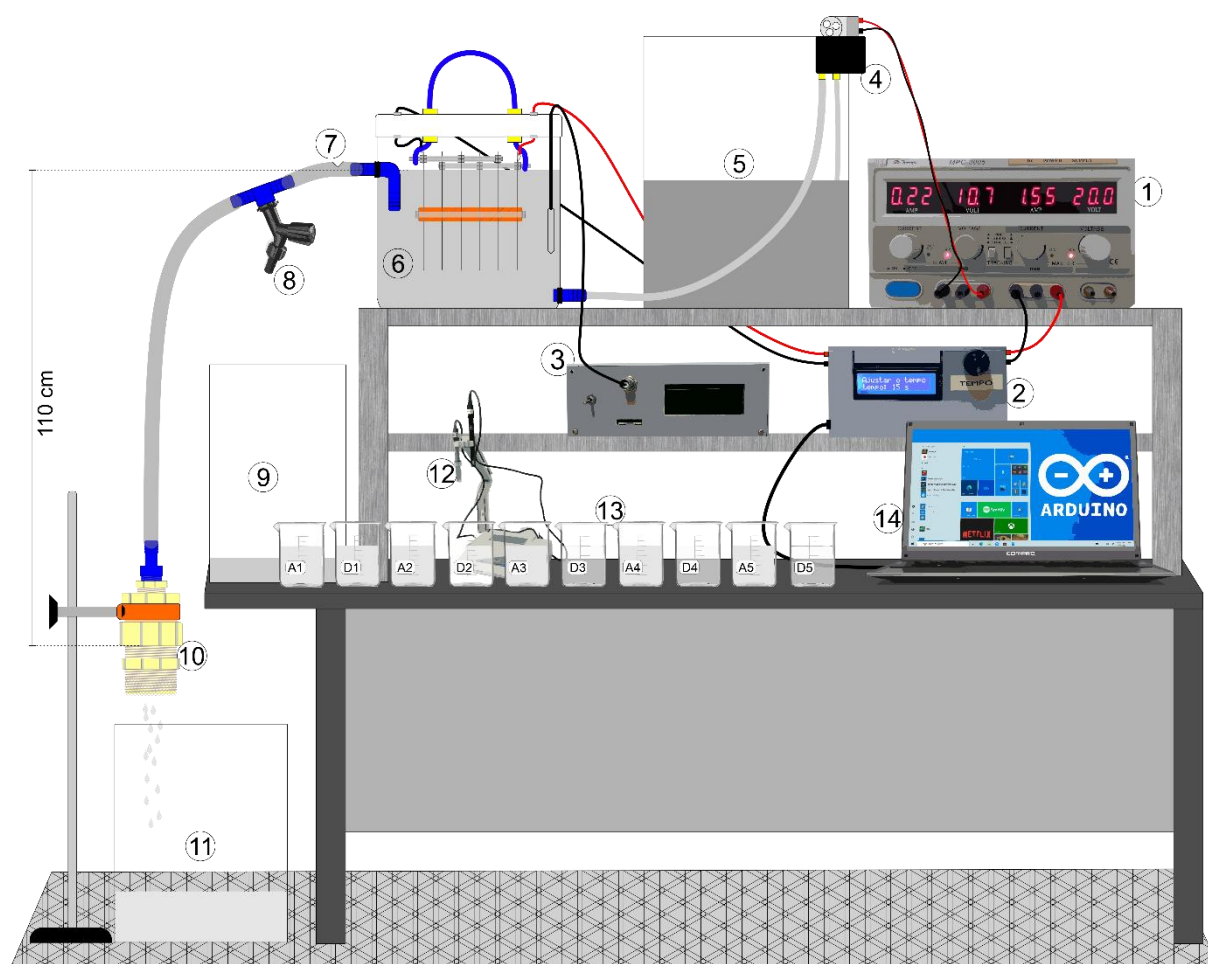
4.3 UNIDADE EXPERIMENTAL

Foi utilizado um sistema que envolve um reator eletrolítico, cilíndrico, com capacidade para 4,4 L de solução e operando em regime contínuo. O sistema é alimentado por bombeamento com a variação da vazão controlada por uma bomba peristáltica ajustada de acordo com a corrente e tensão aplicadas na bomba. A Figura

7 especifica o desenho esquemático de cada um dos componentes utilizados na bancada experimental. Os recipientes de armazenamento e do reator foram confeccionados em acrílico para facilitar a visualização das etapas do processo.

Durante a realização dos experimentos preliminares, foram detectados alguns pontos a serem corrigidos no projeto. Um deles foi a necessidade de inclusão de um orifício de respiro para liberação do ar na parte superior da tubulação da coluna para permitir o movimento ascendente do efluente na saída do reator.

Figura 7 – Desenho esquemático da unidade experimental.



Fonte: adaptado de Gobbi *et al.* (2018) e Nascimento, B. Z. (2020)

Em que: (1) - fonte de corrente contínua, (2) - inversor de polaridade, (3) termômetro de bancada, (4) - bomba peristáltica, (5) - reservatório de alimentação, (6) – reator eletrolítico, (7) – orifício de respiro da coluna de adsorção, (8) – válvula de coleta da amostra, (9) – recipiente de descarte I, (10) – coluna de adsorção, (11) – recipiente de descarte II, (12) – pHmetro de bancada, (13) – recipientes de coleta, (14) – computador.

Após a passagem do efluente sintético pelo reator, abria-se uma válvula para realizar a primeira coleta para análise. Na sequência, o efluente tratado, então, passava pelo leito da coluna de adsorção. Na saída do filtro realiza-se a segunda coleta. Assim, com o tempo, as demais coletas foram extraídas e, posteriormente, suas análises realizadas.

Durante o experimento, os dados de corrente e tensão aplicados no eletrodo foram armazenados no *notebook*, a cada segundo. Isto foi possível pelo auxílio do Software Arduino 1.8.16, que estava possibilitando a leitura dos dados do inversor de polaridade pelo *notebook* via porta USB. A fonte de alimentação foi programada para aplicar uma carga de 20 V de tensão e 2 A de corrente nos eletrodos. A inversão de polaridade foi programada para ocorrer nos tempos 10, 15 e 20 s conforme estabelecido pelo planejamento experimental.

Um sensor de temperatura, imerso no efluente dentro do reator eletrolítico, possibilitou medir a variação de temperatura a cada segundo. Os dados foram armazenados em um cartão de memória para posterior análise.

Uma vez todas as amostras coletadas, as medidas do pH foram realizadas nos tempos 0; 7,5; 15; 22,5 e 30 min.

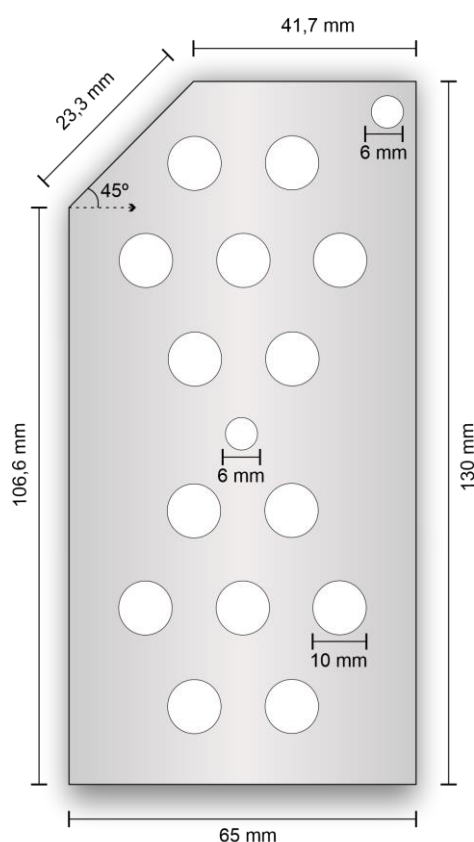
4.4 CONFECÇÃO DAS PLACAS DE ALUMÍNIO

Como em trabalhos anteriores do grupo de pesquisa foram utilizadas placas de alumínio com espessura de 1 e 2 mm; assim, foi proposto a confecção de placas que compõem os eletrodos de menor espessura. O interesse foi avaliar a viabilidade técnica, bem como reduzir os custos de confecção. Algumas placas de 0,4 mm de espessura foram cortadas para realização de testes preliminares e verificar a sua viabilidade. Os dados obtidos com eletrodos compostos por placas de menor espessura proporcionaram resultados favoráveis. Além disso, chapas de alumínio de 0,4 mm de espessura são comumente utilizadas na construção civil, para a montagem de calhas para telhados e instalação de rufos¹, o que facilita aquisição no comércio local. Como o alumínio é um metal de baixa dureza, a confecção das placas a partir de chapas de menor espessura facilita o corte e a sua perfuração.

¹ Chapa geralmente fabricada em alumínio e instalada em telhados e paredes para impedir infiltração.

A marcação do formato das placas por cisalhamento foi realizada empregando-se uma lâmina. Após a marcação nas duas faces da chapa, as placas foram separadas com a simples dobra nos pontos demarcados pela lâmina. As placas têm as dimensões de 130 x 65 x 0,4 mm. Uma vez feito o procedimento de separação das placas, foi realizado um furo no centro e outro na extremidade superior utilizando-se uma broca de 6 mm. O furo no centro tem a finalidade de fixação do parafuso central isolante, enquanto o furo na extremidade superior para posicionar o parafuso de contato do conjunto de placas. Com o intuito de contribuir com a circulação do efluente no interior do reator, circulando entre as placas, foram realizados 14 furos com brocas de 10 mm dispostos em formato de hexágono (Figura 8), sendo dois conjuntos de 7 furos praticamente simétricos.

Figura 8 – Desenho esquemático das placas de alumínio.

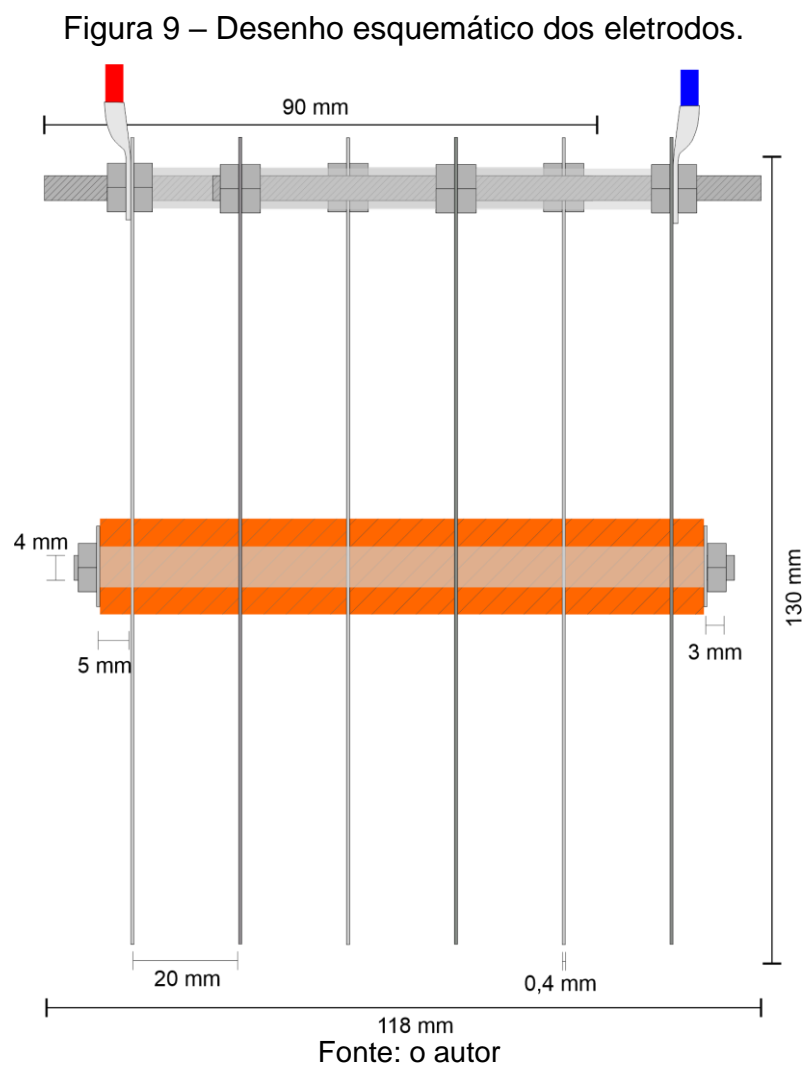


Fonte: o autor

As massas individuais das placas de alumínio confeccionadas foram de aproximadamente $6,05 \pm 0,10$ g. A massa inicial de cada placa foi quantificada individualmente, uma vez que este é um parâmetro importante para verificar a perda de massa após a reação.

4.5 MONTAGEM DOS ELETRODOS

Utilizou-se um eletrodo composto por placas de alumínio organizadas em grupos de três placas intercaladas, ou seja, arranjo paralelo, do tipo colmeia. As distâncias entre as placas foram fixas distanciadas por separadores, parafusos e porcas (Figura 9). Neste trabalho, a distância entre as placas que compõem o eletrodo foi fixada em 20 mm de acordo com Oriane; Muniz; Porto (2019).



Os separadores são anéis confeccionados de material isolante para evitar a passagem de corrente elétrica entre os conjuntos de placas. Uma outra função destes separadores é estabelecer o espaçamento entre as placas. O parafuso central é

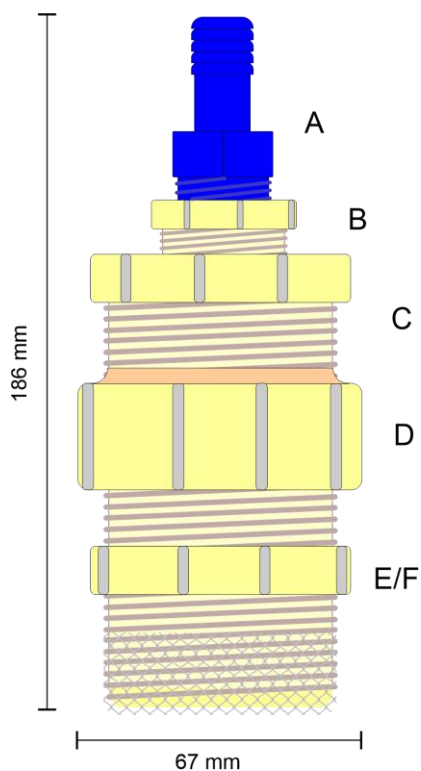
revestido com uma mangueira de silicone também para impedir que haja curto-circuito.

A passagem de corrente somente entre as três placas, de cada conjunto, é realizada por um parafuso fixado com uma porca em cada lado da placa, que por sua vez é conectada ao terminal do fio de conexão com o inversor de polaridade. As extremidades dos parafusos de contato também são utilizadas para o ajuste da profundidade do eletrodo dentro do reator.

4.6 CONSTRUÇÃO DA COLUNA DE ADSORÇÃO

A coluna de adsorção (Figura 6, item 10) foi projetada e acoplada à saída do sistema de eletrofloculação. De modo ampliado, o desenho esquemático (Figura 10) informa as dimensões da coluna de adsorção.

Figura 10 – Desenho esquemático da coluna de adsorção.



Fonte: o autor.

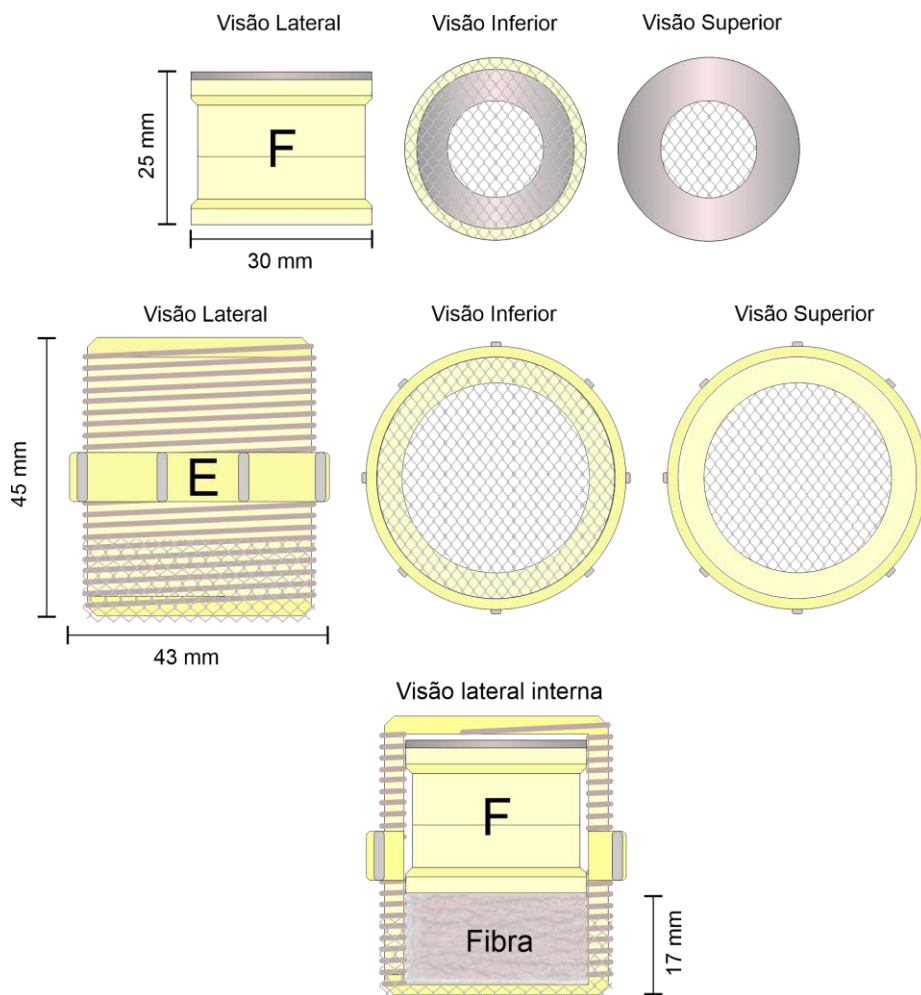
Em que: (A) - 01 conexão de mangueira adaptadora com ampliação de $\frac{1}{2}$ " para $\frac{3}{4}$ "; (B) - 01 ampliação de $\frac{3}{4}$ " para 1"; (C) - 01 bucha de ampliação rosqueável de 1" para

2"; (D) - 01 luva de 2" cortada ao meio; (E) - 01 *niple* duplo de 2"; (E) – meio filtrante; (F) - 02 cap soldável de 40 mm; (F) - 01 arruela de aço; (F) - 01 tela de *nylon*.

A posição da coluna foi determinada na expectativa de melhorar a qualidade do efluente tratado, retendo o floculado produzido na eletrofloculação e parte do resíduo oleoso que ainda esteja presente no efluente. A conexão da coluna ao reator eletrolítico ocorre por uma mangueira de ½". Neste acessório, foram utilizadas conexões rosqueáveis de canos de PVC. Essas características facilitaram o manuseio e o desmonte da coluna para limpeza após cada experimento.

O desenho esquemático da Figura 11 detalha melhor a disposição do conjunto de fixação e a formato da fibra no interior do componente E.

Figura 11 – Desenho esquemático do mecanismo interno da coluna.



Fonte: o autor.

Observa-se que, internamente, tem-se o componente F que é composto por duas peças coladas de PVC, no qual foram fixadas uma arruela de metal na parte superior e a tela de *nylon* da parte inferior. Este componente é responsável por fazer a contenção da camada superior da fibra. A arruela foi utilizada para aumentar a massa do conjunto, visto que o PVC é leve. O componente E é composto por uma luva rosqueável, que foi fixada na parte inferior da tela de *nylon* responsável por fazer a contenção da camada inferior da fibra.

Em cada experimento foram utilizados, 3 g da fibra seca de *Calotropis procera* medidas em balança analítica. Por ser hidrofobia (HILÁRIO, L S., 2019), para que seja possível a passagem do efluente pela coluna foi necessário humedecer a fibra seca com água destilada antes do início de cada experimento antes de ser acondicionada no interior da coluna, conforme Figura 11. Para tanto, a fibra foi mergulhada em um béquer com água destilada e feita a separação manual dos filamentos da fibra até que estivesse apresentando sinais de umidade na maior parte dos filamentos. Esse processo demorou aproximadamente 5 min.

Foi observado que a acomodação da fibra no interior da coluna em uma única camada facilitou a criação de caminhos preferenciais durante os experimentos. Esse problema foi solucionado separando a fibra em três massas distintas e as acomodando separadamente no interior da coluna, uma sobreposta a outra. O componente E (Figura 8) foi posicionado em cima de uma superfície plana e a primeira cama foi adicionada em seu interior sendo adicionada um pouco de água destilada para facilitar a acomodação. Em seguida foi repetido o mesmo procedimento para acomodar a segunda camada, e da mesma forma a terceira. Então, foi adicionada água destilada no interior do componente para observar se algum caminho preferencial seria criado. Não havendo, o componente F (Figura 8) foi encaixado exercendo certa pressão sobre as camadas da fibra para impedir que se mova durante o experimento.

Com a adoção desse “passo a passo” para a acomodação do recheio no interior da coluna, não foi detectada a criação de caminhos preferenciais em nenhum dos experimentos executados.

Ao final do experimento, foi formado um cilindro composto pela fibra, floculado, e resíduo oleoso como mostrado na Figura 15. O cilindro foi retirado, enrolado com filme de PVC, identificado e armazenado na geladeira para análises posteriores.

A densidade da fibra após a acomodação no interior da coluna de adsorção pode ser calculada levando em consideração a área do compartimento e a massa da fibra utilizada nos experimentos. Dessa forma considerando que o raio do compartimento é de 22 mm e a altura média de fibra acomodada em seu interior é de aproximadamente 18 mm, aplicando a Equação 5 tem-se que:

$$V = \pi r^2 \cdot A \quad (5)$$

$$V = 27,36 \text{ cm}^3$$

4.7 CALIBRAÇÃO DA BOMBA PERISTÁLTICA

A alimentação do sistema foi realizada por uma bomba peristáltica acoplada ao reservatório da emulsão inicial. Para que a vazão correta fosse aplicada em cada experimento, realizou-se a calibração da bomba conforme a variação definida no planejamento de experimentos.

A calibração foi realizada com água, variando-se a tensão aplicada ao movimento do rotor da bomba e testes de proveta para determinar a vazão. A fonte de alimentação foi acionada em uma determinada tensão durante 1 min e o volume de água foi medido em uma proveta. Os tempos de coleta da água para atingir a vazão de $2 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$ foi de 1 min e de 30 s para as vazões de 4 e $6 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$. Na Tabela 2 estão os valores de tensão e corrente para cada vazão utilizada no estudo.

Tabela 2 – Controle de vazão da bomba peristáltica.

Vazão ($\text{mL}\cdot\text{s}^{-1}$)	Corrente (A)	Tensão (V)
2	$0,22 \pm 0,02$	$6,1 \pm 0,1$
4	$0,25 \pm 0,02$	$10,7 \pm 0,1$
6	$0,28 \pm 0,02$	$14,8 \pm 0,1$

Fonte: o autor

4.8 METODOLOGIA ANALÍTICA

Durante o processo de eletrofloculação, foram realizadas coletas de amostras nos tempos 0 (emulsão inicial); 7,5; 15; 22,5 e 30 min. Foram coletados aproximadamente 200 mL em cada tempo antes e após passagem na coluna de adsorção, totalizando 10 amostras. Após a medição do pH, as amostras foram deixadas em repouso por aproximadamente 1,5 h e foram realizadas as análises de turbidez, teor de óleos e graxas (TOG) e demanda química de oxigênio (DQO). As metodologias para essas análises estão descritas na sequência. Foram observados os procedimentos metodológicos estabelecidos no *Standard Methods*.

4.8.1 Determinação do pH

Foi utilizado um pHmetro de bancada da marca Alfakit, modelo AT-355 para a determinação dos valores de pH. A calibração do aparelho foi realizada utilizando as soluções tampão de pH 4.0, 7.0 e 10.0. Após a calibração foram realizadas em duplicata as medições das amostras do tempo 0 ao tempo 30 min. As anotações de cada leitura foram realizadas após a estabilização dos valores medidos pelo aparelho.

4.8.2 Determinação da turbidez

As medidas de turbidez foram realizadas utilizando um turbidímetro portátil da marca Hanna, modelo HI98703, com faixa de leitura variando entre 0 e 1000 NTU. O aparelho foi constantemente calibrado com soluções tampão, específicas do aparelho. As leituras foram realizadas na “porta amostra” do turbidímetro. Finalizado o período de repouso das amostras de interesse, foram coletados 10 mL no sobrenadante para a leitura. Todas as leituras foram realizadas em duplicata.

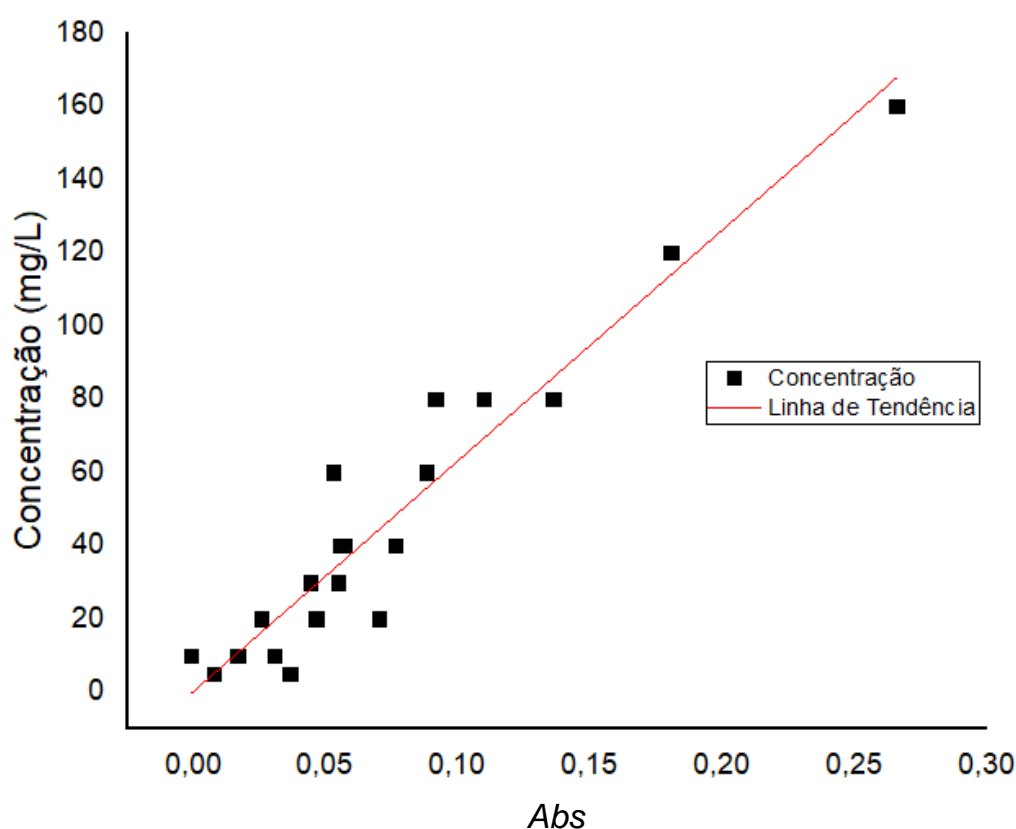
4.8.3 Determinação do TOG (teor de óleos e graxas)

a) Curva de calibração

Nessa etapa foi determinada a curva de calibração a partir de uma solução inicial de 200 ppm de óleo de motor em hexano. Desta solução inicial, foram

preparadas diluições entre 5 e 160 mg.L⁻¹. Cada diluição foi transferida para uma cubeta de quartzo com 1 cm de caminho óptico e a absorbância medida no espectrofotômetro da marca QUIMIS®, modelo 4802 UV/VIS *Double Beam Spectrophotometer*, com uma varredura de comprimento de onda na faixa de 400 a 190 nm, em um passo de 1 nm. Utilizando os dados de absorbância através do software Origin foi possível gerar um modelo de regressão linear e obter a curva de calibração do TOG (Figura 12).

Figura 12 – Curva de calibração do TOG.



Fonte: o autor

O erro referente ao coeficiente angular da equação é considerado insignificante, e por essa razão foi desconsiderado. O termo independente foi desconsiderado, por ser pequeno e estar dentro da faixa do desvio padrão. Dessa maneira, foi possível calcular o TOG a partir dos valores de absorbância das amostras por meio da Equação 6.

$$TOG = 630,25.Abs$$

(6)

Em que: *Abs* representa a absorvância; *TOG* é o teor de óleos e graxas em mg.L^{-1} .

b) Extração Líquido-Líquido

Para a quantificação do teor de óleos e graxas foram realizadas análises por espectrofotometria utilizando n-Hexano 95% UV/HPLC como solvente, assim foi possível extrair a fase orgânica da fase aquosa.

Ao final do experimento, após as amostras coletadas ficaram em repouso pelo tempo determinado, foram transferidos 50 mL da amostra para um funil de separação de 125 mL. Foram transferidos 5 mL do n-Hexano para o funil de separação, e na sequência 2 gotas de H_2SO_4 . O funil foi agitado² por 2 min, e então foi colocado em repouso no suporte universal por 10 min para que ocorra a separação das fases aquosa e orgânica. Durante o período de repouso, foram posicionados um funil com papel filtro contendo aproximadamente 1 g de Na_2SO_4 anidro para retenção de gotículas de água remanescentes que possam descer com a fase orgânica, e abaixo do funil foi posicionado o balão volumétrico de 25 mL que recebeu a fase orgânica (hexano + óleo).

Uma vez alcançado o tempo final dos 10 min, a fase aquosa (parte inferior) foi retirada em um béquer já ambientado com n-Hexano, e então, a fase orgânica foi filtrada. Para que não ficasse resíduo de óleo, foi utilizada uma pipeta *Pasteur* para aspergir por algumas vezes n-Hexano nas paredes internas do funil de separação. No béquer, com a fase aquosa, foram adicionados aproximadamente 5 mL de n-Hexano, agitado manualmente e a mistura foi devolvida para o funil de separação. Realizou-se uma nova agitação por aproximadamente 20 s. Na sequência, o funil foi colocado no suporte e deixado em repouso por aproximadamente 5 min. Na sequência a fase aquosa foi descartada e a orgânica filtrada, descendo para o balão volumétrico. Então, a lavagem do funil de separação foi repetida. Por fim, o balão volumétrico foi completado com n-hexano e homogeneizado.

A eficiência de remoção ou estimativa do percentual de remoção de óleo (%TOG) foi calculado utilizando-se a Equação 7.

² A pressão foi aliviada durante a agitação abrindo a válvula com o funil a 45 ° de inclinação.

$$\%TOG = \frac{TOG_{t=0} - TOG_{t=x}}{TOG_{t=0}} * 100 \quad (7)$$

Em que: $TOG_{t=0}$ é o teor de óleo inicial e $TOG_{t=x}$ e o teor de óleo definido no tempo x de cada amostra nos diferentes tempos de coleta.

4.8.4 Demanda Química de Oxigênio (DQO)

A DQO foi analisada através do método colorimétrico utilizando no processo as soluções digestora e catalisadora preparadas da seguinte forma:

a) Solução digestora

No preparo da solução digestora foram utilizados: ácido sulfúrico (H_2SO_4), dicromato de potássio ($K_2Cr_2O_7$) e, sulfato de mercúrio ($HgSO_4$). Foram adicionados cerca de 500 mL da água destilada em um béquer de 1 L, depois foram adicionados 10,12 g de dicromato de potássio previamente seco a 150 °C por 2 h, o conteúdo foi agitado até a completa dissolução, na sequência foram adicionados lentamente 167 mL de H_2SO_4 concentrado, e 33,3 g $HgSO_4$. Após a homogeneização, a solução foi deixada esfriar a temperatura ambiente, e então, foi transferida para um balão volumétrico de 1 L, que teve seu volume completado com água destilada. A solução foi armazenada em frasco âmbar para ser utilizado no decorrer dos experimentos.

b) Solução catalisadora

No preparo da solução catalisadora foram utilizados sulfato de prata (Ag_2SO_4) e ácido sulfúrico (H_2SO_4). A solução foi preparada realizando a diluição de 9,80 g de Ag_2SO_4 em 1 L de H_2SO_4 concentrado. A solução foi mantida em frasco âmbar para a utilização no decorrer dos experimentos.

c) Curva de calibração

Para a curva de calibração da análise da DQO foi preparada uma solução de biftalato de potássio. Foram pesados 0,850 g de biftalato de potássio em um béquer,

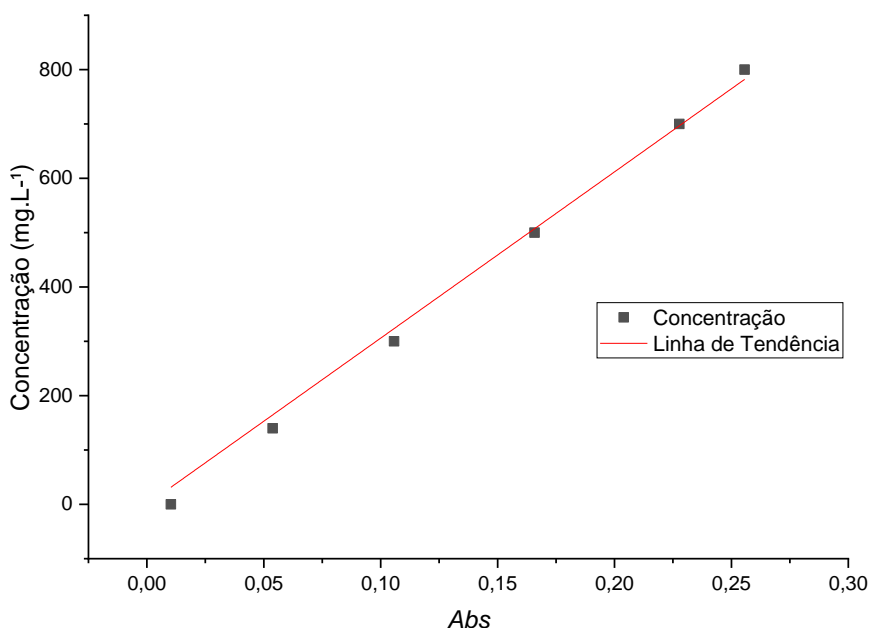
e realizada a diluição em água destilada. A solução foi transferida para um béquer de 1 L e foi adicionada água destilada até completar seu volume. Então foram utilizados béqueres de 50 mL para preparar 5 diluições (140, 300, 500, 700 e 800 ppm) que foram utilizadas na construção da curva de calibração.

Para a determinação da DQO das amostras, foram adicionados nos tubos de ensaio, 2,5 mL das diluições, 3,5 mL da solução catalisadora de solução de Ag_2SO_4 preparada por dissolução com H_2SO_4 , e 1,5 mL de solução digestora de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

A digestão foi realizada a uma temperatura de 150 °C por 2 h, em um digestor da marca Solab de modelo Dry-Block SL 16/30. Após a digestão, as amostras esfriadas a temperatura ambiente por aproximadamente 30 min. Foram realizadas varreduras UV-VIS espectrofotômetro utilizando cubetas de quartzo de 1 cm de caminho óptico. As leituras das absorvâncias foram realizadas em função do comprimento de onda na faixa de 650 a 550 nm.

Para a construção da curva de calibração, os dados obtidos da absorvância para cada concentração, no comprimento de onda de 600 nm, foram linearizados mediante Software Origin (Figura 13).

Figura 13 – Curva de calibração da DQO.



Fonte: o autor

Dessa maneira, foi possível calcular a DQO a partir dos valores de absorvância das amostras por meio da Equação 8.

$$DQO = 3059,07 \cdot Abs \quad (8)$$

Em que: *Abs* representa a absorvância e *DQO* a demanda química de oxigênio em mg.L⁻¹.

4.8.5 Determinação da massa do eletrodo

Após a finalização da fabricação das placas de alumínio, foram separados e identificados em grupos de 6 placas. As placas foram numeradas de 1 a 6 mediante gravação manual na parte superior direita. Então, a massa de cada placa foi medida em balança e associada ao respectivo número de identificação. Só então foi realizada a montagem dos eletrodos.

Com a finalização do experimento de eletrofloculação, os eletrodos foram desmontados e as placas lavadas em água corrente para remover o excesso de partículas acumuladas na superfície. Encerrada a lavagem, o excesso de água foi removido com papel toalha. As placas foram escoradas em pé, deixadas à temperatura ambiente, por aproximadamente 6 h para que o resíduo de água evaporasse. O procedimento de determinar a massa foi repetido para avaliar se houve diferencial de perda de massa após a passagem pelo reator de eletrofloculação.

4.8.6 Fotografias das placas de eletrodos

O desgaste dos eletrodos depende de alguns fatores no processo de eletrofloculação, entre eles estão: o tipo de material em que o eletrodo foi construído, a intensidade da corrente elétrica, a condutividade do efluente tratado, o pH, e o tempo de exposição. Com o intuito de analisar esses desgastes, foram capturadas imagens microscópicas das paredes das placas de eletrodos utilizando-se uma câmera microscópica digital para capturar imagens fotográficas antes e após o processo. As imagens foram identificadas de acordo com a numeração das placas para posterior comparação e análise. No momento da captura das imagens, junto às placas foi posicionada uma régua de calibração (micrômetro de microscópio) ajustada para a visualização das linhas de 0,03 e 0,05 mm.

4.9 CUSTO DE OPERAÇÃO

O processo de eletrofloculação precisa ser viável, e um dos principais fatores a considerar é o custo da operação. Neste sentido, foram calculados, o custo do consumo de energia elétrica, e o custo dos eletrodos utilizando-se as equações (9) e (10), respectivamente.

$$P = \frac{U \cdot I \cdot t}{V} \quad (9)$$

Em que: P é o consumo de energia (Wh.m^3), U é a voltagem aplicada no sistema (V), I é a corrente elétrica aplicada (A), t é o tempo de aplicação da corrente (h) e, V é o volume do efluente tratado (m^3).

Já o consumo da massa de eletrodo ($C_{\text{eletrodos}}$), como já falado anteriormente, tem relação com a corrente elétrica aplicada (A) e o tempo de eletrólise (h), que são considerados fatores de grande relevância no custo de operação, podendo ser estimado pela equação global (10) de custo de operação.

$$C_{\text{operação}} = aC_{\text{energia}} + bC_{\text{eletrodos}} \quad (10)$$

Em que: $C_{\text{operação}}$ é o custo de operação; C_{energia} (kWh.m^3) e $C_{\text{eletrodos}}$ (kgAl.m^3) representa os consumos S de energia e dos eletrodos, respectivamente. O coeficiente “a” e “b” são parâmetros referentes ao preço de energia ($\text{R}\$. \text{kWh}^{-1}$) e material empregado na confecção do eletrodo ($\text{R}\$. \text{kg}^{-1} \text{Al}^{-1}$), respectivamente.

4.10 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

A realização de estudo das variáveis no processo de planejamento experimental contribui com a execução dos experimentos, otimizando o número de ensaios a serem executados. Além, de possibilitar a verificação das variáveis com maior influência sobre o processo, e a observação de erros experimentais e de regressão.

Na determinação da eficiência de remoção do óleo quanto às variáveis significativas TOG, DQO, Turbidez, pH, e consumo de energia, foi utilizado um planejamento fatorial do tipo 3^2 para verificar a influência das variáveis controláveis durante o processo de eletrofloculação operando em fluxo contínuo. Na escolha das variáveis foi levado em consideração os resultados obtidos por Nascimento, B. Z. (2020) quanto à distância das placas dos eletrodos e a maior variação no intervalo de vazão investigada.

Dois variáveis codificadas foram investigadas, x_1 (tempo de inversão de polaridade) e x_2 (vazão volumétrica). As Equações 11 e 12 determinam os termos das variáveis independentes: tempo de inversão (T_{inv}), e a vazão volumétrica (Q) a partir dos pontos centrais. Na Tabela 3 estão listados os fatores e os respectivos níveis definidos.

$$x_1 = \frac{t_{inv} - 15}{5} \quad (11)$$

$$x_2 = \frac{Q - 4}{2} \quad (12)$$

Tabela 3 – Fatores e níveis da matriz 3^2 .

Fatores	Nível (-1)	Nível (0)	Nível (+1)
Vazão (mL.s ⁻¹)	2	4	6
Tempo de inversão (s)	10	15	20

Fonte: o autor

Para avaliar quais variáveis são mais significativas no processo de eletrofloculação, foram realizados um total de onze experimentos. Na Tabela 4 está detalhada a matriz de planejamento experimental nos 11 tratamentos para as duas variáveis, cada uma em 3 níveis, e duas repetições no ponto central.

Para a determinação de quais variáveis codificadas tiveram maior influência nas variáveis resposta e foram mais significativas durante os experimentos, foi utilizado como método de análise o Coeficiente de Correlação de Spearman, utilizando a classificação definida por Baba *et al.* (2014).

Tabela 4 – Matriz do planejamento de experimentos 3²

Ensaio	Variáveis codificadas/reais		Variáveis resposta TOG, DQO, turbidez, pH e consumo de Energia
	T_{inv} (s)	Q (mL.s ⁻¹)	
1	10	2	
2	15	2	
3	20	2	
4	10	4	
5	15	4	
6	20	4	
7	10	6	
8	15	6	
9	20	6	
10	15	4	
11	15	4	

Fonte: o autor

A correlação de Spearman varia de -1 à +1, sendo que quanto mais próximo de 0, significa que a correlação é mais fraca, quanto mais próxima de -1 significa que a variável tem maior força de correlação inversamente à variável codificada, e quanto mais próximo de +1, significa que o aumento dos valores da variável codificada irá ocasionar aumento dos valores da variável resposta. Na Tabela 5 estão estabelecidos as faixas e a classificação das variáveis de acordo com a variação dos valores da correlação de Spearman.

Tabela 5 – Coeficiente de correlação de Spearman

Varição (±)	Classificação
>0,9	Muito forte
0,7 a 0,89	Forte
0,4 a 0,69	Moderada
0,2 a 0,39	Fraca
0,0 a 0,19	Muito fraca

Fonte: Baba *et al.* (2014)

4.11 REUTILIZAÇÃO DO ELETRODO

O reuso do eletrodo foi realizado objetivando verificar a influência do desgaste dos eletrodos nas variáveis resposta, possibilitando um estudo de viabilidade do reuso no processo de eletrofloculação levando em consideração a variação nos resultados das variáveis resposta. Para tanto, foram escolhidos os eletrodos do experimento que apresentará o melhor resultado nas variáveis resposta, sendo repetido todo o procedimento experimental já apresentado.

Como o principal objetivo desta pesquisa é estudar o percentual de remoção de TOG (efluente sintético), bem como a eficiência do método de eletrofloculação associado a uma coluna de adsorção. Os eletrodos para reuso foram escolhidos observando o experimento que obteve a maior remoção de TOG levando em consideração a amostra final após a passagem pela coluna.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, estão expostos os resultados obtidos a partir dos experimentos realizadas de acordo com a metodologia descrita anteriormente. Foram discutidos os dados obtidos das variáveis resposta investigadas e comparados com o planejamento estatístico realizado.

5.1 CUSTO DE CONFECÇÃO DAS PLACAS E MONTAGEM DOS ELETRODOS

Com a utilização de placas de alumínio mais finas (0,4 mm) que nas pesquisas anteriores, algumas peculiaridades foram observadas. Na Tabela 6 são comparados de forma aproximada o custo da chapa de alumínio estimados no período de realização da pesquisa, considerando valor da chapa de 0,4 mm como base.

Tabela 6 – Comparação de valores médios das chapas de alumínio por massa.

Espessura (mm)	kg/m²	Consulta	Valor Médio/m²	%R\$/kg
0,4	1,08	Comércio Local	R\$ 71,50	0,0 %
1	2,7	Internet	R\$ 244,50	+36,78 %
2	5,2	Internet	R\$ 453,00	+31,60 %

Fonte: o autor

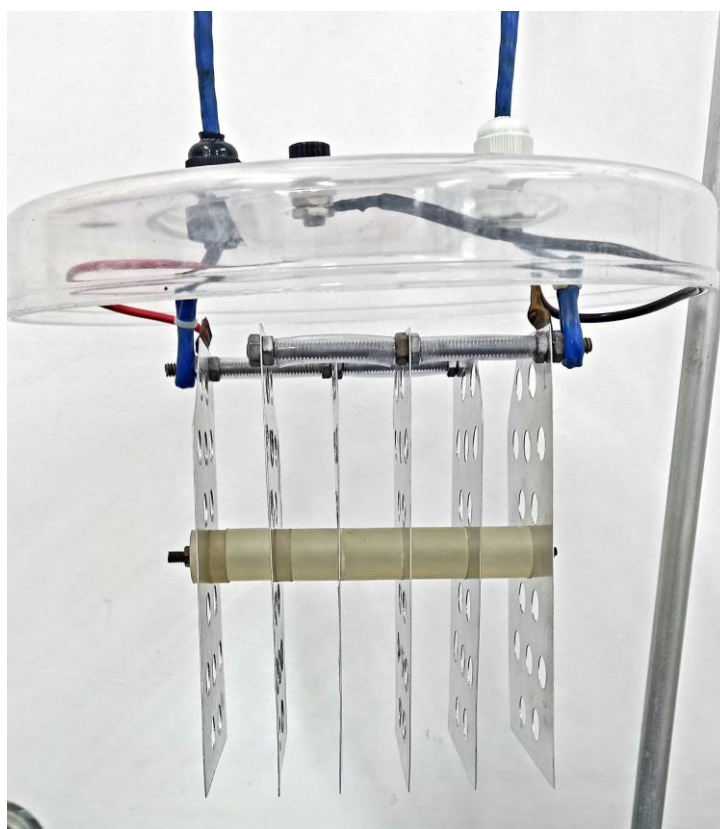
Os valores da chapa de 0,4 mm encontrados em pesquisas na internet são próximos do valor de aquisição no comércio local desconsiderando o valor do transporte. Como mostrado na Tabela 6, considerando os valores por massa, as chapas de 1 e 2 mm de espessura custam até 36,78 % a mais que a chapa de 0,4 mm. Esses valores são bem expressivos e devem ser levados em consideração no custo final de montagem do projeto e execução dos tratamentos.

Um segundo ponto observado, foi quanto à realização dos cortes das placas dos eletrodos, durante o processo de perfuração com broca. Foi observado que pela espessura da chapa, o alumínio se deforma com mais facilidade ao redor dos orifícios, o que é agravado com o aumento da temperatura ocasionado pela usinagem. Esse

problema foi solucionado com a prensagem das placas entre duas peças de madeira utilizando-se um grampo de fixação do tipo sargento.

Outro ponto observado, foi quanto à montagem dos eletrodos. Por ser construído de chapas de alumínio mais finas, as placas dos eletrodos se deformam com mais facilidade, portanto, durante o manuseio de montagem deve se adotar menor força nos encaixes e menor torque no aperto dos parafusos. A Figura 14 apresenta um eletrodo montado e fixado na tampa do reator eletrolítico.

Figura 14 – Fotografia do Eletrodo montado e fixado à tampa do reator.



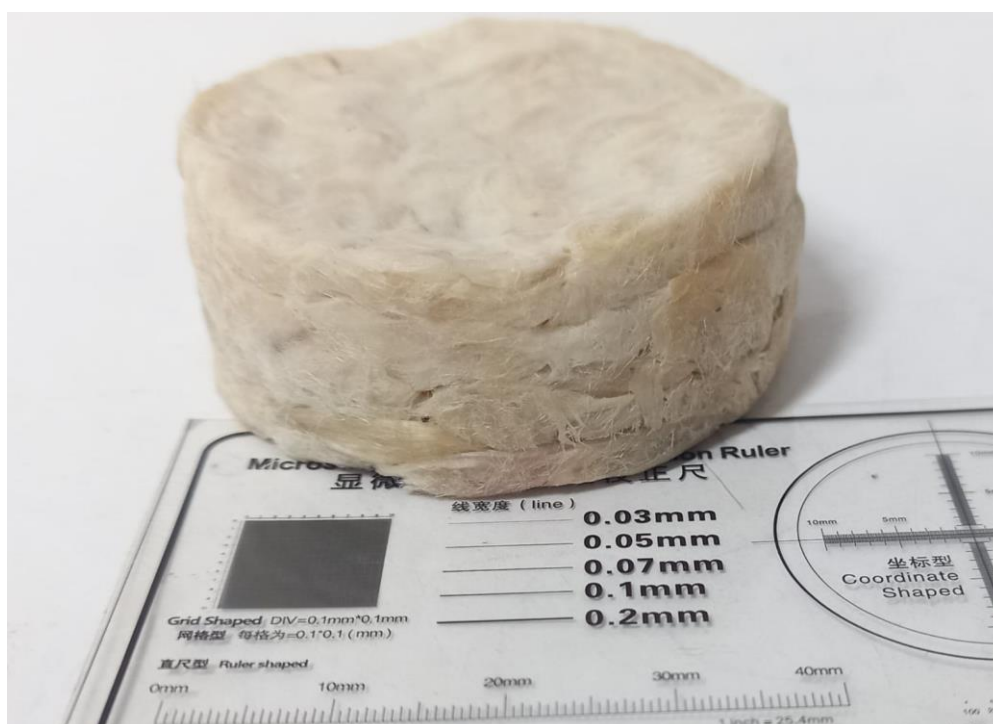
Fonte: o autor

A última etapa da montagem foi a utilização de um multímetro para a verificação de todos os contatos e isolamentos entre as placas de cada conjunto. Deve-se manter todas as porcas sempre apertadas o suficiente para evitar a perda de contato durante o experimento.

5.2 CONSTRUÇÃO E MONTAGEM DA COLUNA DE ADSORÇÃO

Considerando que foram utilizados 3 g da fibra em cada experimento, e que a área do compartimento de acomodação é de $V = 29,36 \text{ cm}^3$, tem-se que a densidade aparente da fibra úmida no interior da coluna de adsorção foi de aproximadamente $0,1096 \text{ g/cm}^3$, ou convertendo para o sistema internacional temos $109,65 \text{ kg.m}^3$.

Figura 15 – Cilindro de fibra e resíduo oleoso.



Fonte: o autor

5.2.1 Pressão na coluna

O tipo de material utilizado como recheio de uma coluna de adsorção irá influenciar diretamente na resistência dessa coluna à passagem do líquido. Essa resistência pode ser vencida se a pressão adequada for aplicada ao sistema, a ponto que o líquido consiga passar pela coluna de adsorção na vazão exigida para cada situação. Neste trabalho desejou-se atingir a pressão adequada utilizando apenas a gravidade, desta forma não seria necessária a inclusão de mais uma bomba elétrica ao sistema, aumentando assim o consumo de energia.

Inicialmente o desnível entre o nível do efluente no reator e a coluna de adsorção foram de 33 cm. Foi observado nos primeiros experimentos que esse

desnível não proporcionava pressão suficiente, pois o efluente começava a retornar para o reator logo nos primeiros 4 min de experimento.

Isso ocorre devido a coluna de adsorção reter os particulados gerados na eletrofloculação durante o experimento. De acordo com as configurações do reator, principalmente da vazão aplicada, a fibra começa a aumentar a resistência de passagem devido a retenção desses particulados com menor ou maior tempo.

Visando aumentar a vazão, nesse estudo, o desnível foi aumentado para 110 cm, aplicando maior pressão na coluna e fazendo com que a coluna permitisse a passagem do efluente para todas as vazões em estudo, ou pelo maior tempo possível, até que a resistência começasse a ser maior que a pressão.

De acordo com o teorema de Stevin a pressão pode ser calculada nessas circunstâncias através da Equação 13.

$$\Delta p = d \cdot g \cdot \Delta h \quad (13)$$

Em que, Δp é a variação de pressão; d , é a massa específica da água; g é a aceleração da gravidade; e Δh é o desnível.

Dessa forma, adotando-se que a massa específica da água seja 1000 kg.m³, tem-se o seguinte resultado:

$$\Delta p = 1000 * 9,8 * 1,10$$

$$\Delta p \simeq 10,78 \text{ kPa}$$

Considerando que a pressão do desnível inicial (33 cm) era de aproximadamente 3,234 kPa, e que com essa pressão o tempo de passagem era de aproximadamente 4 min na menor vazão (2 mL.s⁻¹) da bomba, foi obtido um aumento significativo no tempo de passagem, passando para 25 min na mesma vazão. Porém, não foi o suficiente para suportar a vazão do ponto central (4 mL.s⁻¹), e a maior vazão (6 mL.s⁻¹), como mostrado na Tabela 7.

Dessa forma, incluindo os dados em um gráfico foi possível gerar uma equação linear para estimar a pressão necessária para a menor vazão em estudo.

$$\Delta p = 0,3281 x + 2,5778 \quad (14)$$

Em que, Δp é a variação de pressão; x é o tempo de reação.

Adicionando os valores na equação, é possível estimar que a resistência da coluna seria vencida até o tempo 30 para a vazão de 2 mL.s^{-1} com uma pressão de aproximadamente 12,42 kPa, requerendo um desnível de 127 cm. Já para às vazões de 4 e 6 mL.s^{-1} não foi possível estimar a pressão necessária pois o desnível foi ajustado antes da realização de experimentos com essas vazões ocasionando a falta do dado do tempo de descarte no desnível inicial.

Tabela 7 – Descarte de efluente em razão da vazão.

Experimento	T_{inv} (s)	Q (mL.s^{-1})	Início do Descarte (min)
2	10	2	25
7	15	2	26
1	20	2	26
8	10	4	15
9	15	4	12
10	15	4	11
11	15	4	12
3	20	4	15
5	10	6	10
6	15	6	9,5
4	20	6	10

Fonte: o autor

Para alcançar a vazão necessária durante os 30 min do experimento nessas características, será necessário realizar a montagem do sistema em um ambiente e plataforma que possibilitem maior desnível, ou a inclusão de uma bomba elétrica entre a coluna de adsorção e o reator eletrolítico. Essa bomba poderia ser acionada apenas nos momentos em que a coluna de adsorção não estivesse mais oferecendo passagem por gravidade, assim reduziria o custo adicional de operação. Levando em consideração o consumo de energia elétrica da bomba peristáltica utilizada na alimentação do reator, a inclusão da bomba após o reator acarretaria um aumento

médio estimado no consumo de energia de 0,71 % na vazão de 2 mL.s⁻¹, 3,54 % na de 4 mL.s⁻¹, e 5,1 % na de 6 mL.s⁻¹.

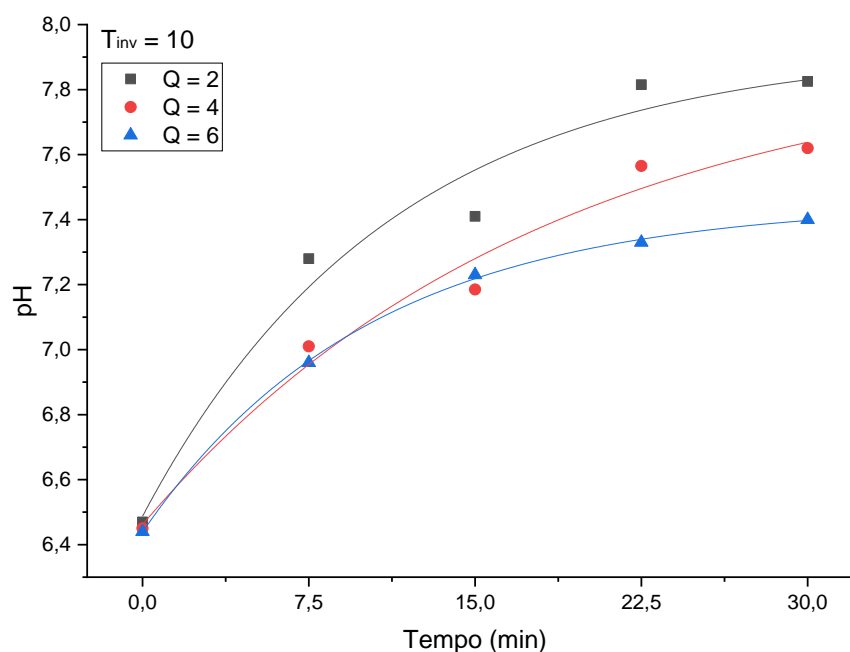
5.3 ANÁLISE DOS VALORES DE pH

Foi observado nas medições iniciais, que a coluna de adsorção não alterou os valores de pH das amostras. Portanto, para otimização dos procedimentos, foi tomado como padrão nos experimentos seguintes o acompanhamento da variação do pH apenas para as amostras coletadas após o reator.

A Resolução 430/2011 do CONAMA (Conselho Nacional de Meio Ambiente) no Art. 16, estabelece as condições e padrões para lançamento de efluente em corpo receptor. Foi estabelecido pelo órgão que o pH do efluente deve estar entre 5,0 e 9,0. Em todos os experimentos, estes valores encontram-se dentro dos parâmetros estabelecidos para descarte. A média geral foi de $6,50 \pm 0,14$ no tempo 0, e de $7,63 \pm 0,19$ no tempo 30.

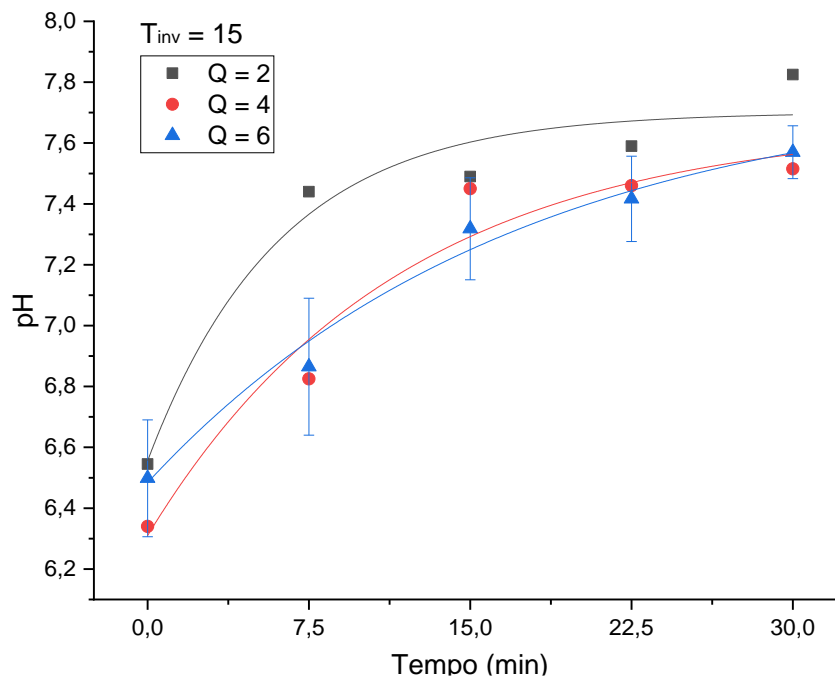
Nas Figuras 16, 17 e 18 pode-se observar que os valores de pH aumentaram, gradualmente, com a elevação do tempo de reação, e mantém menores valores em maiores vazões.

Figura 16 – Gráfico de variação do pH ($T_{inv} = 10$ s).



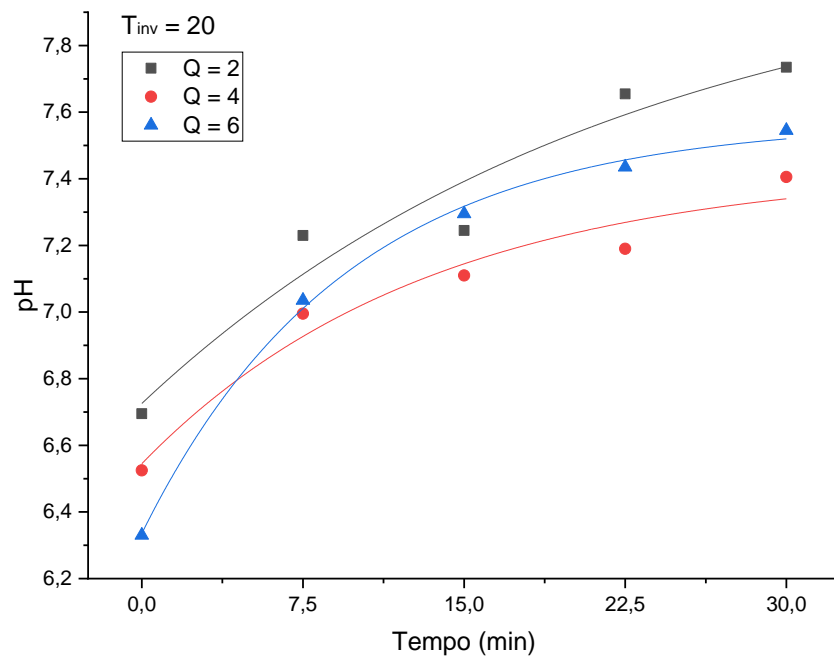
Fonte: o autor

Figura 17 – Gráfico de variação do pH ($T_{inv} = 15$ s).



Fonte: o autor

Figura 18 – Gráfico de variação do pH ($T_{inv} = 20$ s).



Fonte: o autor

Foi observado que os maiores valores de pH foram alcançados nos experimentos com menor vazão ($2 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$), alcançando o pH máximo de 7,83 no tempo

30 s. E os menores valores no mesmo tempo foram alcançados na vazão máxima ($6 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$), alcançando o valor de 7,40.

É possível observar nos gráficos que os valores de pH mantêm uma tendência de crescimento de acordo com o tempo de reação. Verificou-se, também, que o crescimento é mais acentuado nos primeiros 7,5 min para a maioria dos experimentos.

Na Tabela 8 são disponibilizados os valores de pH inicial e final dos onze experimentos quanto às variáveis.

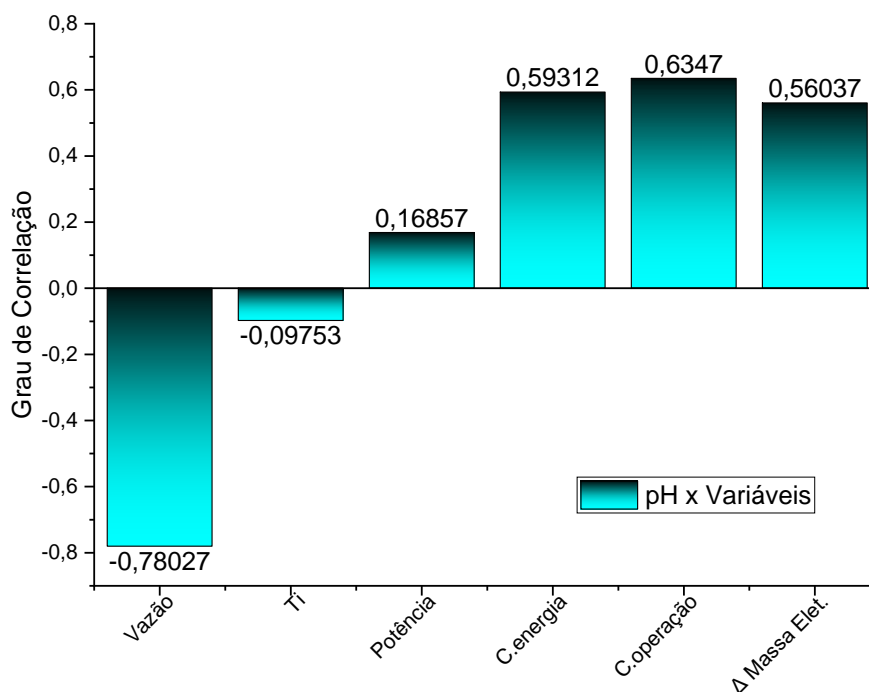
Tabela 8 – Valores de pH quanto às variáveis codificadas.

Experimento	Variáveis codificadas		pH	
	T_{inv} (s)	Q ($\text{mL}\cdot\text{s}^{-1}$)	Final	ΔpH
2	10	2	7,83	1,36
7	15	2	7,83	1,28
1	20	2	7,74	1,04
8	10	4	7,62	1,17
9	15	4	7,47	0,75
10	15	4	7,61	1,23
11	15	4	7,62	1,24
3	20	4	7,41	0,88
5	10	6	7,40	0,96
6	15	6	7,52	1,18
4	20	6	7,55	1,22

Fonte: o autor

O único dado que poderia influenciar o pH inicial das amostras seria a temperatura no tempo 0. A correlação de Spearman apresenta uma dependência moderada (0,56948), ao seja, quanto maior foi a temperatura inicial, o valor de pH inicial se mostrou moderadamente mais elevado. Na Figura 19 estão os valores de correlação entre o pH final e as variáveis.

Figura 19 – Correlação de Spearman quanto ao pH.



Fonte: o autor

A vazão apresenta a maior correlação, sendo inversamente proporcional e classificada como “forte”, ou seja, quanto menor é a vazão aplicada, os valores de pH final demonstram um aumento significativo. Também é possível visualizar na Figura 19 que o T_{inv} exerce pouca influência sobre o pH, tendo uma correlação classificada como “muito fraca”.

5.4 ANÁLISE DOS VALORES DE TURBIDEZ

A Resolução 357/2005 do CONAMA estabelece que descartes de efluentes em corpos receptores só podem ser realizados quando os valores de turbidez forem inferiores a 40 NTU. O efluente sintético oleoso utilizado nesta pesquisa mantém valores médios iniciais de $521,2 \pm 71,9$ NTU.

Na Tabela 9 estão disponibilizados os valores máximos de remoção alcançados pelo sistema no pós-reator e pós-coluna nos onze experimentos. É possível observar como a vazão altera significativamente os resultados de remoção pós-reator, variando de 10,7 % de remoção na maior vazão para até 99,33 % na menor vazão. Também é possível perceber a influência do tempo de inversão de

polaridade na porcentagem de remoção, mesmo que com menor significância. Dessa forma, quanto maior o tempo de inversão, maior é a porcentagem de remoção.

Tabela 9 – Valores máximos de redução da turbidez.

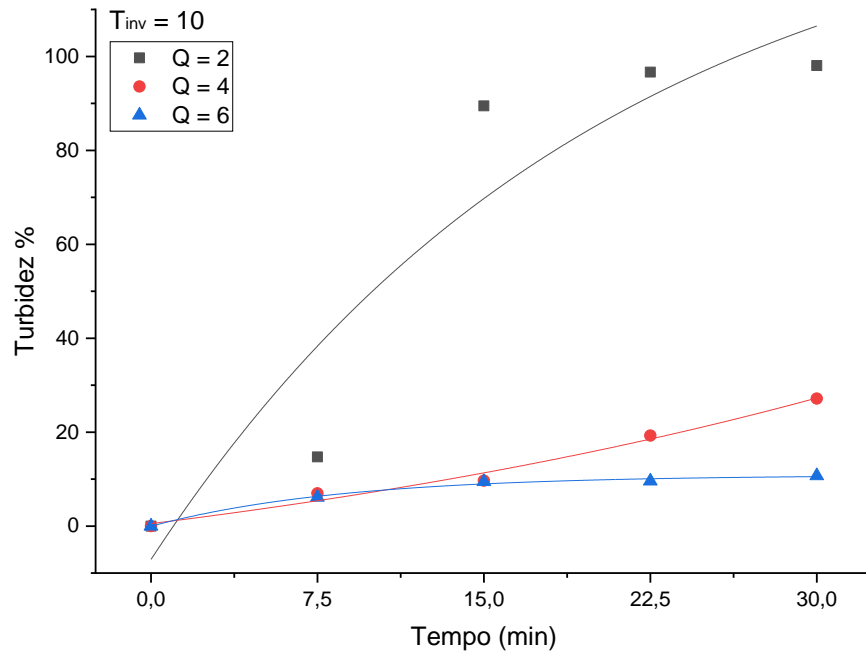
Exp.	T_{inv} (s)	Q (mL.s⁻¹)	%Remoção pós-reator	%Remoção pós-coluna
2	10	2	98,07	98,28
7	15	2	98,14	97,78
1	20	2	99,33	99,37
8	10	4	27,16	97,93
9	15	4	16,57	98,61
10	15	4	34,76	99,55
11	15	4	28,79	99,15
3	20	4	30,43	99,49
5	10	6	10,70	98,37
6	15	6	16,57	99,25
4	20	6	33,49	99,56

Fonte: o autor

Em todos os experimentos, os valores de turbidez pós-coluna ficaram dentro do permitido pela legislação. Nos valores pós-reator, esse padrão foi alcançado apenas com a aplicação da menor vazão, já nos demais casos, o tempo espacial não foi suficiente para se obter a taxa de redução adequada. Pode ser visualizado na tabela que o T_{inv} exerceu influência nas taxas de redução, principalmente na maior vazão.

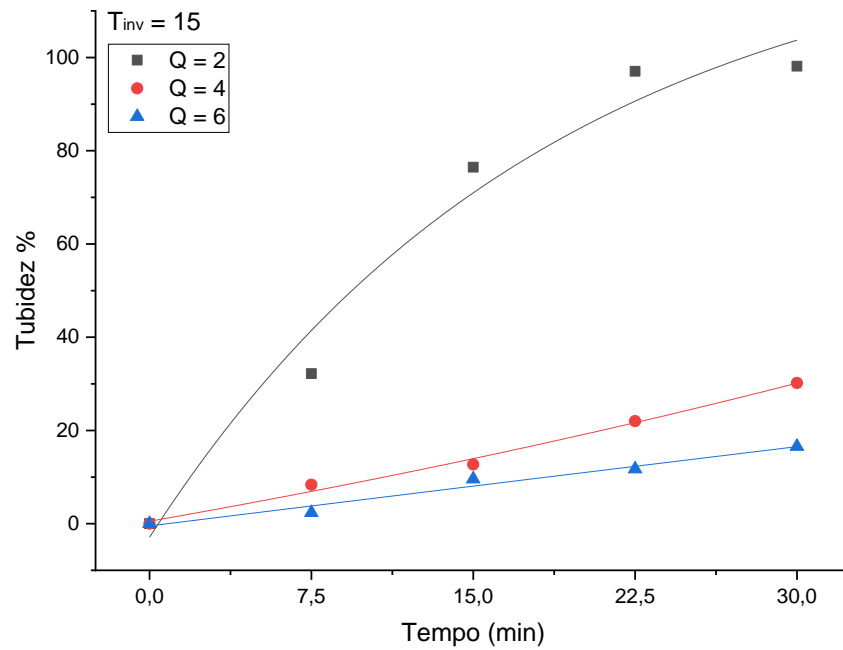
Nas Figuras 20, 21 e 22 são disponibilizados os gráficos de redução da turbidez pós-reator.

Figura 20 – Gráfico de redução da turbidez pós-reator ($T_{inv} = 10$ s).



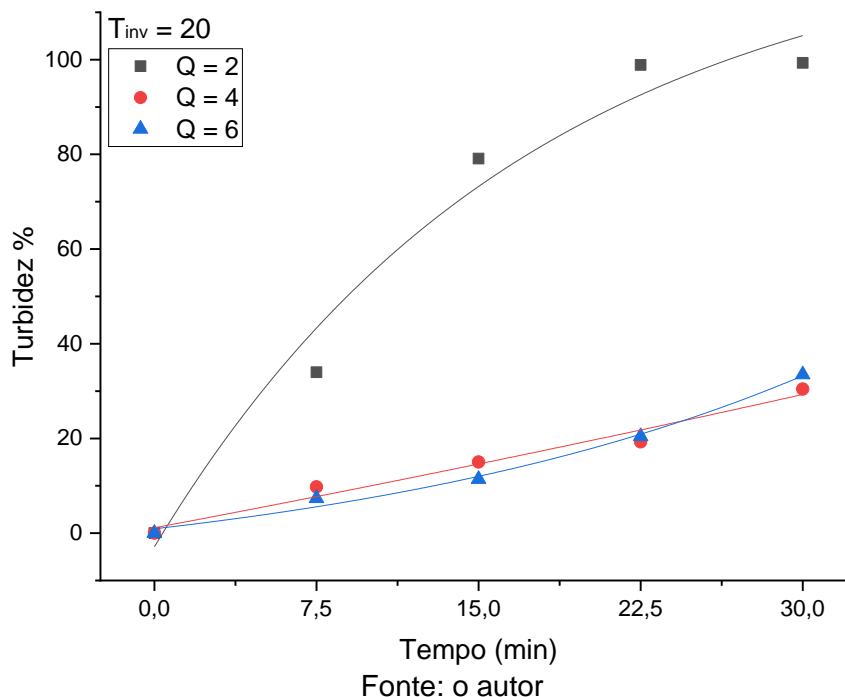
Fonte: o autor

Figura 21 – Gráfico de redução da turbidez pós-reator ($T_{inv} = 15$ s).



Fonte: o autor

Figura 22 – Gráfico de redução da turbidez pós-reator ($T_{inv} = 20$ s).

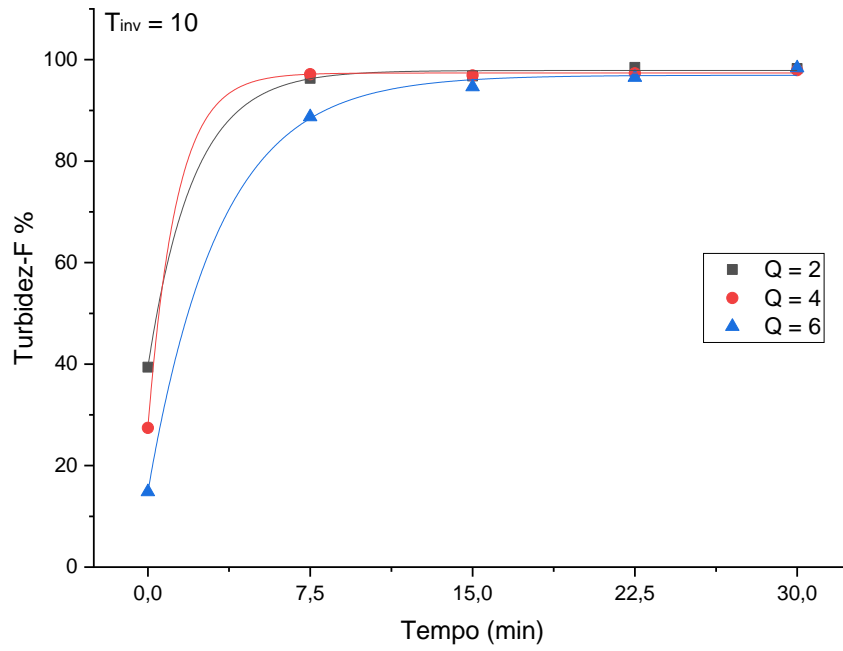


É possível observar que quanto menor a vazão aplicada, maior é a redução da turbidez ao longo do tempo de reação. Na maior vazão ($6 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$), o tempo espacial não permite a remoção de maiores porcentagens de turbidez.

Nas Figuras 23, 24 e 25 podem ser visualizados os gráficos com os valores de redução da turbidez após a passagem pela coluna de adsorção. É possível observar que a coluna de adsorção teve grande contribuição na redução da turbidez nas maiores vazões. Já na menor vazão, a taxa de redução foi maior que 98% em todos os T_{inv} aplicados, isso se deve principalmente devido à alta taxa de redução encontrada na menor vazão ocasionada pelo maior tempo espacial.

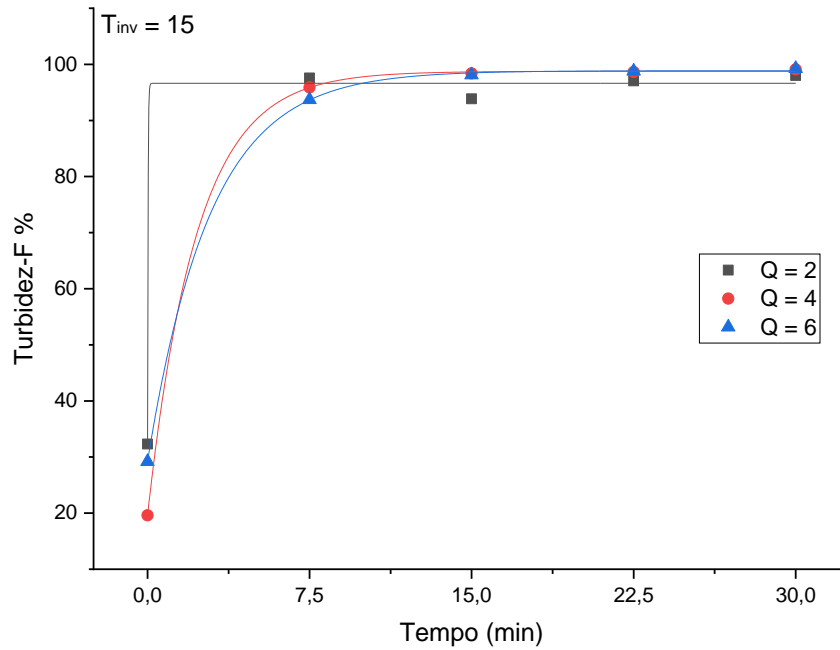
A remoção na menor vazão foi mantida nos tempos 22,5 e 30 min, porém foi alcançada alta taxa de redução também nos tempos 7,5 e 15, o que não havia ocorrido com tanta intensidade pós-reator. Mas, a maior eficiência da coluna de adsorção pode ser observada na maior vazão ($6 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$), onde pode ser observado que a coluna proporcionou um aumento significativo nas taxas de redução em todos os tempos de reação.

Figura 23 – Gráfico de redução da turbidez pós-coluna ($T_{inv} = 10$ s).



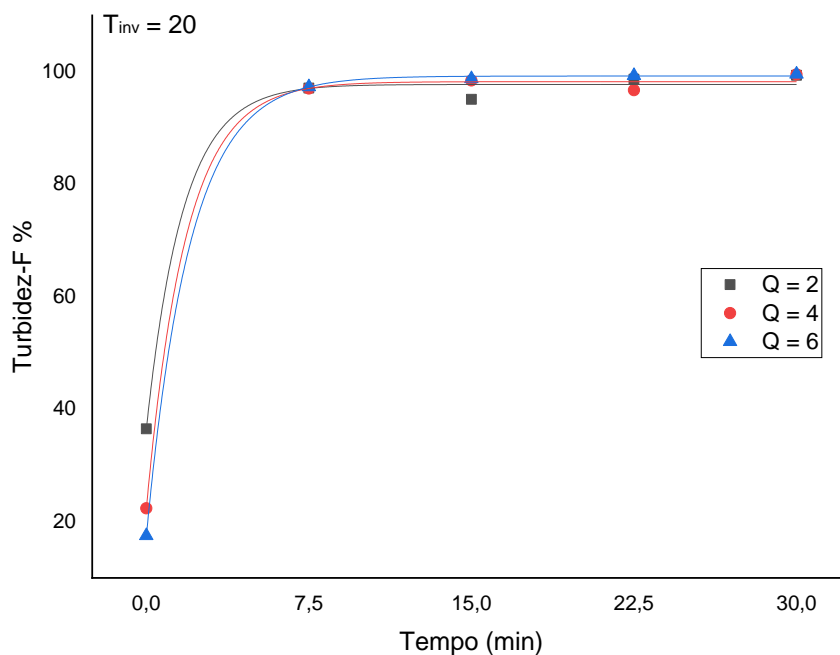
Fonte: o autor

Figura 24 – Gráfico de redução da turbidez pós-coluna ($T_{inv} = 15$ s).



Fonte: o autor

Figura 25 – Gráfico de redução da turbidez pós-coluna ($T_{inv} = 20$ s).



Fonte: o autor

Na Figura 26 estão imagens de perfil das amostras coletadas após o reator (identificação “A”) e após a coluna (identificação “D”) nos experimentos 6 e 9 respectivamente. É possível visualizar a redução da turbidez mais acentuada nas amostras D2 (tempo 7,5), D3 (tempo 15), D4 (tempo 22,5) e D5 (tempo 30).

Figura 26 – Imagens de perfil das amostras quanto à redução da turbidez.



Fonte: o autor

A utilização da coluna de adsorção proporcionou um aumento na média geral de redução da turbidez de aproximadamente 26,84 % na menor vazão, 69,62 % no ponto central, e 71,72 % na maior vazão.

Nas Figuras 27 e 28 pode ser observados os valores da correlação de Spearman para a turbidez pós-reator e pós-coluna. É possível analisar os contrastes das correlações entre os gráficos, sendo que pH e temperatura iniciais e finais apresentaram correlações positivas nas amostras pós-reator e valores negativos nas amostras pós-coluna. Pode ser observado também que a turbidez pós-reator tem forte correlação negativa com a vazão. Entretanto no pós-coluna, a variável codificada apresentou forte correlação com o T_{inv} .

Figura 27 – Correlação de Spearman quanto a Turbidez (pós-reator).

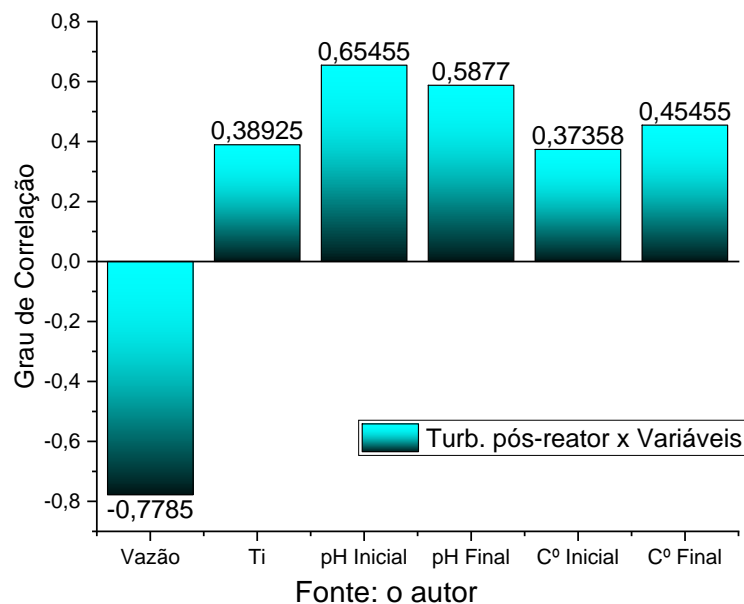
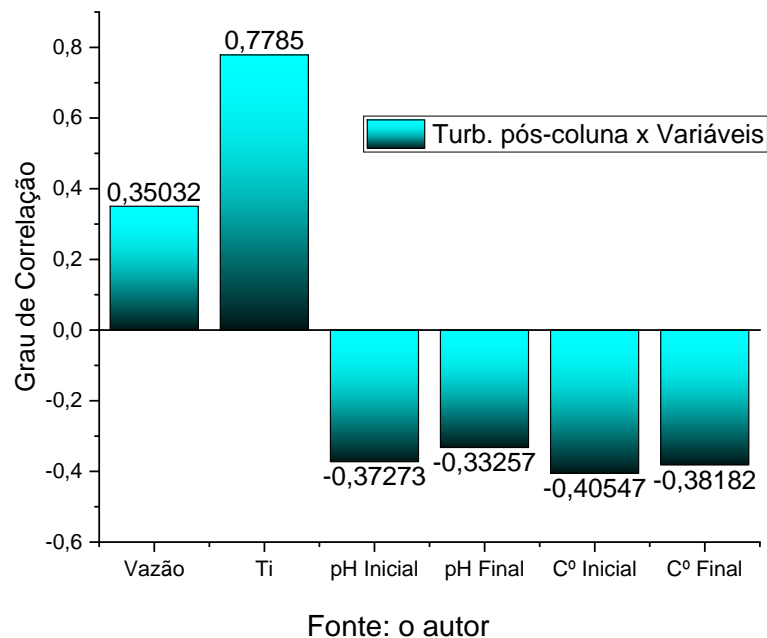


Figura 28 – Correlação de Spearman quanto a Turbidez (pós-coluna).



5.4.1 Redução direta de Turbidez antes da eletrofloculação

A eficiência de redução da turbidez alcançada pela coluna de adsorção se dá principalmente devido à quebra da emulsão e a formação de flocos pelo processo de eletrofloculação, dessa forma a fibra retém grande parte desses flocos quando o efluente passa pela coluna. Porém, como pode ser observado na Tabela 10, a fibra da *Calotropis procera* também tem a capacidade de reduzir parte da turbidez da emulsão inicial, antes da passagem pelo reator eletrolítico. A correlação de Spearman indica forte dependência (-0,73957) da remoção direta de turbidez com a vazão aplicada, e uma correlação positiva moderada para pH inicial (0,49091) e temperatura inicial (0,44191).

Como já observado nas análises anteriores, quanto menor a vazão aplicada, maior é a porcentagem de remoção. Na remoção direta, a média de redução da turbidez na menor vazão foi de 36,07 %, no ponto central foi de 23,6 %, e na maior vazão foi de 20,5 %.

Tabela 10 – Valores de remoção direta de turbidez.

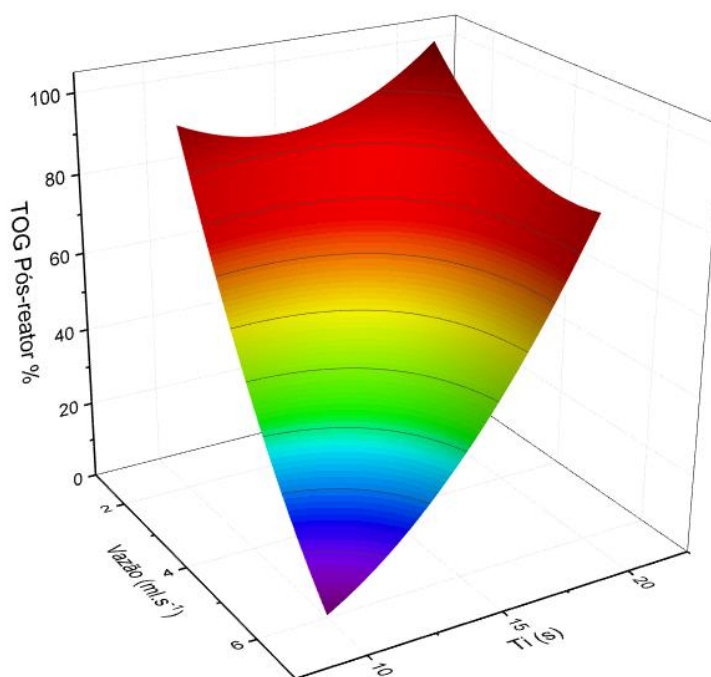
Experimento	T_{inv} (s)	Q (mL.s ⁻¹)	% de Remoção
2	10	2	39,39
7	15	2	32,32
1	20	2	36,51
8	10	4	27,44
9	15	4	20,17
10	15	4	18,96
11	15	4	19,64
3	20	4	22,37
5	10	6	14,83
6	15	6	29,19
4	20	6	17,50

Fonte: o autor

5.5 ANÁLISE DA REMOÇÃO DE TOG

As emulsões utilizadas neste estudo foram preparadas com uma concentração de 200 mg.L⁻¹ de óleo para motor. Após o período de descanso mínimo de 12 h determinado por Nascimento, B. Z. (2020), a concentração média de TOG nas emulsões oleosas preparadas para os onze experimentos decaiu para 145,49 mg.L⁻¹ após o período mínimo de descanso. Foram analisados os dados de remoção do TOG alcançados nas amostras de antes e depois da coluna de adsorção. Nas Figuras 29 e 30 podem ser visualizados os gráficos de superfície de resposta para a remoção de TOG pós-reator e pós-coluna.

Figura 29 – Superfície de resposta para o TOG pós-reator.

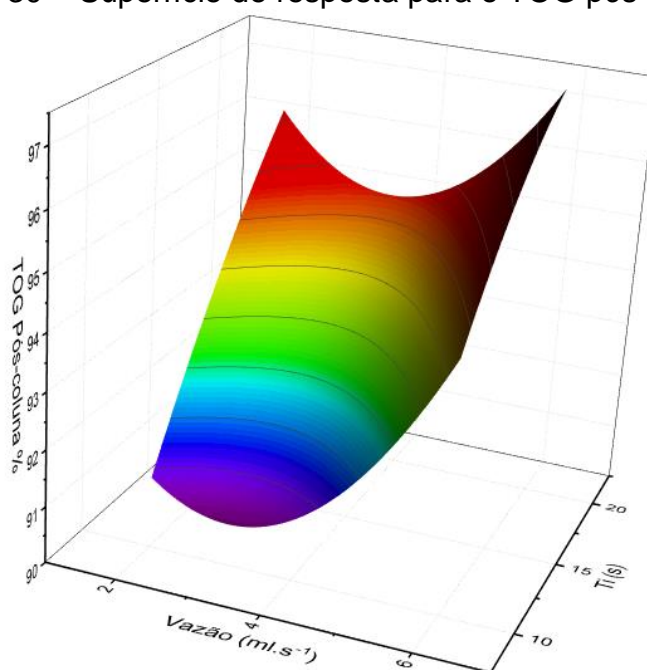


Fonte: o autor

Através do gráfico de superfície de resposta gerado a partir dos dados experimentais de remoção de TOG pós-reator foi obtida a Equação 15:

$$\%TOG = 86,46 - 2,20.Q + 0,97.Tinv + 0,43.Q^2 - 0,01.Tinv^2 - 0,05.Q.Tinv \quad (15)$$

Figura 30 – Superfície de resposta para o TOG pós-coluna.



Fonte: o autor

Através do gráfico de superfície de resposta gerado a partir dos dados experimentais de remoção de TOG pós-coluna foi obtida a Equação 16:

$$\%TOG = 279,77 - 58,27 \cdot Q - 15,74 \cdot T_{inv} + 2,11 \cdot Q^2 + 0,44 \cdot T_{inv}^2 + 1,79 \cdot Q \cdot T_{inv} \quad (16)$$

Nos dois gráficos de superfície de resposta é possível observar que o T_{inv} teve maior influência nas maiores vazões, tendo maior destaque nas mostras pós-coluna. Em ambas, o T_{inv} de 20 s apresentou os melhores resultados de remoção. É notável também que a vazão é inversamente proporcional a remoção de TOG entre os gráficos em $T_{inv} = 10$ s, o que também pode ser observado na correlação de Spearman.

Na Tabela 11 estão apresentados os maiores valores de remoção de TOG alcançados nos 11 experimentos, comparando os valores do pós-reator e pós-coluna.

Tabela 11 – Valores máximos de remoção de TOG.

Exp.	T_{inv} (s)	Q (mL.s ⁻¹)	%Remoção pós-reator	%Remoção pós-coluna
2	10	2	95,03	90,58
7	15	2	96,73	94,38
1	20	2	93,02	96,59
8	10	4	21,77	92,86
9	15	4	87,19	95,42
10	15	4	29,89	90,25
11	15	4	65,14	94,60
3	20	4	25,95	94,78
5	10	6	17,13	93,29
6	15	6	6,38	97,64
4	20	6	90,34	97,05

Fonte: o autor

Uma das diferenças que chamam mais atenção nos valores apresentados na Tabela 11, é a grande variação de remoção entre os experimentos com vazão de 6 mL.s⁻¹ após o reator. A porcentagem de remoção variou entre 6,38 e 17,13 % com tempo de inversão de 15 e 10 s, para 90,34 % no tempo de 20 s. Entre todas as análises, essa foi a que o tempo de inversão apresentou maior influência na taxa de remoção. O maior tempo de inversão possibilitou uma maior estabilização no sentido da corrente aplicada nos eletrodos, o que pode ter influenciado na formação do coagulante e no tempo de decantação dos floculados no período de descanso adotado, fazendo com que a decantação nessa amostra ocorresse em menor tempo que as demais.

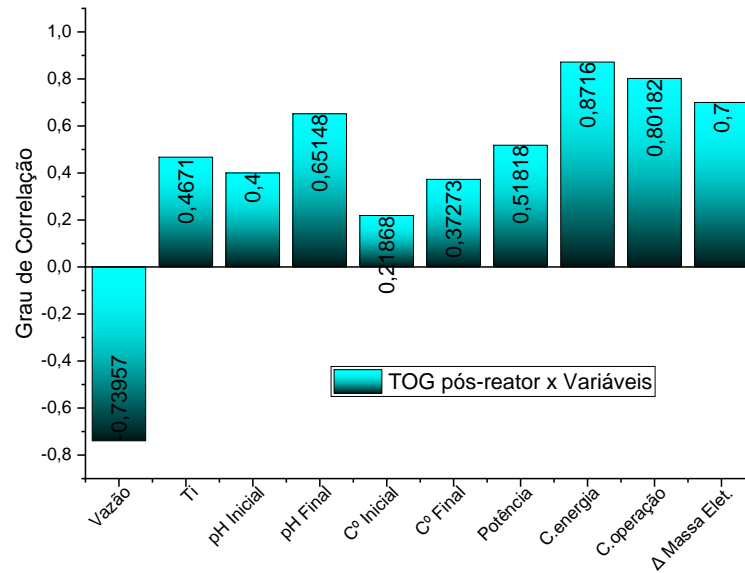
A utilização da coluna de adsorção proporcionou um aumento na média geral de remoção do TOG de aproximadamente 23,53 % na menor vazão, 57,04 % no ponto central, e 54,20 % na maior vazão.

Nas Figuras 31 e 32 estão disponibilizadas as tabelas de correlação de Spearman quanto ao TOG das amostras coletadas pó-reator e pós-coluna.

Pode ser observado que pós-reator a vazão apresenta forte influência negativa sobre a remoção de TOG, ou seja, quanto menor a vazão, maior foi a remoção de TOG. Já na remoção pós-coluna a não apresenta uma correlação fraca positiva e o

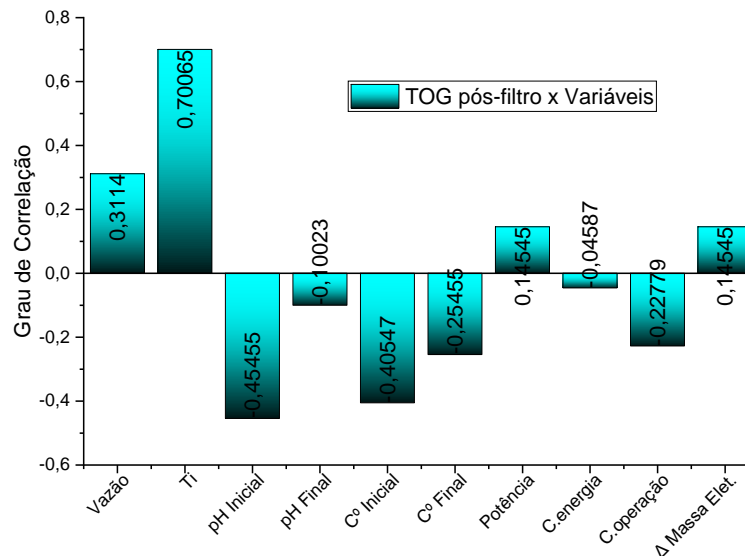
T_{inv} se posicionou como mais influenciador da taxa de remoção alcançando uma forte correlação. Também se destacam a forte correlação entre o TGO pós-reator e o $C_{energia}$ e perda de massa dos eletrodos, consequentemente refletindo no $C_{operação}$.

Figura 31 – Correlação de Spearman quanto ao TOG (pós-reator).



Fonte: o autor

Figura 32 – Correlação de Spearman quanto ao TOG (pós-coluna).



Fonte: o autor

5.5.1 Remoção direta de TOG antes da eletrofloculação

A fibra da *Calotropis procera* também tem a capacidade de remover parte do TOG da emulsão inicial, antes da passagem pelo reator eletrolítico, como pode ser observado na Tabela 12.

Tabela 12 – Valores de remoção direta de TOG.

Experimento	T_{inv} (s)	Q (mL.s ⁻¹)	% de Remoção
2	10	2	24,98
7	15	2	32,66
1	20	2	25,39
8	10	4	24,30
9	15	4	10,92
10	15	4	21,44
11	15	4	26,54
3	20	4	4,88
5	10	6	11,72
6	15	6	22,57
4	20	6	4,43

Fonte: o autor

Pode ser observado que na menor vazão a fibra conseguiu remover maiores porcentagens de TOG, a média de remoção foi de 27,67 % apresentando menor variação nos resultados que nos demais experimentos. Já nas vazões do ponto central e na maior vazão foram encontradas maiores variações de remoção. Na vazão do ponto central, a média de remoção foi de 17,60 %, e na maior vazão 12,90 %. Dessa forma foi possível observar a tendência de alcançar maiores remoções nas menores vazões.

A fibra da *Calotropis procera* se mostrou promissora quanto a remoção de direta de TOG, alcançando a remoção máxima de 32,66 % na menor vazão sendo aplicada na coluna de adsorção utilizada nesta pesquisa. Em outras pesquisas futuras, pode-se investigar a aplicação desse material em uma coluna de adsorção

com características que proporcionem maior contato do efluente com a fibra, possivelmente alcançando maiores resultados nas taxas de remoção direta.

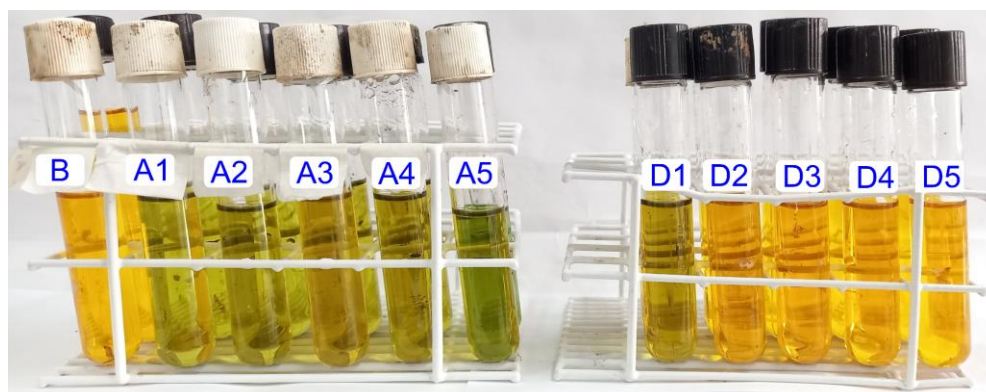
A correlação de Spearman indica uma dependência moderada (-0,66172) da remoção direta de TOG com a vazão placada, uma relação muito fraca (0,19091) e fraca (0,3508) com o pH inicial e a temperatura inicial respectivamente.

5.6 ANÁLISE DA REMOÇÃO DE DQO

A DQO (Demanda química de oxigênio) é um parâmetro comumente utilizado indicador da qualidade da água, com base na quantidade de oxigênio necessário para oxidar a matéria orgânica presente no meio, podendo estimar assim de forma indireta a quantidade de matéria orgânica presente em determinado efluente. A legislação brasileira permite descartes de efluentes com uma concentração de até 144 mg.L^{-1} de matéria orgânica dissolvida com base na Resolução 430/2011 do CONAMA (Conselho Nacional de Meio Ambiente). Esta resolução estabelece no Art. 16 que os lançamentos de efluentes em corpos receptores só podem ser realizados se obedecerem aos limites de 20 mg.L^{-1} para óleos minerais, e 50 mg.L^{-1} para óleos vegetais e gorduras animais.

O método colorimétrico utiliza a absorvância da cor de determinados reagentes para possibilitar os cálculos de concentração. Nesse método é utilizada como referência a coloração alaranjada do dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) em meio ácido. Ao ser consumido no processo de digestão, o dicromato forma um íon crômico que tem uma coloração esverdeada. Dessa forma, quanto maior a porcentagem de matéria orgânica presente na amostra, mais forte será o tom de verde ao final da digestão. Para acelerar a reação é utilizado o sulfato de prata (Ag_2SO_4) como catalizador. Na Figura 33 é possível visualizar essa coloração na sequência de amostras após a digestão.

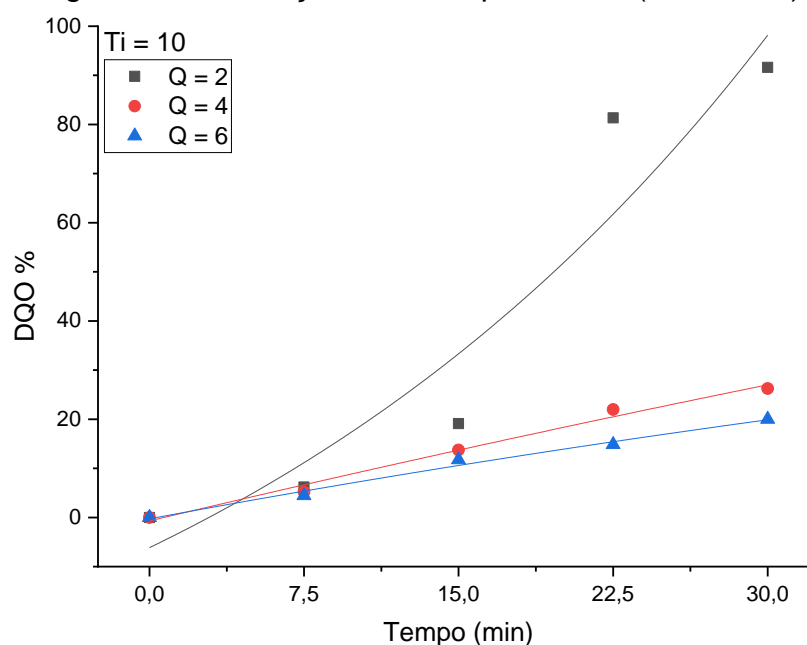
Figura 33 – Amostras de DQO após a digestão.



Fonte: o autor

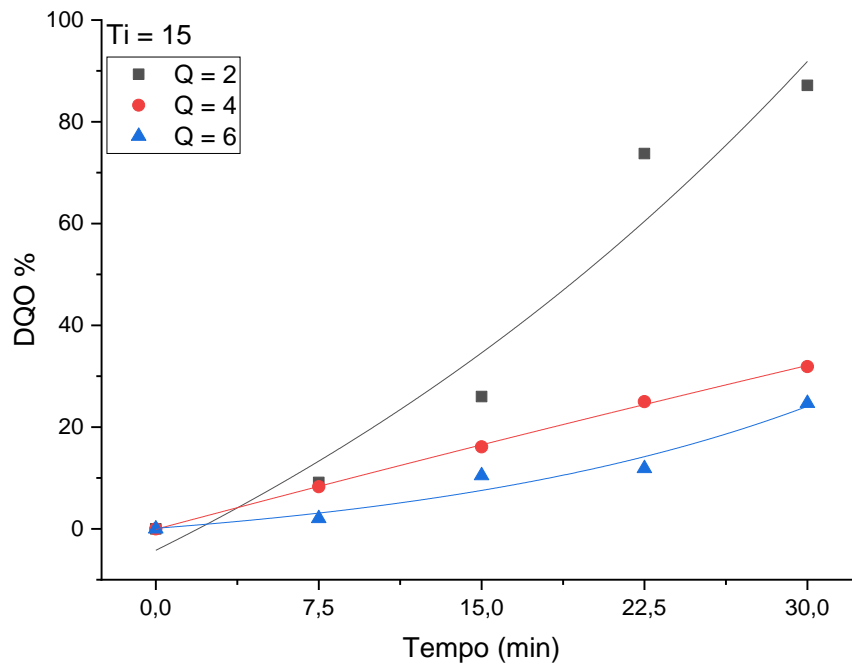
Sendo que a amostra B é a solução de referência do experimento, as amostras à esquerda são as coletadas após o reator, e as da direita são as coletadas após a coluna, ambas em sequência de numeração de acordo com o tempo de coleta. Visualmente já é possível observar as diferenças de coloração entre as sequências e conjuntos de amostras. As amostras coletadas após o reator apresentam coloração mais esverdeada indicando maior concentração de matéria orgânica. Neste estudo, as emulsões preparadas para os experimentos apresentaram em média uma concentração de DQO de $638,95 \pm 28,04 \text{ mg.L}^{-1}$.

Nas Figuras 34, 35 e 36 é possível observar a tendência de remoção da DQO nas amostras coletadas após o reator.

Figura 34 – Remoção de DQO pós-reator ($T_{inv} = 10 \text{ s}$).

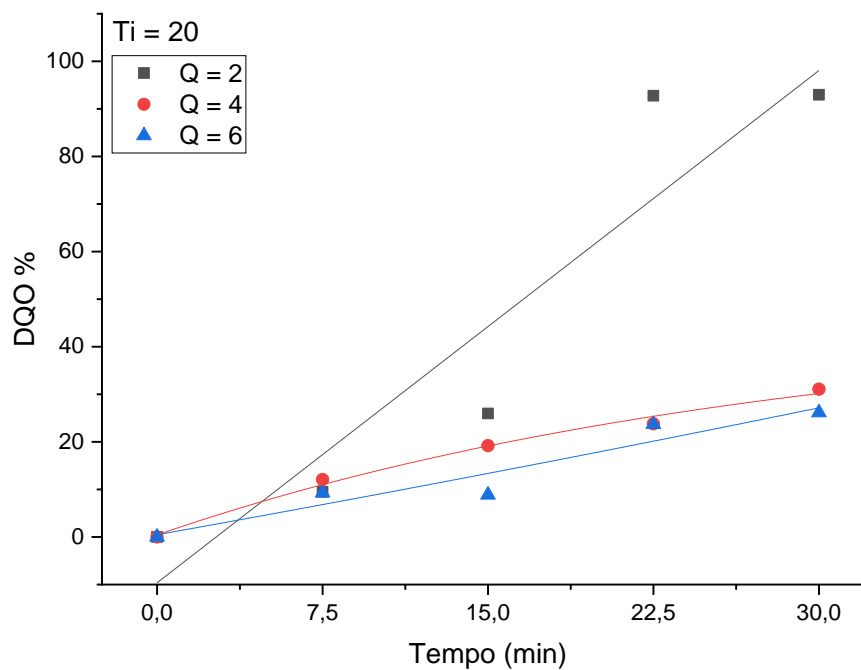
Fonte: o autor

Figura 35 – Remoção de DQO pós-reator ($T_{inv} = 15$ s).



Fonte: o autor

Figura 36 – Remoção de DQO pós-reator ($T_{inv} = 20$ s).



Fonte: o autor

A tendência de remoção de maiores porcentagens de matéria orgânica é mais acentuada quando aplicada a menor vazão em estudo. Na vazão de $2 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$ a média

de remoção foi de 90,58 %, na vazão de 4 mL.s⁻¹ foi de 29,52 %, e na vazão de 6 mL.s⁻¹ foi de 23,60 %.

Nas Figuras 35, 36 e 37 estão os gráficos remoção de DQO ($T_{inv} = 10$; $T_{inv} = 15$; $T_{inv} = 20$) das amostras coletadas após a coluna de adsorção. É possível identificar a mesma tendência encontrada no gráfico de redução da turbidez.

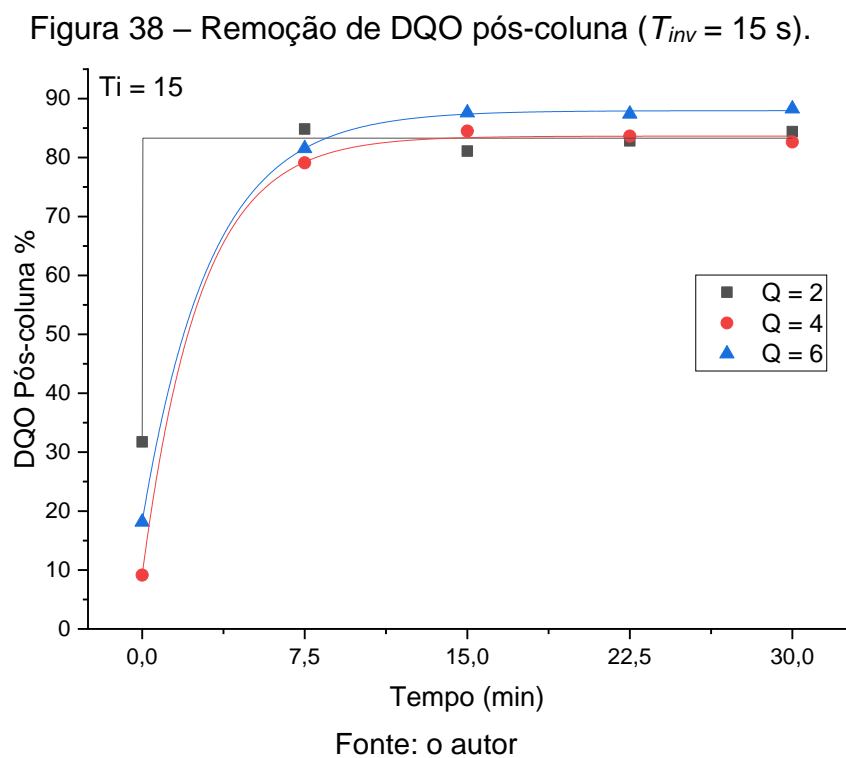
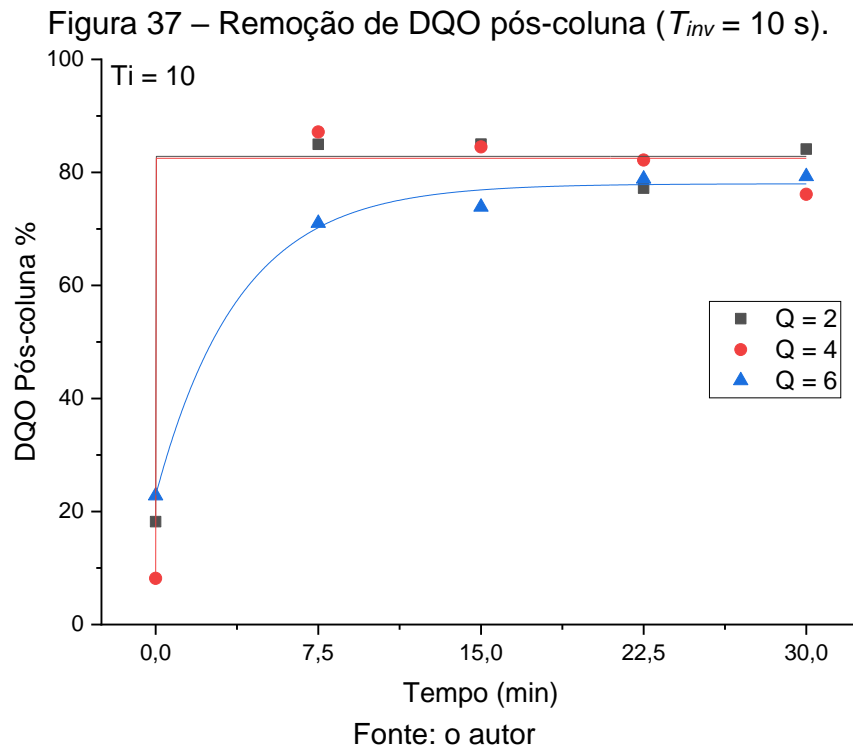
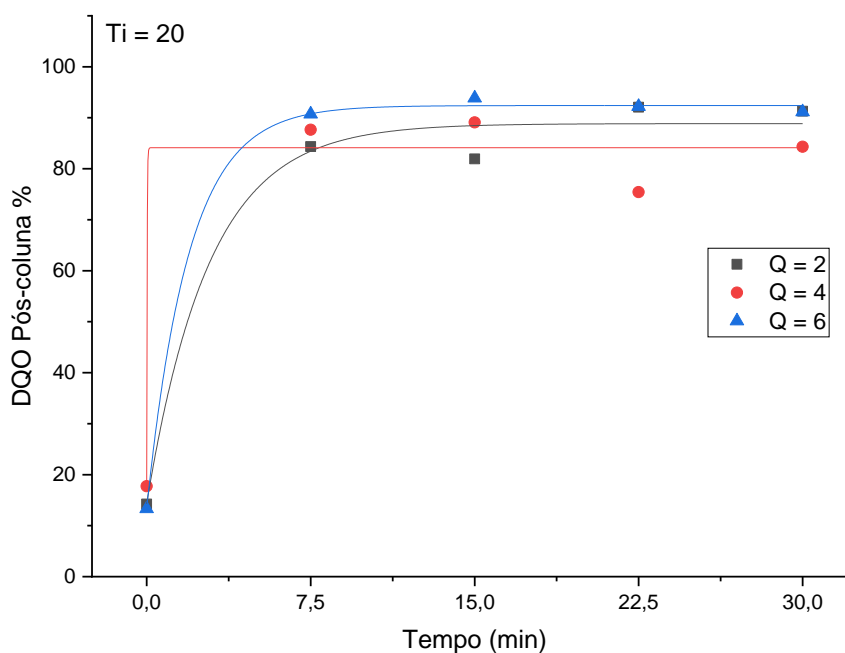


Figura 39 – Remoção de DQO pós-coluna ($T_{inv} = 20$ s).



Fonte: o autor

Através do uso da coluna de adsorção, foi possível alcançar maiores remoções de DQO logo nos minutos iniciais de reação, e melhorando significativamente a remoção em maiores vazões. Na vazão de 2 mL.s⁻¹ a média de remoção foi de 87,21 %, na vazão de 4 mL.s⁻¹ foi de 86,23 %, e na vazão de 6 mL.s⁻¹ foi de 79,02 %. Observa-se que a maior remoção foi alcançada na maior vazão e maior tempo de inversão (20 s), alcançando 93,86 % no tempo de 15 min, decaindo para 91,28 % no tempo 30. Esta relação é pouco incomum, mas provavelmente se deve ao falto do início da saturação da fibra e permitir que uma fração um pouco maior de floculado oleoso começasse a passar pelo filtro.

Na Tabela 13 estão os valores máximos de remoção de DQO alcançados nos onze experimentos. A utilização da coluna de adsorção proporcionou um aumento na média de remoção da DQO de 31,35 % na menor vazão, 52,33 % no ponto central, e 60,39 % na maior vazão.

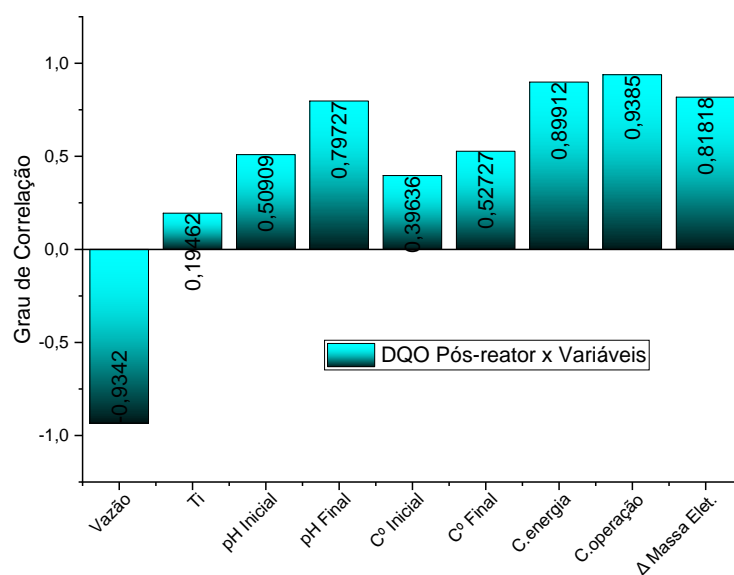
Tabela 13 – Valores máximos de remoção de DQO.

Exp.	T_{inv} (s)	Q (mL.s ⁻¹)	%Remoção pós-reator	%Remoção pós-coluna
2	10	2	91,63	85,93
7	15	2	87,16	84,84
1	20	2	92,96	92,07
8	10	4	26,24	87,15
9	15	4	28,03	80,94
10	15	4	31,03	82,59
11	15	4	31,20	87,97
3	20	4	31,09	89,09
5	10	6	19,99	78,85
6	15	6	24,67	87,59
4	20	6	26,15	93,86

Fonte: o autor

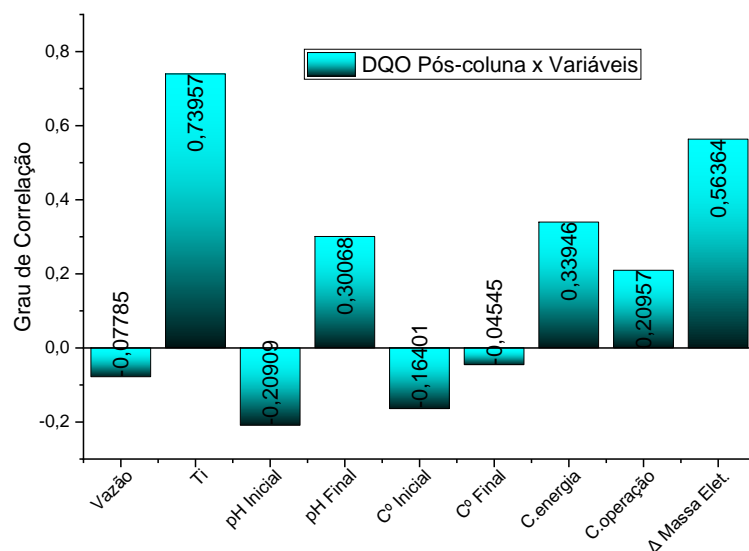
Nas Figuras 40, 41 e 42 podem ser visualizados os dados da Correlação de Spearman quanto a remoção de DQO pós-reator e pós-coluna.

Figura 40 – Correlação de Spearman quanto a DQO (pós-reator).



Fonte: o autor

Figura 41 – Correlação de Spearman quanto a DQO (pós-coluna).



Fonte: o autor

A correlação de T_{inv} e Vazão com a remoção de DQO apresentaram dependências parecidas com as encontradas na remoção de TOG. A vazão apresentou uma correlação negativa muito forte (-0,9342) na remoção de DQO pós-reator, enquanto o T_{inv} apresentou uma correlação positiva muito fraca (0,19462). Já na remoção pós-coluna a dependência foi invertida, com a vazão tendo uma influência negativa muito fraca e o T_{inv} apresentando uma correlação positiva forte (0,73957). Um outro dado relevante foi a forte correlação positiva com o pH final na remoção pós-reator, ou seja, quanto maior foi o pH final, maior foi a porcentagem de remoção de DQO.

5.6.1 Remoção direta de DQO antes da eletrofloculação

Assim como na redução da turbidez, e na remoção de TOG, a fibra da *Calotropis procera* tem a capacidade de remover parte da DQO da emulsão inicial, antes da passagem pelo reator eletrolítico como pode ser observado na Tabela 14.

A média de remoção direta de DQO foi de 21,40 % na vazão de $2 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$, 11,31 % na de $4 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$, e 19,87 % na de $6 \text{ mL}\cdot\text{s}^{-1}$, sendo que a maior porcentagem de remoção direta foi de 31,75 % na menor vazão.

Na correlação de Spearman a remoção direta de DQO apresenta uma correlação muito fraca com a vazão aplicada (-0,11677) e com o pH inicial (0,00909), e apresenta uma relação fraca (0,33257) com a temperatura inicial.

Tabela 14 – Valores de remoção direta de DQO.

Experimento	T_{inv} (s)	Q (mL.s⁻¹)	% de Remoção
2	10	2	18,21
7	15	2	31,75
1	20	2	14,25
8	10	4	8,18
9	15	4	12,15
10	15	4	6,92
11	15	4	11,56
3	20	4	17,73
5	10	6	28,13
6	15	6	18,15
4	20	6	13,33

Fonte: o autor

5.7 ANÁLISE DA VARIAÇÃO DE MASSA DOS ELETRODOS

As reações no sistema de eletrofloculação ocorrem devido a aplicação de corrente em dois eletrodos (ânodo e cátodo). As reações ocasionam a degradação das paredes das placas. A depender das características e condições no interior do reator, as reações ocorrem com maior ou menor intensidade. Essa degradação pode ser identificada de duas formas: A primeira foi a determinação individual das massas das placas que compõem os conjuntos de eletrodos, possibilitando determinar o diferencial de massa após os experimentos. E a segunda se deu pela captura de imagens das paredes das placas antes e após os experimentos.

Na Tabela 15 estão os valores médios de perda de massa nas placas durante a reação. Foi observado que existe uma tendência de perda de massa correlacionado com os resultados das variáveis resposta. É possível visualizar que quanto maior a

tendência de redução da turbidez, TOG, e DQO, maior é a porcentagem de perda de massa.

Tabela 15 – Variação de massa dos eletrodos.

Exp.	T_{inv} (s)	Q (mL.s⁻¹)	%Δ de Massa
2	10	2	-2,02
7	15	2	-1,81
1	20	2	-2,46
8	10	4	-1,03
9	15	4	-1,21
10	15	4	-1,20
11	15	4	-1,35
3	20	4	-1,38
5	10	6	-1,08
6	15	6	-1,30
4	20	6	-1,20

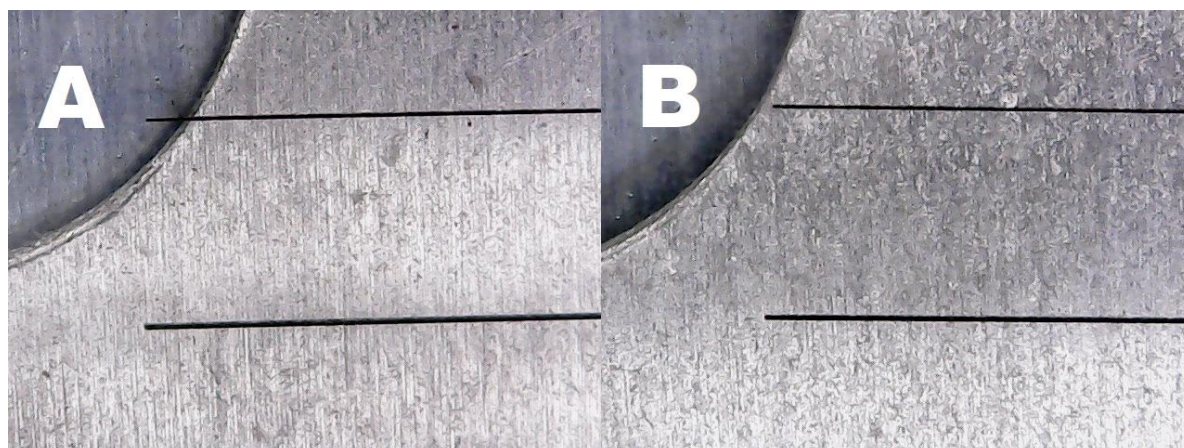
Fonte: o autor

A média de perda de massa foi de 2,09 % na vazão de 2 mL.s⁻¹, 1,26 % na de 4 mL.s⁻¹, e 1,19 % na de 6 mL.s⁻¹. Apontando uma outra vantagem na aplicação da maior vazão quando o sistema é associado a coluna de adsorção, sendo possível tratar maior quantidade de efluente com menor perda de massa do eletrodo.

Em todos os experimentos, as placas posicionadas nas extremidades dos eletrodos (placas 1 e 6) apresentam aproximadamente 45 % menos de perda de massa que as demais. Isso se dá devido a maior exposição a reação em apenas uma das faces das placas.

Foram capturadas imagens da placa 3 do eletrodo utilizado no Experimento 10 antes (A) e após (B) a reação como pode ser observado na figura 42.

Figura 42 – Imagem da placa antes e depois da reação.



Fonte: o autor

Observando as imagens é possível visualizar a perda de parte das ranhuras originais da chapa de alumínio e a formação de pontos de deterioração ocasionados pela remoção de matéria no processo de eletrofloculação.

5.8 ANÁLISE DO CONSUMO DE ENERGIA ELÉTRICA

5.8.1 Consumo de energia elétrica da bomba peristáltica

A variação da corrente da bomba peristáltica durante a reação é de aproximadamente 0,02 A. Já a tensão varia aproximadamente 0,1 V durante o experimento. Dessa forma foi possível estimar a quantidade de energia consumida para alimentar o sistema em cada variação da vazão através da Equação 4. Sendo assim, aplicando os valores de corrente e tensão apresentados na Tabela 2, o volume tratado em cada vazão, e o valor do kWh de energia elétrica aplicado pela ANEEL (2021) ao setor industrial (R\$ 0,56), temos os seguintes resultados (Tabela 16):

Tabela 16 – Consumo de energia pela bomba peristáltica.

Vazão (mL.s ⁻¹)	Volume tratado (L)	Consumo de Energia (kWh.m ³)	Custo (R\$.m ³)
2	8,0	0,0839	0,0470
4	11,6	0,1153	0,0646
6	15,2	0,1363	0,0763

Fonte: o autor

5.8.2 Consumo de energia elétrica do reator eletrolítico

Para a determinação do consumo de energia dentro do reator eletrolítico, foi realizado o acompanhamento da corrente e tensão a cada segundo de reação. O inversor de polaridade salvou os dados aplicados nos eletrodos e enviou essas informações para um computador. Dessa forma foi possível analisar a quantidade de energia consumida em cada experimento.

Durante os experimentos a voltagem se mantém praticamente estável, normalmente mantendo uma variação máxima de 0,5 V. Já a corrente, sofre maiores variações durante todo o experimento devido a reação e as inversões de polaridade. Sendo que, a corrente programada na fonte para aplicação foi de 2 amperes, mas devido às variações e à perda de carga na reação, a média geral salva pelo inversor foi de 1,28 A.

Dessa forma foi possível calcular a quantidade de energia consumida pelo reator eletrolítico para cada experimento através da Equação 4. Sendo assim, utilizando os valores médios de corrente e tensão aplicados nos eletrodos, temos os seguintes resultados (Tabela 17):

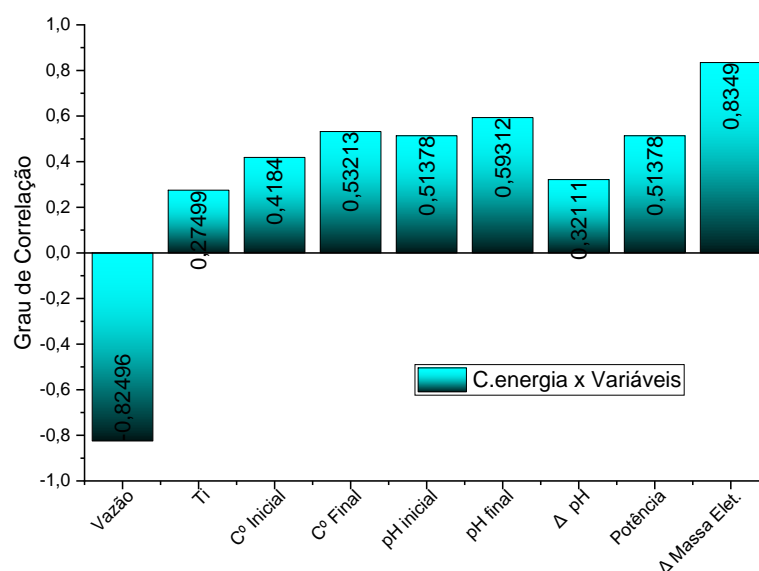
Tabela 17 – Consumo de energia no reator eletrolítico.

Exp.	T_{inv} (s)	Q (mL.s ⁻¹)	Consumo (kWh.m ³)	Custo (R\$.m ³)
2	10	2	2,06	1,44
7	15	2	1,72	1,21
1	20	2	2,16	1,51
8	10	4	0,88	0,65
9	15	4	1,10	0,77
10	15	4	0,94	0,66
11	15	4	0,91	0,64
3	20	4	1,19	0,83
5	10	6	0,91	0,64
6	15	6	0,86	0,60
4	20	6	0,91	0,64

Fonte: o autor

O consumo de energia elétrica depende da média da potência (Watts) alcançada pelo reator durante o experimento. Na Tabela 17 pode ser observado que o consumo de energia depende muito da vazão aplicada. A Figura 43 apresenta os dados da correlação de Spearman quanto ao consumo de Energia.

Figura 43 – Correlação de Spearman quanto ao $C_{energia}$.



Fonte: o autor

Como pode ser visualizado no gráfico acima, o consumo de energia elétrica é fortemente dependente da vazão, quanto menor a vazão, maior é o consumo de energia. Já o tempo de inversão de polaridade apresenta uma relação fraca. Outras variáveis, como temperatura, pH inicial e potência apresentam maior correlação que o T_{inv} .

5.9 ANÁLISE DO CUSTO DE OPERAÇÃO

Através dos dados de custo das chapas de alumínio, do consumo de energia elétrica do reator, e do consumo de energia elétrica da bomba peristáltica, foi possível calcular o custo de operação final. Considerando que o valor da chapa de alumínio de 0,4 mm é de R\$ 71,50 para o m^2 , que a massa da chapa é de 1,08 kg/m^2 , e que em cada conjunto de eletrodos são utilizados 0,051 m^2 da chapa para a fabricação das 6 placas, chegamos ao valor de R\$ 3,66 por conjunto. Na Tabela 18 podem ser

visualizados os valores do custo de operação por experimento considerando a % de perda de massa dos eletrodos durante as reações.

Tabela 18 – Custo operacional.

Exp.	T_{inv} (s)	Q (mL.s⁻¹)	$C_{energia}$ Total (kWh.m³)	$C_{eletrodos}$ (kg.Al.m³)	$C_{operação}$ (R\$.m³)
2	10	2	2,142	0,09219	7,30
7	15	2	1,803	0,08191	6,43
1	20	2	2,241	0,11253	8,70
8	10	4	1,183	0,03478	2,97
9	15	4	1,224	0,03765	3,18
10	15	4	1,112	0,03808	3,14
11	15	4	1,210	0,04321	3,54
3	20	4	1,302	0,04325	3,59
5	10	6	1,050	0,02587	2,30
6	15	6	0,998	0,02566	2,26
4	20	6	1,044	0,02588	2,30

Fonte: o autor

Como pode ser observado na tabela acima, o custo de operação é dependente da vazão aplicada. Na correlação de Spearman, o valor alcançado é de -0,93633, ou seja, é uma dependência classificada como muito forte.

Um outro ponto a ser levado em consideração é que os eletrodos utilizados na menor vazão apresentaram em média uma perda de massa 75 % maior que os utilizados na maior vazão, e 63 % a mais que os utilizados com a vazão do ponto central, portando a longo prazo, maiores vazões aumentam a vida útil dos eletrodos, reduzindo os gastos com material e manutenção.

5.10 ANÁLISE DA REUTILIZAÇÃO DOS ELETRODOS

O reuso dos eletros tem grande importância no desenvolvimento de projetos de tratamentos por eletrofloculação, pois tem influência no processo de operação e no custo final de operação. A reutilização dos eletrodos proporciona menor frequência

de manutenção ao sistema, aumentando intervalo de remontagem e troca dos mesmos, além de refletir no custo reduzindo a quantidade de eletrodos utilizados ao longo de determinado período.

O melhor resultado para a remoção de TOG foi alcançado no Experimento 6, onde foram aplicados 15 s no tempo de inversão de polaridade e uma vazão de 6 mL.s⁻¹. Sendo assim, foram utilizadas as placas dos eletrodos deste experimento no reuso com as mesmas características de T_{inv} e Q .

Na Tabela 19 são comparados os valores máximos de remoção alcançados no reuso com os resultados do experimento inicial.

Tabela 19 – Comparação dos resultados da reutilização dos eletrodos.

Variáveis	Experimento 6	Reuso	Desvio padrão
%TOG Coluna de adsorção	6,38	23,54	12,16
%TOG Pós-reator	22,57	19,46	2,20
%TOG Pós-coluna	97,34	95,67	1,18
%Turb Coluna de adsorção	29,19	31,32	1,51
%Turb Pós-reator	16,57	35,55	13,42
%Turb Pós-coluna	99,25	99,80	0,39
%DQO Coluna de adsorção	18,15	19,82	1,18
%DQO Pós-reator	24,67	27,08	1,70
%DQO Pós-coluna	88,27	80,71	5,35
Δ pH	1,18	1,33	0,11
Δ Temperatura (°C)	1,10	1,20	0,07
% Perda de massa eletrodos	-1,30	-1,60	0,21
Potência (Watts)	26,03	26,47	0,31

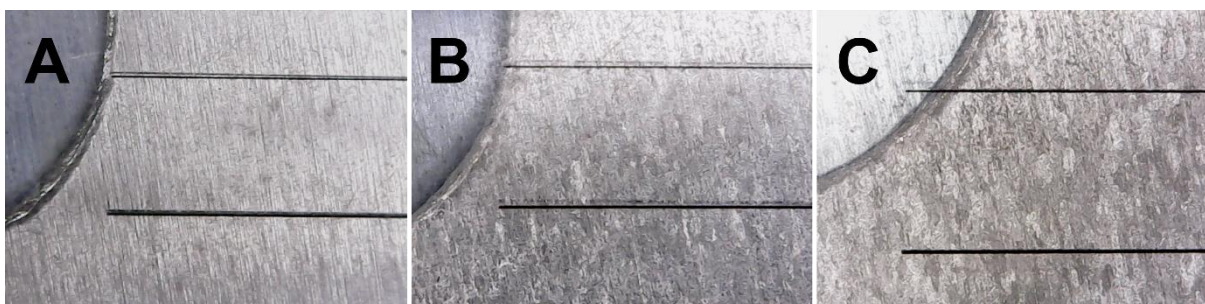
Fonte: o autor

É possível observar uma pequena variação nas variáveis resposta, com maiores diferenças observadas na remoção direta do TOG e na redução da turbidez pós-reator. Na remoção direta de TOG, o resultado do reuso se mostrou mais próximo dos valores encontrados nos demais experimentos. Pode ser observado também que

o valor de remoção de DQO pós-reator obteve um valor de desvio padrão um pouco mais elevado que os demais resultados.

Um outro dado interessante na comparação foi a perda de massa um pouco mais elevada no reuso, o que pode ser explicado pela maior exposição a oxidação em que as placas de alumínio se encontravam devido ao desgaste da superfície ocorrido no primeiro experimento. Na Figura 44 é possível visualizar as diferenças de corrosão apresentadas pela placa 2 do experimento 6 antes do primeiro experimento (A), após o primeiro experimento (B), e após o reuso (C).

Figura 44 – Imagens comparativas do desgaste das placas pós-uso e reuso.



Fonte: o autor

É possível observar que após passar pelas reações, a superfície da placa apresenta sinais de deterioração perdendo grande parte das ranhuras originais da chapa de alumínio. Já na imagem C o desgaste é bem mais evidente, praticamente não sendo mais possível visualizar as ranhuras originais.

Na correlação de Spearman, a perda de massa dos eletrodos apresenta uma relação moderada (0,66364) com a redução da turbidez pós-reator, o que poderia explicar a diferença de remoção entre os dois experimentos.

Em uma visão geral, considerando a baixa % de perda de massa dos eletrodos, os valores obtidos na remoção de TOG e DQO, na redução da turbidez, e nos valores de pH, pode-se concluir que a reutilização dos eletrodos é viável, refletindo também no custo final de operação do tratamento do efluente.

6. CONCLUSÃO

Ao final da execução dos experimentos e processamento de dados, foram alcançados resultados favoráveis a viabilidade do sistema de tratamento de emulsão oleosa proposto nesta pesquisa. O modelo de coluna de adsorção desenvolvido proporcionou um aumento significativo na taxa de remoção geral das variáveis resposta, aumento evidenciado principalmente na maior vazão aplicada. Na remoção direta, a fibra da *Calotropis procera* alcançou valores máximos de 32,66 % do TOG e 31,74 % da DQO, e 39,39 % na redução da Turbidez. A vazão aplicada exerceu grande influência nessas taxas.

Foram alcançados valores de remoção acima de 90% para o TOG e DQO, e na redução da Turbidez, nas amostras coletadas pós-reator e pós-coluna. Sendo que as maiores taxas de remoção pós-reator foram de 96,59 % para o TOG, 92,96 % para a DQO, e 99,33 % para a redução da Turbidez, com a aplicação das variáveis: $T_{inv} = 20$ s e $Q = 2$ mL.s⁻¹. Já nas amostras coletadas pós-coluna de adsorção, foram alcançados valores de 97,34 % para o TOG (Variáveis: $T_{inv} = 15$ s; $Q = 6$ mL.s⁻¹), 99,56 % para a Turbidez (Variáveis: $T_{inv} = 20$ s; $Q = 6$ mL.s⁻¹), e 91,27 % para a DQO (Variáveis: $T_{inv} = 2$ s; $Q = 2$ mL.s⁻¹).

Os valores de pH obtidos nos experimentos ficaram dentro do permitido pela legislação (5,0 -9,0), sendo que o maior valor de pH foi de 7,83, alcançado com a aplicação das variáveis $T_{inv} = 20$ s e $Q = 2$ mL.s⁻¹, essa mesma configuração foi a que apresentou maior variação nos 30 min de reação (1,34).

A maior variação de temperatura foi de 2,8 °C alcançada com a aplicação das variáveis $T_{inv} = 20$ s e $Q = 2$ mL.s⁻¹, sendo que a média de variação foi de 2,47 °C na menor vazão, 1,33 °C no ponto central e 1,1 °C na maior vazão.

O aumento das taxas de remoção nas maiores vazões proporcionou pela associação dos métodos uma redução significativa do $C_{operação}$ devido ao menor desgaste dos eletrodos e menor consumo de energia. Levando em consideração a média do $C_{operação}$ alcançado na vazão de 2 mL.s⁻¹, foi obtida uma redução de custos de 43,92 % para a vazão de 4 mL.s⁻¹, e de 69,63 % para a vazão de 6 mL.s⁻¹.

Dessa forma, através dos resultados obtidos, chegou-se à conclusão de que a condição de tratamento mais favorável é a aplicação da vazão de 6 mL.s⁻¹, e $T_{inv} = 20$ s.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar a variação da corrente em relação à eficiência da coluna de adsorção.
- Estudar o consumo de energia com a inclusão de uma bomba elétrica para aumentar a vazão da coluna de adsorção.
- Estudar a aplicação de uma coluna de adsorção composta por duas camadas da fibra da *Calotropis procera* separadas entre si.
- Estudar a utilização de outro material vegetal como biossorvente associado a fibra da *Calotropis procera* na posição de camada superior da coluna de adsorção com camadas separadas entre si ou não.
- Realizar a Análise de Termogravimetria (TGA) da fibra da *Calotropis procera* antes e após o processo de eletrofloculação para investigar a viabilidade de destinação para queima.
- Caracterizar o meio filtrante (densidade, porosidade do leito e parâmetros de filtração);
- Estudar a influência da moagem da fibra nas variáveis resposta.

8. REFERÊNCIAS

- ABDULSALAM, M. *et al.* Microwave Irradiated Coconut Shell-Activated Carbon for Decolourisation of Palm Oil Mill Effluent (Pome). **Food Research**, v. 2, n. 6, p. 526–34, 2018.
- AHMED, A. O.; JONG-WHAN, R. Characterization of nanocelluloses isolated from Ushar (*Calotropis procera*) seed fiber: Effect of isolation method. **Materials Letters**, v. 168, p. 146-150, 2016.
- ALJEBOREE, A. M.; ALSHIRIFI, A. N.; ALKAIM, A. F. Kinetics and equilibrium study for the ad-sorption of textile dyes on coconut shell activated carbon. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 10, n. 2, p. S3381-S3393, 2017.
- ANDREATTA, D. *et al.* Tangential Effluent Inlet in a Cylindrical Electrocoagulation Reactor Containing Curved Electrodes, and Its Use in Crude Oil in Water Treatment. **Environmental Technology** (United Kingdom), v. 0, n. 0, Taylor & Francis, p. 1–11, 2021.
- ANEEL – Agência Nacional de Energia Elétrica. Consumidores, Consumo, Receita, Tarifa Média – por classe de consumo. 2021.
- ANJOS, R. B. *et al.* Combined Treatment (Alkali + Thermal) of *Calotropis procera* Fiber for Removal of Petroleum Hydrocarbons in Cases of Oil Spill. **Polymers**, 13, 3285, 2021.
- ANJOS, R. B.; HILARIO L. S.; MORAES J. H. B; SILVA D. R. Crude oil removal using *Calotropis procera*. **Bio Resources Open Access**, v.15, n. 3, p. 5246 - 52631, 2020.
- ARAÚJO, F. M. *et al.* Application of electrocoagulation as treatment of slaughterhouse and packing plant wastewater. **Desalination and Water Treatment**, v. 195, p. 137 – 147, 2020.
- BABA, R. K., VAZ, GOMOS, M. S. M.; COSTA, J. Correlação de dados agrometeorológicos utilizando método estatístico. **Revista brasileira de Meteorologia**, 29 (04), 515-526, 2021.
- BARRERA-DÍAZ, C. *et al.* Enhanced electrocoagulation: New approaches to improve the electrochemical process. **Journal of Electrochemical Science and Engineering**, v. 4, n. 4, p. 285 – 2965, 2014.
- CHOI, H. J. Agricultural bio-waste for adsorptive removal of crude oil in aqueous solution. **Journal of Material Cycles Waste Management**, 21, 356-364, 2019.

CHWASTOWSKI, J.; STARON, P.; KOLOCZEK, H. *et al.* Adsorption of hexavalent chromium from aqueous solutions using Canadian peat and coconut fiber. **Journal of Molecular Liquids**, v. 248, n. 24, p. 981-989, 2017.

COHA, M. *et al.* Advanced Oxidation Processes in the Removal of Organic Substances from Produced Water: Potential, Configurations, and Research Needs. **Chemical Engineering Journal**, v. 414, 2021.

COMINOTE, M. *et al.* Evaluation of Treatment of Textile Effluent by Electroflocculation with Monitoring and Automatic Control Considering a Feasibility Study of the Use of Photovoltaic Generation. **Periodico Tche Quimica**, 17(35): 507–23, 2020.

CONAMA. Resolução nº 357, de 17 de março de 2005. <http://conama.mma.gov.br/>

CONAMA. Resolução nº 430, de 13 de março de 2011. <http://conama.mma.gov.br/>

COTILLAS, S. *et al.* Scaling-up an Integrated Electrodisinfection-Electrocoagulation Process for Wastewater Reclamation. **Chemical Engineering Journal**, 380, 2020.

EKKA, B. *et al.* Synergistic effect of activated charcoal and chitosan on treatment of dairy wastewaters. **Materials Today Communications**, v. 31, 103477, 2022.

E. P. E. Empresa de Pesquisa Energética. **Balanco energético Nacional**. 2020.

FITCH, A.; BALDERAS-HERNANDEZ, P.; IBANEZ, J. Electrochemical technologies combined with physical, biological, and chemical processes for the treatment of pollutants and wastes: A review. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 10, n. 107810, 2022.

GARDIMAN, S.; GUIMARÃES, D.; GARCIA, G. Quality evaluation of coffee industry wastewater submitted to electrolytic treatment. **Revista Virtual de Quimica**, v. 13, n. 2, p. 323 – 334, 2021.

GENC, A.; BAKIRCI, B. Treatment of emulsified oils by electrocoagulation: Pulsed voltage applications. **Water Science and Technology**, v. 71, n. 8, p. 1196–1203, 2015.

GOBBI, L. C. A. *et al.* Electrocoagulation with Polarity Switch for Fast Oil Removal from Oil in Water Emulsions. **Journal of Environmental Management**, v. 213, p. 119–25, 2018.

HILÁRIO, L. S. Avaliação da fibra *Calotropis procera* modificada para remoção de petróleo na superfície da água. Dissertação de Mestrado. UFRN, 2019.

HSIEH, I. Y. L.; PAN, M. S.; CHIANG, Y. M.; GREEN, W. H.. Learning Only Buys You So Much: Practical Limits on Battery Price Reduction. **Applied Energy**, 239, 218–24, 2019.

IEA, World Energy Balances: Overview, Paris. 2020. <https://www.iea.org/reports/world-energy-balances-overview>.

KARRI, R. R.; SAHU, J. N.; JAYAKUMAR, N. S. Optimal isotherm parameters for phenol adsorption from aqueous solutions onto coconut shell based activated carbon: Error analysis of linear and non-linear methods. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 80, n. 10, p. 472-487, 2017.

KARTHIK, T. Studies on the spinnability of milkweed fibre blends and its influence on ring, compact act and rotor yarn characteristics. 288f. Tese (Faculty of Technology Anna university Chennai), Tamil Nadu, 2014.

KOSEOGLU, H. Biotemplated *Luffa cylindrica* for the oil spill clean-up from seawater. **Desalination and Water Treatment**, 57:53, 25591-25599, 2016.

KRISHNAMOORTHY, N. *et al.* Recent Advances and Future Prospects of Electrochemical Processes for Microalgae Harvesting. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 5, p. 105875, 2021.

LEIP, A.; UWIZEYE, A. Nitrogen Footprints. **Encyclopedia of Ecology**, p. 370-382, 2018.

LI, YU-E. *et al.* PMS oxidation-electric flocculation to remove actual wastewater containing manganese, zinc and iron. **Xiandai Huagong/Modern Chemical Industry**, v. 40, p. 216 – 21930, 2020.

LI, Z., *et al.* Bio-Based Multifunctional Carbon Aerogels from Sugarcane Residue for Organic Solvents Adsorption and Solar-Thermal-Driven Oil Removal. **Chemical Engineering Journal**, 426, 129580, 2021.

LIU, B. *et al.* Isolation, identification, and crude oil degradation characteristics of a high-temperature, hydrocarbon-degrading strain. **Mar Pollut Bull**, 106, 301–307, 2016.

MARTINS, L. S. *et al.* Electric Car Battery: An Overview on Global Demand, Recycling and Future Approaches towards Sustainability. **Journal of Environmental Management**, v. 295, p. 113091, 2021.

MOHTASHAMI, R.; JULIE Q. S.; YANQING, X. Treatment of Automotive Paint

Wastewater Using Electroflotation: Kinetic Study, Influencing Factors and Data Analysis. **Environmental Processes**, 5(3): 577–91, 2018.

NASCIMENTO, B. Z. Eletrofloculador contínuo e monitorado para tratar emulsão oleosa sintética: Análise da eficiência de separação e do consumo de energia elétrica. UFES, 2020.

NASCIMENTO, J. H. O. *et al.* Removal of Crude Oil Using a New Natural Fibre — *Calotropis Procera*. **RILEM Bookseries**, v.12, 2016.

NASCIMENTO, J. L. *et al.* Aplicação de Processo Adsorptivo Para Dessulfurização de Combustíveis Utilizando Fibra de Coco Como Adsorvente. **Revista Matéria**, v.24, n.3, 2019.

NASCIMENTO, R. F. *et al.* Adsorção, Aspectos teóricos e aplicações ambientais Equilíbrio de Adsorção. 2014. <http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/10267>.

ORIANE, A. D.; MUNIZ, E. P.; PORTO, P. S. S. Electrocoagulation Using Perforated Electrodes: An Increase in Metalworking Fluid Removal from Wastewater. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, 139: 113–20, 2019.

PÉREZ, L. S. *et al.* Oil refinery wastewater treatment using coupled electrocoagulation and fixed film biological processes. **Physics and Chemistry of the Earth, Parts A/B/C**, v. 91, p. 53-60, 2016.

PERUMAL, A. *et al.* A Review of Hybrid Process Development Based on Electrochemical and Advanced Oxidation Processes for the Treatment of Industrial Wastewater. **International Journal of Chemical Engineering**, v. 1105376, p. 15, 2022.

PRIYA, E., *et al.* A comprehensive review on technological advances of adsorption for removing nitrate and phosphate from waste water. **Journal of Water Process Engineering**, v. 49, 2214-7144, 2022.

RADHABOY, G. *et al.* Analysis of Thermo chemical behaviour of *Calotropis procera* parts for their Potentiality. **International Journal of Ambient Energy**, 43:1, 252-258, 2022.

SHONZA, N. S. *et al.* Crude Oil Wastewater Treatment by Electrocoagulation in a Continuous Process with Polarity Switch. **Environmental Technology (United Kingdom)**, vol. 0, no. 0, Taylor & Francis, p. 1–9, 2020.

SORIANO, A.; D. GORRI; A. URTIAGA. Efficient treatment of perfluorohexanoic acid by nanofiltration followed by electrochemical degradation of the NF concentrate. **Water Res**, 112, p. 147-156, 2017.

TAUFIK, R. *et al.* Spent Coffee Ground as Low-Cost Adsorbent for Congo Red Dye Removal from Aqueous Solution. In **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**. 2021.

TEXADO. Havoline® Semissintético API SL SAE 15W-40. https://www.texaco.com.br/wp-content/uploads/2017/09/Hav-Semissint-15W40-SL_1ago2018_PT.pdf.

THANI, N. S. M. *et al.* Pengoptimuman Kaedah Gerak Balas Permukaan Untuk Penyingkiran Minyak Menggunakan Kulit Pisang Sebagai Penjerap-Bio. **Malaysian Journal of Analytical Sciences**, v. 21, n. 5, p. 1101–10, 2017.

THILAGAVATHI, G., C. PRABA KARAN, DIPAYAN DAS. Oil sorption and retention capacities of thermally-bonded hybrid nonwovens prepared from cotton, kapok, milkweed and polypropylene fibers. **Journal of Environmental Management**, v. 219, p. 340-349, 2018.

THIRUGNANASAMBANDHAM K. Investigation on the turbidity reduction from wastewater using electroflocculation process and aerobic mixed microbial culture: Modelling and pathway analysis. **Journal of the Indian Chemical Society**, v. 98, n^o 100218, 2021.

TROTOCHAUD, L. *et al.* Laboratory demonstration and preliminary techno-economic analysis of an onsite wastewater treatment system. **Environ. Sci. Technol**, 54, p. 16147-16155, 2020.

WANG, L.; KATHERINE V. Self-propelled micro/nanomotors for removal of insoluble water contaminants: microplastics and oil spills. **Environ. Sci.: Nano**, 8, 3440-3451, 2021.

WANG, N. *et al.* Biological Effects of Elevated Major Ions in Surface Water Contaminated by a Produced Water from Oil Production. **Archives of Environmental Contamination and Toxicology**, 76(4): 670–77, 2019.

ZAFAR, M. *et al.* Removal of anti-biotics from veterinary pharmaceutical wastewater using combined Electroflocculation and Fe-Zn loaded zeolite 5A based catalytic ozonation process. **Journal of Water Process Engineering**, v. 49, 2022.

ZHAO, X., ZENG, X., QIN, Y. *et al.* An experimental and theoretical study of the adsorption removal of toluene and chlorobenzene on coconut shell derived carbon. **Chemosphere**, v. 206, p. 285-292, 2018.

APÊNDICES

Apêndice A: Dados do gráfico da curva de calibração do TOG

Equation	$y = a + b \cdot x$
Plot	Concentração
Weight	No Weighting
Intercept	0 ± --
Slope	630,25033 ± 27,921
Residual Sum of Squares	2816,68292
Pearson's r	0,98093
R-Square (COD)	0,96223
Adj. R-Square	0,96034

Apêndice B: Dados do gráfico da curva de calibração da DQO

Equation	$y = a + b \cdot x$
Plot	A
Weight	No Weighting
Intercept	0 ± --
Slope	3059,07092 ± 56,39809
Residual Sum of Squares	2527,27171
Pearson's r	0,99915
R-Square (COD)	0,9983
Adj. R-Square	0,99796

Apêndice C: Dados dos Gráficos do pH

Dados do gráfico do pH em $T_{inv} = 10$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	7,92869 ± 0,20818	7,91702 ± 0,32659	7,45087 ± 0,01612
A	-1,4412 ± 0,22212	-1,45515 ± 0,30962	-1,01188 ± 0,01803
R0	-0,08958 ± 0,03607	-0,05508 ± 0,02511	-0,09804 ± 0,00464
Reduced Chi-Sqr	0,01724	0,00871	1,32791E-4
R-Square (COD)	0,97183	0,98069	0,99957
Adj. R-Square	0,94366	0,96138	0,99913

Dados do gráfico do pH em $T_{inv} = 15$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	6	4
y0	7,70115 ± 0,12012	7,66543 ± 0,25184	7,79657 ± 0,17416
A	-1,14524 ± 0,18308	-1,35509 ± 0,26371	-1,31247 ± 0,16618
R0	-0,16381 ± 0,07453	-0,08602 ± 0,04331	-0,05834 ± 0,01893
Reduced Chi-Sqr	0,02133	0,02242	0,17527
R-Square (COD)	0,95532	0,95832	0,98869
Adj. R-Square	0,91065	0,91663	0,97739

Dados do gráfico do pH em $T_{inv} = 20$

Model	Exponential $T_i = 20$		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	8,10386 ± 0,7435	7,43442 ± 0,191	7,57241 ± 0,04248
A	-1,37824 ± 0,70485	-0,88954 ± 0,18993	-1,23696 ± 0,04951
R0	-0,04406 ± 0,04273	-0,07479 ± 0,03954	-0,10527 ± 0,0113
Reduced Chi-Sqr	0,02005	0,0084	0,00111
R-Square (COD)	0,94177	0,96078	0,99764
Adj. R-Square	0,88354	0,92155	0,99529

Apêndice D: Dados dos Gráficos da Turbidez

Dados gráfico Turbidez em $T_{inv} = 10$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	140,12143 ± 100,28	-22,23744 ± 25,04	10,85416 ± 0,591
A	-147,21941 ± 94,86	22,76121 ± 23,975	-10,88466 ± 0,737
R0	-0,0492 ± 0,06387	0,0259 ± 0,01884	-0,11731 ± 0,0215
Reduced Chi-S	547,39242	2,98003	0,27885
R-Square (CO	0,88242	0,98692	0,99267
Adj. R-Square	0,76483	0,97384	0,98535

Dados gráfico Turbidez em $T_{inv} = 15$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	129,79936 ± 35,63088	-64,7157 ± 86,73664	1096,76389 ± 54739,61402
A	-132,72701 ± 33,75823	65,23904 ± 85,91775	-1097,23413 ± 54738,78294
R0	-0,05424 ± 0,02932	0,01248 ± 0,01368	-5,20552E-4 ± 0,02617
Reduced Chi-Sqr	98,26027	1,99928	2,43648
R-Square (COD)	0,97369	0,99277	0,97374
Adj. R-Square	0,94738	0,98555	0,94747

Dados gráfico Turbidez em $T_{inv} = 20$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	128,00688 ± 32,1097	-149,27551 ± 748,42375	-11,13136 ± 8,24381
A	-130,87592 ± 30,53661	150,40889 ± 746,99208	12,05737 ± 7,24587
R0	-0,05805 ± 0,02985	0,00572 ± 0,02609	0,04343 ± 0,0144
Reduced Chi-Sqr	101,43608	6,62383	2,33503
R-Square (COD)	0,97356	0,97397	0,993
Adj. R-Square	0,94713	0,94793	0,98599

Dados gráfico Turbidez-F em $T_{inv} = 10$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	97,86774 ± 0,52831	97,36973 ± 0,30459	96,93208 ± 0,91678
A	-58,47551 ± 1,0412	-69,92611 ± 0,60817	-82,08959 ± 1,71939
R0	-0,47774 ± 0,08597	-0,76227 ± 0,3528	-0,30223 ± 0,02744
Reduced Chi-Sqr	0,80542	0,27709	2,13393
R-Square (COD)	0,9994	0,99986	0,99917
Adj. R-Square	0,99881	0,99972	0,99834

Dados gráfico Turbidez-F em $T_{inv} = 15$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	96,62311 ± 1,15622	98,75523 ± 0,18748	98,86778 ± 0,23568
A	-64,29849 ± 2,58539	-79,1581 ± 0,36765	-69,67435 ± 0,45123
R0	-45,00605 ± 0	-0,44115 ± 0,01707	-0,34561 ± 0,0117
Reduced Chi-Sqr	5,34739	0,10011	0,14868
R-Square (COD)	0,99678	0,99996	0,99992
Adj. R-Square	0,99355	0,99992	0,99984

Dados gráfico Turbidez-F em $T_{inv} = 20$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	97,7297 ± 1,33149	98,22498 ± 0,82197	99,2246 ± 0,23016
A	-61,22019 ± 2,64704	-75,85185 ± 1,63048	-81,72671 ± 0,45464
R0	-0,5928 ± 0,49308	-0,55205 ± 0,18074	-0,49907 ± 0,03149
Reduced Chi-Sqr	5,23444	1,98317	0,15378
R-Square (COD)	0,9965	0,99913	0,99994
Adj. R-Square	0,993	0,99826	0,99988

Apêndice E: Dados dos Gráficos da DQO

Dados do gráfico da DQO em $T_{inv} = 10$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	-67,54663 ± 167,7583	185,32021 ± 541,0224	75,73763 ± 103,8487
A	61,40536 ± 155,9889	-186,02094 ± 540,1810	-76,00758 ± 103,2865
R0	0,03309 ± 0,0528	-0,00538 ± 0,01693	-0,01027 ± 0,01631
Reduced Chi-Sq	345,50181	2,70193	1,3206
R-Square (COD)	0,90851	0,98887	0,98972
Adj. R-Square	0,81702	0,97773	0,97944

Dados do gráfico da DQO em $T_{inv} = 15$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	-85,77105 ± 179,5954	275,91473 ± 287,4885	-5,99348 ± 10,3404
A	81,55879 ± 171,9333	-276,00034 ± 287,2212	6,10106 ± 8,48569
R0	0,02595 ± 0,03775	-0,00413 ± 0,00458	0,05317 ± 0,03639
Reduced Chi-Sq	154,30268	0,26695	7,70302
R-Square (COD)	0,9495	0,99918	0,95971
Adj. R-Square	0,89899	0,99835	0,91942

Dados do gráfico da DQO em $T_{inv} = 20$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	64528,55813 ± 6,84363E	46,0935 ± 12,40405	-185,06955 ± 2128,8097
A	-64538,17864 ± 6,84362E	-45,64939 ± 11,8801	185,54149 ± 2126,3318
R0	-5,56637E-5 ± 0,05908	-0,03509 ± 0,01541	0,00448 ± 0,04801
Reduced Chi-Sq	490,85665	2,36443	20,16859
R-Square (COD)	0,88071	0,99159	0,9169
Adj. R-Square	0,76141	0,98318	0,8338

Dados do gráfico da DQO-F em $T_{inv} = 10$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	82,83475 ± 2,30215	82,49658 ± 2,88076	77,99627 ± 1,62581
A	-64,62355 ± 5,14777	-74,32072 ± 6,44158	-55,15323 ± 2,95824
R0	-3,44521E33 ± 0	-2,24418E107 ± 0	-0,26147 ± 0,05195
Reduced Chi-Sqr	21,19964	33,19517	6,21267
R-Square (COD)	0,98747	0,9852	0,99458
Adj. R-Square	0,97494	0,9704	0,98916

Dados do gráfico da DQO-F em $T_{inv} = 15$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	83,29336 ± 1,0436	83,64059 ± 0,6450	87,96188 ± 0,280
A	-51,54832 ± 2,333	-74,50676 ± 1,247	-69,81539 ± 0,53
R0	-1,08547E8 ± 0	-0,37705 ± 0,0382	-0,31844 ± 0,011
Reduced Chi-S	4,35711	1,1437	0,20376
R-Square (CO)	0,99592	0,99947	0,99989
Adj. R-Square	0,99183	0,99894	0,99978

Dados do gráfico da DQO-F em $T_{inv} = 20$

Model	Exponential		
Equation	$y = y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot x)$		
Plot	2	4	6
y0	88,85437 ± 3,3381	84,11805 ± 3,75716	92,39812 ± 0,80928
A	-74,57668 ± 6,40094	-66,38485 ± 8,40127	-79,0722 ± 1,60133
R0	-0,34983 ± 0,16004	-54,4642 ± 0	-0,518 ± 0,13205
Reduced Chi-Sqr	29,94667	56,46503	1,90987
R-Square (COD)	0,98626	0,96896	0,99923
Adj. R-Square	0,97251	0,93792	0,99846