

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS**

**CENTRO DE TECNOLOGIA**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**AVALIAÇÃO DA REMOÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS ATRAVÉS DE FLOTAÇÃO  
POR AR DISSOLVIDO E BIOSSORÇÃO COM BAGAÇO DE CANA DE AÇÚCAR**

**GISELLE LOPES DE SOUZA HENRIQUE**

**MACEIÓ, 19 DE DEZEMBRO DE 2008.**

**GISELLE LOPES DE SOUZA HENRIQUE**

**AVALIAÇÃO DA REMOÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS ATRAVÉS DE FLOTAÇÃO  
POR AR DISSOLVIDO E BISSORÇÃO COM BAGAÇO DE CANA DE AÇÚCAR**

Trabalho de Dissertação de Mestrado  
apresentado ao Curso de Pós-graduação  
em Engenharia Química como parte dos  
requisitos para obtenção do Título de  
Mestre em Engenharia Química.

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO:** Desenvolvimento e Pesquisa de Processos Regionais

**LINHA DE PESQUISA:** Sistemas Energéticos e Meio Ambiente

**ORIENTADORA:** Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Sandra Helena Vieira de Carvalho

**MACEIÓ-AL 2008**

**Catálogo na fonte**  
**Universidade Federal de Alagoas**  
**Biblioteca Central**  
**Divisão de Tratamento Técnico**

**Bibliotecária Responsável: Helena Cristina Pimentel do Vale**

- H469a Henrique, Giselle Lopes de Souza.  
Avaliação da remoção de óleos e graxas através de flotação por ar dissolvido e biossorção com bagaço de cana de açúcar / Giselle Lopes de Souza Henrique, 2008.  
xi, 56 f. : il., tabs. e grafs.
- Orientadora: Sandra Helena Vieira de Carvalho.  
Co-Orientador: João Inácio Soletti.  
Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Alagoas. Centro de Tecnologia. Maceió, 2008.
- Bibliografia: f. 53-56.
1. Flotação por ar dissolvido. 2. Tratamento de efluentes. 3. Bagaço de cana. 4. Resíduos industriais. I. Título.

CDU: 628.54

**AVALIAÇÃO DA REMOÇÃO DE ÓLEOS E GRAXAS ATRAVÉS DE  
FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO E BIODISSORÇÃO COM BAGAÇO  
DE CANA DE AÇÚCAR**

Por

**GISELLE LOPES DE SOUZA HENRIQUE**

Dissertação defendida e julgada em sua forma final em 2008, pela comissão examinadora,  
para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

---

Prof. Dr<sup>a</sup>. Sandra Helena Vieira de Carvalho - UFAL  
Orientadora

---

Prof. Dr. João Inácio Soletti - UFAL  
Co-orientador

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Silvia Maria da Silva Egues – UNIT-SE  
Examinador Externo

---

Prof. Dr. Antonio Martins Oliveira Junior - UFAL  
Examinador Interno

---

Prof. Dr. Antonio Osimar Sousa da Silva - UFAL  
Examinador Interno

**MACEIÓ, 19 DE DEZEMBRO DE 2008.**

*Ao meu esposo, Galileu Henrique,  
pelo incentivo, paciência e  
dedicação.*

*A minha filha Liz, que aguardo  
ansiosamente.*

*Aos meus pais, a quem devo a  
formação de uma vida.*

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus por me conceder esta oportunidade.

Aos professores Sandra Carvalho e João Inácio Soletti pela paciência incansável, orientação e apoio na execução do trabalho.

Aos meus amigos de mestrado, Sandra Rodrigues e Libel Fonseca, pela companhia em longas horas no laboratório.

A Diogo Segalen e Leandro Ferreira pela ajuda na execução dos experimentos.

A Alana Melo, que se tornou presente nos momentos mais difíceis.

A Petrobrás, em especial, a Marcos Vinícius, Simone Pedrosa e Márcio Lopes, que gentilmente nos cederam efluente para realização dos experimentos.

A Usina Sumaúma pelo fornecimento dos recheios utilizados nos experimentos.

À Fundação de Amparo a Pesquisa (FAPEAL), pela concessão da bolsa de estudo e pelo auxílio financeiro ao projeto.

A todos aqueles que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho e não foram citados.

## RESUMO

Este trabalho tem como objetivo avaliar técnicas de tratamento de efluentes oleosos provenientes da unidade de processamento de gás natural – UPGN - da Petrobrás. O efluente consiste de uma emulsão óleo-água, sendo quase a totalidade proveniente da água associada existente nos poços no processo de extração do gás e óleo. Os estudos foram realizados em duas etapas. Inicialmente foram efetuados testes em uma coluna de flotação com ar dissolvido (FAD) com e sem uso de coagulantes operando em contracorrente.

Numa segunda etapa foi avaliado o desempenho de um filtro adsorvente utilizando dois tipos de recheio, bagaço e bagacilho de cana de açúcar, de fácil obtenção nas indústrias sucroalcooleiras locais.

O desempenho do sistema de separação é avaliado através do percentual de remoção do teor de óleos e graxas (TOG) do efluente tratado.

A flotação apresentou melhores resultados quando se fez uso de coagulantes, o efluente foi misturado em linha com o sulfato de alumínio 25 g/L, a uma vazão de 5,3 mL/min, onde se obteve uma eficiência máxima de 72%, utilizando uma vazão de alimentação de 60 L/h e vazão de refluxo de 120 L/h.

Os testes no filtro adsorvente tiveram melhor desempenho quando operados a menores vazões, 40 e 80 L/h, e com o uso do recheio de maior área superficial, o bagacilho de cana de açúcar, chegando a atingir 99% de remoção do teor de óleos e graxas operando com a vazão de 40 L/h, em um dos pontos de coleta, quando o experimento atingiu 45 minutos de operação.

## ABSTRACT

This study aims to evaluate techniques for treatment of oily wastewater from the unit natural gas processing - UPGN - from Petrobras. The effluent consists of an oil-water emulsion, and almost all from the water associated with existing wells in the process of extracting gas and oil. The studies were conducted in two stages. Initially tests were performed on a column of air dissolved flotation with and without the use of coagulants operating in counterflow.

In a second stage was evaluated the performance of an adsorbent filter using two kinds of stuffing, bagaço and bagacilho of sugarcane, can be readily obtained in local industries.

The performance of the system of separation is measured by the percentage of removal of the content of oils and greases (TOG) of treated effluent.

The flotation showed better results when it made use of coagulants, the wastewater was mixed, in line with the aluminum sulfate 25 g/L at a flow rate of 5.3 mL/min, where was obtained a maximum efficiency of 72%, using a flow rate of feed for 60 L/h and flow of reflux of 120 L/h.

Tests on the filter adsorbent had higher performance when operated at lower flow rates, 40 and 80 L/h and using the contents of greater surface area, the bagacilho sugar cane, to achieve 99% removal of the content of oils and greases operating with the flow of 40 L/h in, when reached 45 minutes of operation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Composição química das águas produzidas no campo de Pilar.....	21
Figura 2. Unidade de separação por flotação com ar dissolvido.....	23
Figura 3. Sistema de flotação por ar dissolvido com configuração em contracorrente.....	23
Figura 4. Sistema de flotação por ar dissolvido com adição de coagulante, configuração em contracorrente.....	24
Figura 5. Unidade de filtração/adsorção com alimentação pela base.....	25
Figura 6. Filtro adsorvente operando com o uso de pedras.....	26
Figura 7. Unidade de filtração/adsorção com alimentação pela topo.....	27
Figura 8. Analisador de TOG.....	28
Figura 9. Processo de extração do óleo.....	29
Figura 10. Resultados TOG.....	32
Figura 11. Resultados DQO.....	33
Figura 12. Flotação sem adição de agente coagulante.....	34
Figura 13. Flotação com adição de agente coagulante.....	35
Figura 14. Adsorção com bagaco de cana 40L/h.....	37
Figura 15. Adsorção com bagaço de cana 80L/h.....	38

Figura 16. Adsorção com bagaço de cana 120L/h .....	39
Figura 17. Adsorção com bagacilho de cana 40L/h .....	41
Figura 18. Adsorção com bagacilho de cana 80L/h .....	42
Figura 19. Adsorção com bagacilho de cana 120L/h .....	43
Figura 20. Efeitos principais para planejamento com três níveis .....	44
Figura 21. Interação dos fatores para planejamento com três níveis .....	45
Figura 22. Efeitos principais para planejamento com dois níveis .....	47
Figura 23. Interação dos fatores para planejamento com dois níveis .....	48

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Classificação dos Colóides de acordo com a fase dispersa e de dispersão.....	4
Tabela 2. Vantagens e desvantagens de coagulantes inorgânicos alternativos .....	9
Tabela 3. Tabela de contrastes para planejamento de experimento em três níveis .....	20
Tabela 5. Resultados obtidos no teste de coagulação .....	31
Tabela 6. Resultados flotação .....	33
Tabela 7. Resultado dos experimentos filtração/adsorção com bagaço de cana .....	36
Tabela 8. Resultados experimentos filtração/adsorção com bagacilho de cana .....	40
Tabela 9. Tabela de contrastes para dois níveis.....	46

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>3</b>
2.1	SISTEMAS COLOIDAIS .....	3
2.1.1	<i>Colóides</i> .....	3
2.1.2	<i>Emulsões</i> .....	4
2.2	COAGULAÇÃO E FLOCULAÇÃO .....	6
2.3	FLOTAÇÃO .....	9
2.3.1	<i>Histórico da Flotação</i> .....	11
2.3.2	<i>Tipos de Flotação</i> .....	11
2.3.3	<i>Flotação por Ar Dissolvido (FAD)</i> .....	13
2.3.4	<i>Fatores que influenciam na eficiência da FAD</i> .....	14
2.4	ADSORÇÃO .....	15
2.4.1	<i>Bioadsorção e biomassa</i> .....	16
<b>3</b>	<b>METODOLOGIA.....</b>	<b>17</b>
3.1	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS .....	17
3.1.1	<i>Objetivos do planejamento de experimento</i> .....	18
3.1.2	<i>Etapas na experimentação</i> .....	18
3.1.3	<i>Experimentos fatoriais completos</i> .....	19
3.2	EFLUENTE .....	20
3.3	ESTUDO DOS COAGULANTES .....	21
3.4	DESCRIÇÃO DA UNIDADE PILOTO .....	22
3.4.1	<i>Unidade de flotação</i> .....	22
3.4.2	<i>Unidade de filtração/adsorção</i> .....	25
3.5	ANÁLISE DO TEOR DE ÓLEOS E GRAXAS (TOG).....	27
<b>4</b>	<b>RESULTADOS .....</b>	<b>30</b>
4.1	ESTUDO DOS COAGULANTES .....	30
4.2	FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO .....	33
4.3	FILTRAÇÃO/ADSORÇÃO .....	35
	<i>Avaliação das interações entre os fatores</i> .....	43
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>50</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES .....</b>	<b>52</b>

<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>53</b>
----------	---	-----------

## 1 INTRODUÇÃO

O contexto mundial relacionado ao meio ambiente vem mudando sensivelmente nas últimas décadas. Apesar de existir quantidade de água suficiente para consumo, é necessária a preservação e o uso racional e sustentável da água, evitando, assim, sua escassez. A preocupação com a preservação dos recursos naturais não renováveis, especialmente a água, tem incentivado campanhas contra a poluição de rios e oceanos, visando à melhoria da qualidade dos efluentes lançados nos corpos receptores.

Segundo a Resolução 357 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA), os efluentes de qualquer fonte poluidora somente poderão ser lançados, direta ou indiretamente, nos corpos de água, após o devido tratamento e desde que obedeçam às condições, padrões e exigências dispostos nesta Resolução e em outras normas aplicáveis. A concentração máxima de óleos e graxas no descarte de efluentes líquidos em corpos receptores não deverá exceder a 20 mg/L.

Para reinjeção da água (produzida proveniente do processo de separação óleo-água nos poços de petróleo) é exigido um tratamento mais eficiente do que aquele exigido pela especificação do CONAMA 357, pois excesso de óleo na água pode provocar o tamponamento das rochas, isto é, provocar a redução da permeabilidade das rochas, aumentando desta forma a concentração de fluxo e conseqüentemente as forças viscosas do fluido, levando rochas com baixa resistência a uma ruptura por tração (SILVESTRE, 2004). Neste caso a concentração máxima de óleo passa a ser de 5 mg/L.

A poluição da água com óleo e outras substâncias orgânicas é um problema em muitos tipos de indústrias. Uma pequena quantidade de óleo é suficiente para contaminar grandes volumes de água, e estes efluentes têm elevado custo de tratamento. (KOREN e SYVERSEN, 1995).

Na produção do petróleo é comum a co-produção de água sob a forma emulsionada. Esta água pode se originar na produção ou ser proveniente da utilização de processos de recuperação. A formação de emulsões tipo água em óleo (A/O), durante o processo de produção, é altamente indesejável tendo em vista o incremento da viscosidade do petróleo. (OLIVEIRA, 1998). Na indústria do petróleo as emulsões óleo/água, estabilizadas mecanicamente e quimicamente se

formam devido ao cisalhamento impostos por bombas, válvulas e diferentes tipos de acidentes hidráulicos, nos estágios de produção, transporte e refino (NELSON, 1958).

As emulsões são sistemas coloidais formados por um líquido subdividido em pequenas gotículas (denominada fase dispersa ou interna) dispersas em um outro líquido imiscível (denominada fase contínua ou dispersante) (COUTO, 2003).

Este trabalho tem como objetivo avaliar técnicas de tratamento de efluentes oleosos provenientes da unidade de processamento de gás natural – UPGN - da Petrobrás. O efluente consiste de uma emulsão óleo-água, sendo quase a totalidade proveniente da água associada existente nos poços no processo de extração do gás e óleo. Os estudos foram realizados em duas etapas. Inicialmente foram efetuados testes em uma coluna de flotação com ar dissolvido (FAD) com e sem uso de coagulantes operando em contracorrente. Numa segunda etapa foi avaliado o desempenho de um filtro adsorvente utilizando dois tipos de recheio, bagaço e bagacilho de cana de açúcar, de fácil obtenção nas indústrias sucroalcooleiras locais.

O desempenho do sistema de separação foi avaliado através do percentual de remoção do teor de óleos e graxas (TOG) do efluente tratado, a análise do teor de óleos e graxas (TOG) foram realizadas com o auxílio do analisador de TOG/TPH da Pensalab, modelo HART.

A flotação apresentou melhores resultados quando se fez uso de coagulantes, o efluente foi misturado em linha com o sulfato de alumínio 25 g/L, a uma vazão de 5,3 mL/min, onde se obteve uma eficiência máxima de 72%, utilizando uma vazão de alimentação de 60 L/h e vazão de refluxo de 120 L/h.

Os testes no filtro adsorvente tiveram melhor desempenho quando operados a menores vazões, 40 e 80 L/h, e com o uso do recheio de maior área superficial, o bagacilho de cana de açúcar, chegando a atingir 99% de remoção do teor de óleos e graxas operando com a vazão de 40 L/h, em um dos pontos de coleta, quando o experimento atingiu 45 minutos de operação.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

Neste capítulo será apresentada uma revisão da literatura que abrange o estudo do tratamento de efluentes líquidos pelas técnicas de flotação e filtração/adsorção, iniciando com sistemas coloidais.

### **2.1 Sistemas Coloidais**

São sistemas onde uma fase dispersa é estabilizada em uma fase contínua resistindo, assim, aos processos de separação como a decantação e a centrifugação. Uma das principais propriedades dos sistemas coloidais deriva do tamanho reduzido das partículas suspensas. No seio das fases, as valências dos átomos estão todas ocupadas por forças intermoleculares, como as de Van der Waals. Na interface isto não acontece, devido as suas diferentes características, surgem efeitos como adsorção, cargas elétricas e tensões interfaciais. (COUTO, 2003).

#### **2.1.1 Colóides**

Colóides são substâncias heterogêneas de pelo menos duas fases diferentes, com a matéria de uma das fases na forma finamente dividida (sólido, líquido ou gás), denominada fase dispersa, misturada com a fase contínua (sólido, líquido ou gás), denominada meio de dispersão.

Os princípios relacionados com os diferentes sistemas coloidais, tabela 1, baseia-se em propriedades comuns a todos os colóides: tamanho de partículas e elevada relação área/volume.

**Tabela 1. Classificação dos Colóides de acordo com a fase dispersa e de dispersão**

<b>Colóide</b>	<b>Fase Dispersa</b>	<b>Fase de Dispersão</b>	<b>Exemplo</b>
Aerosol líquido	Líquido	Gás	Neblina, desodorante
Aerosol sólido	Sólido	Gás	Fumaça, poeira
Espuma	Gás	Líquido	Espuma de sabão e de combate a incêndio
Espuma sólida	Gás	Sólido	Isopor, poliuretano
Emulsão	Líquido	Líquido	Leite, maionese, manteiga
Emulsão sólida	Líquido	Sólido	Margarina, opala, pérola
Sol	Sólido	Líquido	Tinta, creme dental
Sol sólido	Sólido	Sólido	Vidro e plástico pigmentado

O efluente em estudo é um sistema coloidal do tipo emulsão, pois uma fase líquida (óleo) está dispersa na fase contínua (água) que também é líquida.

### **2.1.2 Emulsões**

Uma emulsão é definida como a mistura de dois líquidos imiscíveis ou parcialmente miscíveis onde uma das fases encontra-se dispersa na outra sob a forma de gotas de tamanho microscópico ou coloidal. Existem duas formas básicas de emulsão, emulsão óleo em água, onde gotas de óleo estão dispersas na água e emulsão água em óleo, onde gotas de água estão dispersas no óleo. Para cada tipo de emulsão, três condições básicas devem ser conhecidas

(CHEN e TAO, 2005):

- Os dois líquidos devem ser imiscíveis ou mutuamente insolúveis em cada um;
- Deve ser aplicada agitação suficiente para dispersar um líquido no outro; e
- Um emulsificante ou combinação de emulsificantes deve estar presente.

A maioria dos processos de tratamento de emulsões combina tratamentos químicos e físicos. (BENSADOK *et al*, 2007).

O tratamento químico relaciona o diretamente os agentes emulsificantes. Os principais fenômenos deste tratamento são:

- Desestabilização das emulsões por remoção da barreira de energia. Isto é obtido pela neutralização das cargas que permitem a repulsão das gotas: fenômeno da coagulação.
- Aglomeração das gotas desestabilizadas por coalescência ou floculação.
- A separação da fase oleosa através de decantação, flotação, centrifugação, ou filtração.

Três grupos de substâncias químicas de neutralização, com ou sem ação térmica combinada, são geralmente usados: sais metálicos, ácidos e polieletrólitos sintéticos. (BENSADOK *et al*, 2007).

As emulsões óleo-água são constituídas da fase dispersa (óleo) e da fase contínua (água).

As emulsões permanentes ou estáveis são aquelas cujas gotículas da fase dispersa são tão pequenas que a decantação e a coalescência levam um grande período de tempo para ocorrer. São caracterizadas por partículas com diâmetros menores de 1,5 $\mu$ m.

As emulsões instáveis ou temporárias, ou dispersões, apresentam partículas com diâmetros a partir de 1 mm e decantam ou flutam rapidamente. Somente as desta espécie são toleráveis nas operações de extração em fase líquida e na realização de reações químicas entre dois líquidos que devem ser separados. As emulsões e as dispersões são usualmente caracterizadas pelo termo água em óleo (significando líquido aquoso disperso, fase orgânica contínua) ou óleo em água (líquido orgânico disperso, fase aquosa contínua). As emulsões duais são

aquelas em que a fase contínua também está presente como gotículas, dispersas dentro de gotas maiores da outra fase.

### **Estabilidade de Emulsões**

Entende-se por estabilidade de uma emulsão a capacidade da mesma manter sua homogeneidade durante um certo período de tempo. A dispersão da fase oleosa, em meio aquoso, provoca um aumento da energia interfacial do sistema e por este motivo, as emulsões são sistemas termodinamicamente instáveis com respeito à separação das fases. Normalmente, é necessário adicionar uma substância emulsificante/estabilizadora para conferir-lhe estabilidade. Os emulsificantes são definidos como compostos cuja função é estabilizar misturas de dois líquidos imiscíveis, geralmente óleo e água, através da atuação na interface óleo/água, reduzindo a tensão interfacial e retardando a coalescência das gotículas do óleo. A coalescência das gotas ocorre quando as gotas colidem entre si e tendem a se unir, aumentando o tamanho e perdendo sua identidade.

A desestabilização de emulsão é causada geralmente mudando seu valor de pH ou pela adição de outros produtos químicos, tais como os sais férricos ou de alumínio, o cal ou os polieletrólitos. O cal era o produto químico usado a muitos anos atrás, quando os polieletrólitos ou os coagulantes inorgânicos ainda não eram conhecidos. Hoje em dia mais populares, são mais utilizados porque seu uso produz menos lama. Os floculantes são geralmente polímeros de elevado peso molecular, com caráter catiônico, aniônico ou não iônico. KEMMER (1998) citado por ZOUBOULIS e AVRANAS (2000).

## **2.2 Coagulação e Flocculação**

O pré-tratamento químico de emulsão óleo-água, desemulsificação, é baseado na adição de químicos que destroem a ação protetora do agente emulsificante, isto é, destrói o efeito repulsivo da dupla camada elétrica, permitindo assim a formação de gotas de tamanhos maiores. Quando suspenso na água, a carga de colóide orgânico ou inorgânico é tipicamente negativa. Por causa das forças eletrostáticas, a carga do colóide negativo atrai a carga com

íons positivos.

A coagulação e floculação são etapas muito importantes como pré-tratamento no processo de flotação por ar dissolvido e é essencial para uma flotação eficiente. (AL-SHAMRANI, 2002a).

Coagulação e floculação são usados para remover partículas suspensas e precipitados de metais pesados coloidais formados durante a etapa de precipitação. Precipitados de metais pesados coloidais são pequenas partículas que possuem propriedades elétricas, os quais criam uma força de repulsão e previnem aglomeração. Coagulação é o processo que faz as partículas menores estabilizarem pela neutralização das cargas, promovendo a aproximação dos colóides, para que eles finalmente possam flotar ou decantar.

A floculação é o processo de unir as partículas desestabilizadas ou partículas coaguladas para formar uma aglomeração de flocos para a mistura física ou adição de coagulantes químicos ou ambos.

Os coagulantes são úteis em superar ou em reduzir barreiras eletrostáticas a fim de permitir uma aproximação entre partículas individuais e partículas e bolhas. Para cada coagulante existe uma combinação entre dosagem e valor de pH ideal para uma separação mais eficiente, que resultariam em um nível elevado da remoção do óleo (ZOUBOULIS e AVRANAS, 2000). Nos seus experimentos preliminares sem o uso de reagentes químicos, considerando apenas o pH, ZOUBOULIS e AVRANAS (2000) observaram que a separação do óleo emulsificado foi muito baixa. A influência do pH foi examinada pela adição simultânea de polieletrólito, sendo a combinação entre o pH e concentração de polieletrólitos irrelevante na separação de hidrocarbonetos emulsificados.

A quantia usada para prever a eficiência de coagulação é o potencial Zeta, que é o potencial elétrico teórico entre o ambiente aquoso e uma região difusa. O seu valor depende da natureza da interface partícula-líquido.

O processo de coagulação e floculação tipicamente seguem quatro passos:

- Correção de pH;

- Adição de coagulante o qual auxilia no processo de precipitação;
- Mistura rápida do coagulante com o líquido;
- Agitação lenta para promover o contato entre as partículas pequenas e sua aglomeração em partículas maiores.

A taxa de floculação depende de alguns fatores, o qual incluem:

- A presença de cargas;
- A forma das partículas;
- A densidade das partículas.

Numerosos produtos químicos podem ser utilizados em processos de coagulação e floculação. Existem vantagens e desvantagens associadas a eles. Esses fatores podem ser considerados na escolha: custo, eficiência, confiança de provisão, compatibilidade com outros processos de tratamento, efeitos ambientais.

O policloreto de alumínio (PCA) é um composto inorgânico completamente solúvel em água, e devido ao grande volume e a estrutura polimérica dos flocos produzidos, o produto tem uma propriedade eficiente de floculação numa grande faixa de pH, inclusive a baixas temperaturas. Dependendo da qualidade da água a ser tratada, pode apresentar bons resultados de clarificação por sedimentação, flotação ou filtração. O efluente apresentou um pH de 7,7; faixa considerável para o policloreto de alumínio e sulfato de alumínio. O sulfato de alumínio é um coagulante muito utilizado devido ao baixo custo e é eficiente na faixa de pH entre 6,5 e 8.

Em outras palavras, floculação é um processo físico que consiste na aglutinação de partículas devido a ação de um floculante, formando flocos para serem facilmente removidos. A formação de flocos facilita sua posterior remoção por sedimentação sob ação da gravidade, flotação ou filtração. Na flotação, a floculação da emulsão possibilita a formação de flocos estáveis, isto é, flocos cuja densidade, tamanho e características superficiais sejam tais que o floco formado e as bolhas de ar tenham estabilidade e tendam a ascender na massa líquida.

A tabela 2 mostra as vantagens e desvantagens de alguns coagulantes inorgânicos.

**Tabela 2. Vantagens e desvantagens de coagulantes inorgânicos alternativos**

<i>Nome</i>	<i>Vantagens</i>	<i>Desvantagens</i>
Sulfato de Alumínio $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	Fácil de manusear e aplicar, mais comumente usado, maior eficiência na faixa de pH entre 6,5 e 7,5.	Adiciona sólidos dissolvidos na água, eficiência sobre um limite na escala de pH.
Aluminato de Sódio $Na_2Al_2O_4$	Eficiente em águas duras, usualmente são necessárias pequenas dosagens.	Geralmente usado com alumínio, alto custo, ineficientes em águas moles.
Policloreto de alumínio $Al_{13}(OH)_{20}(SO_4)_2 \cdot Cl_{15}$	Em algumas aplicações forma flocos mais densos e mais rápido que o sulfato de alumínio.	Não é comumente usado.
Sulfato Férrico $Fe_2(SO_4)_3$	Eficiente entre faixa de pH de 4-6 e 8,8 a 9,2.	Adiciona sólidos dissolvidos na água, geralmente é preciso controlar a alcalinidade.
Cloreto Férrico $FeCl_3 \cdot 6H_2O$	Eficiente na faixa de pH de 4-11.	Adiciona sólidos dissolvidos na água.
Sulfato ferroso $FeSO_4 \cdot 7H_2O$	Não é sensível ao pH como a Cal.	Adiciona sólidos dissolvidos na água, é preciso controlar a alcalinidade.
Cal $Ca(OH)_2$	Comumente usado, muito eficiente, talvez não adicione sal ao efluente.	Depende muito do pH, produz grande quantidade de lama, altas quantidades causam baixa qualidade no efluente.

### 2.3 Flotação

A flotação é a operação pela qual se consegue num determinado sistema, a separação de gotículas “líquidas” ou partículas sólidas de uma fase líquida. Para aumentar a eficiência é feita a introdução de pequenas bolhas de gás, normalmente o ar, as quais, aderindo à superfície das “partículas” aumentam seu empuxo, provocando assim, a ascensão das mesmas em direção à superfície da fase líquida, podendo então ser devidamente coletadas.

Segundo SPIELMAN (1972) e HANSEN (1994), citado por GU e CHIANG (1999), várias técnicas de separação óleo-água foram propostas por décadas. As técnicas mais comuns incluem: flotação (na maior parte flotação por ar dissolvido), tratamentos químicos, tratamento por membrana, tratamento biológico e combinação entre eles. Do ponto de vista econômico, a flotação por ar dissolvido tem um baixo custo quando aplicada ao tratamento de grandes volumes de efluente. Portanto o uso de flotação por ar dissolvido para remoção óleo-água, tem atraído o aumento das atenções, devido a eficiência de separação além de um baixo custo operacional e de investimento. (GU e CHIANG, 1999)

O processo de flotação quando aplicado em tratamento de efluentes, usa métodos de injeção de ar no qual pequenas bolhas devem ser formadas ( $< 0,1$  mm). Para que os sólidos sejam removidos é necessário que apresente tamanhos pequenos, baixa densidade e propriedades hidrofílicas (PUGET *et al.*, 2000).

ANGELIDOU *et al* (1977) concluíram que partículas de óleo em suspensão podem ser facilmente removidas por flotação e que a remoção é apresentada em curto período de tempo de experimento.

FÉRIS *et al.* (2004) em seus estudos, concluíram que a flotação por ar dissolvido (FAD) apresentou alta eficiência para remoção de minérios. A corrida apresentou boas características de adsorção e flotação para remoção de óleos, corantes e metais pesados.

Os processos químicos foram largamente estudados para efluentes como rejeitos domésticos e efluentes industriais. Para os efluentes emulsionados, o método consiste na desestabilização do estado coloidal da emulsão cancelando as forças eletrostáticas e/ou de Forças de Van der Waals. Isto é obtido pela adição de agentes químicos. As gotas desestabilizadas são separadas então pela decantação, centrifugação, coalescência ou pela flotação. (BENSADOK e AVRANAS, 2007)

ROSA e RUBIO (2004) mostraram em seus estudos que a floculação-flotação apresentou alta eficiência no processo de separação de óleo em emulsão com o emprego de um polímero.

### 2.3.1 Histórico da Flotação

Há 2000 anos atrás, um antigo grego usou o processo de flotação para separar o material desperdiçado dos minerais. O minério esmagado foi colocado sobre a superfície da água, e as partículas minerais foram retidas na superfície. Em 1860, foi patenteado o processo no qual óleo foi usado para a separação de minérios. O minério flotava com o óleo quando a mistura era homogeneizada em água. Em 1905, foi desenvolvido o processo *froth flotation*, um processo por agitação que separava as partículas finamente divididas em água com a entrada de ar. Uma pequena quantia de óleo era adicionada, suficiente para dar uma boa flutuabilidade aos grãos. As bolhas de ar, junto com o mineral desejado, era coletado como espuma na superfície. O primeiro equipamento de flotação foi desenvolvido em 1910, e além do tamanho, ele não era muito diferente dos equipamentos usados atualmente. Mas tarde, em 1914, foram introduzidas bolhas de ar através de difusores porosos submersos. Este processo foi chamado *foam flotation*. Os dois processos, *froth and foam flotation*, são geralmente conhecidos como flotação por ar disperso, e são amplamente usados na indústria de mineração. Em 1904 foi sugerido o uso de eletrólise da água para a obtenção de bolhas de gás para flotação. Este processo, embora não tenha sido usado comercialmente naquela época, esteve sendo desenvolvido como flotação eletrolítica. Na flotação por ar dissolvido pressurizado, as bolhas de ar são produzidas por recuperação da pressão da corrente de água saturada com ar sobre a pressão atmosférica. Inicialmente, a flotação por ar dissolvido foi usada principalmente em aplicações no qual o material a ser removido apresentava a densidade menor que a da água, como por exemplo, gordura, óleo, fibras e graxas. Em 1960, porém, o processo se tornou também aceitável para tratamento de água residual e aplicado para tratamento para água potável. (GREGORY *et al.*, 1999)

### 2.3.2 Tipos de Flotação

Flotação pode ser descrita como um processo de separação por densidade no qual bolhas de gás prendem a partícula sólida para que a densidade aparente do aglomerado sólido-bolha seja menor que a da água, assim o aglomerado flota para a superfície. Diferentes métodos de

produção de bolhas de gás dão origem a vários métodos de processos de flotação. Existem flotação eletrolítica, flotação por ar induzido e flotação por ar dissolvido (LUNDGREN, 1976).

### **Flotação Eletrolítica**

A base da flotação eletrolítica ou eletroflotação é a geração de bolhas de hidrogênio e oxigênio na solução aquosa através da passagem de corrente elétrica entre os eletrodos (BARRETT, 1975).

### **Flotação por Ar Induzido**

Consiste em introduzir ar na massa líquida através de dispositivos capazes de produzir pequenas bolhas como, por exemplo, placas porosas, sistemas de injeção em que o ar sofre ação cisalhante de impelidores rotativos na saída dos tubos de aplicação, ou ainda em sistemas em que o ar é disperso em água sendo em seguida, injetado na câmara de flotação, através de bicos especiais (COUTO, 2003).

Os sistemas de flotação por ar induzido produzem bolhas com cerca de 0,4 a 2,0 mm de diâmetro.

### **Flotação por Ar Dissolvido (FAD)**

Na flotação por ar dissolvido, as bolhas de gás são obtidas através da liberação de parcela de gás, previamente dissolvido na massa líquida, devido a um abaixamento da pressão a que está submetido esse líquido.

De acordo com a maneira como é promovida a queda de pressão (e subseqüentemente liberação de gás dissolvido), costuma-se atribuir a flotação por ar dissolvido duas denominações distintas, a saber:

### **Flotação a Vácuo**

O ar é dissolvido na massa líquida à pressão atmosférica que, em seguida, é encaminhada a

uma câmara com pressão negativa, onde o ar é liberado.

### **Flotação por Ar Dissolvido por Pressurização**

Uma corrente líquida é encaminhada a uma câmara de pressurização (submetida a uma pressão maior que a atmosférica), onde é promovida a dissolução do gás no líquido. Ao sair da câmara de pressurização, o líquido é saturado e submetido à pressão atmosférica, ocorrendo, então, a liberação de bolhas do gás. A grande vantagem deste método, em relação à flotação a vácuo, é permitir uma maior diferença de pressão, possibilitando que uma maior quantidade de gás seja liberada da solução.

#### **2.3.3 Flotação por Ar Dissolvido (FAD)**

SOLETTI (2004) *et al.* Concluíram em seus estudos que a flotação com ar dissolvido (FAD) apresentou-se como uma alternativa eficiente para separação de óleos e graxas, podendo ser utilizada em efluentes oleosos sem adição de produtos químicos.

O processo de flotação por ar dissolvido é amplamente usado no tratamento de água e no tratamento de efluentes industriais. (FÉRIS e RUBIO, 1999)

A flotação por ar dissolvido foi reconhecida como um método de separação de partículas no século 20 e desde então tem encontrado muitas aplicações incluindo: clarificação de efluentes, separação de sólidos em plantas de tratamento de água para consumo, remoção/separação de íons, remoção de sólidos orgânicos, óleos dissolvidos e compostos orgânicos. (RUBIO *et al*, 2001)

O processo de flotação por ar dissolvido (FAD), pode ser operado de três formas diferentes:

- Flotação com pressurização total – todo o efluente é pressurizado e, então, liberado no tanque de flotação onde as bolhas são formadas. Geralmente é usado para partículas que não necessitam de floculação, mas requer em grande volume de bolhas de ar;
- Flotação com pressurização parcial – parte do efluente é pressurizado e introduzido

diretamente na coluna flotante. É empregado quando as partículas suspensas são suscetíveis aos efeitos cisalhantes na bomba de pressão e também onde as partículas suspensas têm baixa concentração e assim requerem pouco ar.

- Flotação com reciclo (recirculação pressurizada) – parte do efluente tratado é pressurizado e recirculado para o tanque de flotação. Geralmente empregado onde são necessários coagulação e floculação. Esta é a configuração mais usada para diversas aplicações incluindo remoção de óleo (AL-SHAMRANI *et al*, 2002b).

Para alcançar eficiência de remoção por FAD, as partículas presentes na água devem ser efetivamente coaguladas e floculadas. Posteriormente com a introdução das micro bolhas há formação de agregados bolhas-flocos.

### **2.3.4 Fatores que influenciam na eficiência da FAD**

**Coagulação** – Na zona de contato do tanque de flotação, ocorrem colisões entre as bolhas e partículas. Para alcançar condições favoráveis de contato de bolhas com partículas é necessário um bom pré-tratamento de coagulação. Os químicos utilizados como coagulantes têm dois papéis na flotação: produzir partículas de flocos com reduzida carga superficial e produzir partículas de flocos hidrofóbicas. A seleção depende do custo do coagulante e da qualidade da água.

**Floculação** – Antes das impurezas coaguladas serem removidas com sucesso pela flotação, é necessária a floculação em largos aglomerados. O tempo de floculação, grau de agitação e os meios de fornecer agitação afetam o desempenho da flotação.

**Tempo de floculação** – O tempo de floculação difere com o tipo de efluente a ser tratado, do coagulante usado e da temperatura da água. Um aumento no tempo de floculação produz flocos maiores aumentando a eficiência da flotação.

**Grau de agitação** – Assim como o tempo de floculação, o grau de agitação é também muito importante para a eficiência da floculação, a agitação deve ser lenta para que não haja a

quebra dos flocos.

**Quantidade de ar requerida para a flotação** – A quantidade de ar fornecida para a célula de flotação pode ser variada pela pressão do saturador ou vazão de reciclo, ou ambos.

**Efeito da razão ar-sólidos** – No tratamento de água o objetivo é produzir água de boa qualidade e a densidade do flutuante é de importância secundária. Em geral, a densidade do flutuante, indica a quantidade de flutuante permitido para acumular na superfície do tanque, o mais sério será a deterioração da água tratada durante o processo de remoção do flutuante.

## 2.4 Adsorção

A adsorção envolve o contato de uma fase fluida livre (gasosa ou líquida) com uma fase rígida e permanente, granulada, que tem a propriedade de reter e de guardar seletivamente, uma ou mais de uma, entre as espécies contidas inicialmente no fluido. Os adsorventes são substâncias naturais ou sintéticas, com estruturas microcristalina, cuja superfície interna dos poros é acessível a uma combinação seletiva entre sólido e soluto. Segundo as forças envolvidas, a adsorção pode ser dividida em duas categorias: adsorção física e adsorção química.

As forças que originam a adsorção física podem ser caracterizadas como:

- Forças eletrostáticas entre partículas carregadas e entre dipolos permanentes, quádruplos e múltiplos superiores.
- Forças de indução entre um dipolo permanente e um dipolo induzido;
- Forças de indução entre um dipolo permanente e um dipolo induzido;
- Forças de atração;
- Forças de repulsão de curto alcance

Na adsorção química ocorre a transferência de elétrons entre o sólido e a molécula adsorvida resultando na formação de pelo menos um novo componente químico. Neste caso, as forças envolvidas são forças químicas específicas para a associação e formação do complexo, para a formação de ligações químicas livres, para as quais as pontes de hidrogênio possa ser o melhor exemplo.

A fim de reduzir o alto custo dos processos de separação por adsorção, principalmente devido ao elevado valor de alguns adsorventes, vários métodos alternativos têm sido estudados, entre estes, a bioadsorção (SANTOS *et al*, 2007).

#### **2.4.1 Bioadsorção e biomassa**

A adsorção utilizando biomassa é chamada de bioadsorção. A definição de biomassa ainda não é unificada. Segundo VIANA *et al* (2004) em BRANDÃO (2006), biomassa é o termo utilizado para designar uma série de materiais orgânicos como árvores, plantas, resíduos agrícolas que podem ser queimados diretamente, ou transformado em outros combustíveis.

ALBERTINI *et al*. (2007) estudaram a capacidade de adsorção de biomassas para contaminantes orgânicos e concluíram que bagaço de cana de açúcar é eficiente quando utilizando como adsorvente de metais pesados no tratamento de efluentes.

SOUZA *et al*. (2005) concluíram que devido a sua grande área superficial, por ser um material poroso e formado por fibras, o bagaço de cana de açúcar mostrou-se promissor na separação de contaminantes de efluentes, por adsorção.

### 3 METODOLOGIA

Neste capítulo será apresentado o planejamento de experimentos, o efluente em estudo, as técnicas de separação de efluentes avaliadas, os equipamentos utilizados e as análises.

#### 3.1 Planejamento de experimentos

É fato bem conhecido que o desenvolvimento de um novo produto e/ou processo é, em geral, dependente de um grande número de variáveis. Assim, é necessário quantificar o efeito das variáveis do processo através das técnicas do planejamento experimental (RODRIGUES *et al.*, 2005).

O planejamento de experimento possui como principais vantagens (BONDUELLE, 2000):

- Diminuição do número de ensaios;
- Estudo de um número considerável de fatores;
- Detecção das interações entre os fatores;
- Detecção dos níveis ótimos;
- Melhoria da precisão dos resultados;
- Otimização dos resultados.

Os planejamentos de experimento buscam confirmar quais são as poucas entradas do processo (X's) que causam impacto na sua saída (Y). Esses planejamentos são conduzidos de forma planejada, em que as entradas (ou fatores ou variáveis controladas) são alteradas de modo planejado para avaliar seu impacto sobre uma saída (ou resposta). É importante saber:

- Fatores: são as variáveis independentes ou entradas do processo (X's) que podem ser modificadas (controladas) nos experimentos, e cujo efeito se quer testar.
- Níveis: é cada um dos possíveis valores que um fator pode assumir no experimento.

- Resposta: é a variável dependente do experimento ou saída do processo (Y), que será empregada para avaliar a influência dos fatores.

### **3.1.1 Objetivos do planejamento de experimento**

- Determinar que fatores (X's) possuem maior influência sobre a resposta (Y): embora toda resposta de um processo possa ter diversas entradas que possam afetá-la, segundo o princípio de Pareto, de fato, apenas alguns poucos X's terão influência de interesse prático.
- Determinar como ajustar os fatores (X's), de modo que a resposta (Y) tenha o valor desejado: existem três situações, em termos de desempenho de um processo, para sua resposta, ou seja, quanto maior melhor, quanto menor melhor ou, então, no centro (nominal) da especificação é melhor.
- Determinar como ajustar os fatores (X's), de modo que a variação da resposta (Y) seja a menor possível: muitas vezes, o que se deseja é que a variação na saída seja a menor possível, de modo a aumentar a capacidade do processo.
- Determinar como ajustar os fatores (X's), de modo que os efeitos das variáveis não controladas (Z's) sobre a resposta (Y) sejam mínimos: todo processo está sujeito a diversas influências sobre as quais ou não se tem controle ou o controle não se justifica economicamente.

### **3.1.2 Etapas na experimentação**

Para executar um planejamento de experimentos é necessário seguir algumas etapas básicas, para evitar incorrer em erros que podem invalidar os resultados. São elas: reconhecimento e definição do problema, escolha de fatores e níveis, seleção da variável resposta, escolha do tipo de experimento, execução do experimento, análise de dados e conclusões e

recomendações.

As etapas de experimentação foram aplicadas à separação óleo-água utilizando o filtro adsorvente da seguinte forma:

1. Reconhecimento e definição do problema: investigação de condições operacionais onde há melhor remoção de óleo no efluente estudado.
2. Escolha dos fatores e níveis: a vazão do efluente e o tipo de recheio, trabalhados em três níveis para a vazão e em dois níveis para o tipo de recheio.
3. Variável resposta: obtido através da análise de TOG (teor de óleos e graxas).
4. Tipo de experimento: utilização do bagaço de cana e do bagacilho de cana de açúcar como níveis do fator recheio (meio adsorvente) e 40, 80, 120 L/h como níveis do fator vazão.
5. Execução do experimento: conforme o planejamento de experimento observando a possível ocorrência de fatos não previstos no planejamento.
6. Análise de dados: identificação dos fatores influentes na resposta estudada. Os dados foram analisados no software MINITAB<sup>®</sup> e apresentados no Capítulo 4.

### **3.1.3 Experimentos fatoriais completos**

Os experimentos fatoriais completos desempenham importante papel na busca de melhorias no processo, uma vez que identificam quais são os fatores cujo efeito tem maior impacto na variável resposta. Neste tipo de experimento, todas as possíveis combinações entre níveis de fatores são realizadas, permitindo descobrir qual delas gera o melhor resultado final.

Os experimentos fatoriais completos são chamados genericamente de planejamento do tipo  $L^k$ , onde  $k$  representa a quantidade total de fatores em avaliação e  $L$  é o número de níveis testados para cada fator, supostos iguais. Neste caso a quantidade de níveis de cada fator tem a diferença de uma unidade (vazão com três níveis e meio adsorvente com dois níveis) o planejamento torna-se  $L^k - L^{(k-1)}$ .

Para o trabalho foi utilizado o planejamento de experimento com vários fatores ao mesmo tempo (planejado), que é a situação ideal, porque pode-se calcular o efeito de cada fator na resposta, determinar a eventual existência de interações entre fatores, além de se empregarem os dados da melhor forma possível nas análises estatísticas. Depois de concluída a etapa na experimentação, é construída a tabela de contrastes, que consiste na combinação de todas as possibilidades entre níveis e fatores. A Tabela 3 apresenta a tabela de contrastes para o planejamento de experimentos.

**Tabela 3. Tabela de contrastes para planejamento de experimento em três níveis**

<b>Ordem Padrão</b>	<b>Ordem Randômica</b>	<b>Vazão L/h</b>	<b>Tipo de recheio</b>
8	1	40	Bagacilho
3	2	80	Bagaço
12	3	120	Bagacilho
5	4	120	Bagaço
1	5	40	Bagaço
6	6	120	Bagacilho
11	7	120	Bagaço
9	8	80	Bagaço
2	9	40	Bagacilho
10	10	80	Bagacilho
7	11	40	Bagaço
4	12	80	Bagacilho

### **3.2 Efluente**

O efluente utilizado nos experimentos foi cedido pela Petrobrás e consiste de uma emulsão óleo-água que é proveniente da unidade de processamento de gás natural – UPGN – sendo quase a totalidade proveniente da água associada existente nos poços no processo de extração do gás e óleo. O trabalho com o efluente real apresenta dificuldades de logística, visto que o efluente depois do tratamento não pode ser descartado, tendo que ser devolvido à unidade da Petrobrás; além de dificuldades de aquisição do material, por se tratar de grandes quantidades

de efluente para cada experimento (300L). A figura 1 apresenta a composição química das águas produzidas no campo de Pilar.

Constituintes (mg/L)	Manifold	Saída Separadores de Produção	Saída Tratadores Termoquímicos
Sódio (Na <sup>+</sup> )	39285	59125	48170
Potássio (K <sup>+</sup> )	1285	2212	2084
Cálcio (Ca <sup>2+</sup> )	10215	18288	12993
Magnésio (Mg <sup>2+</sup> )	1351	1849	1375
Bário (Ba <sup>2+</sup> )	51	102	65
Estrôncio (Sr <sup>2+</sup> )	328	684	448
Ferro (Fe <sub>total</sub> )	38	58	48
Cloreto (Cl <sup>-</sup> )	78800	135000	108000
Sulfato (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	62	60	58
Brometo (Br <sup>-</sup> )	616	1216	866
Bicarbonato (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	199	151	141
Salinidade (NaCl)	130026	222760	174908
pH	6,1	5,6	5,8

Figura 1. Composição química das águas produzidas no campo de Pilar

### 3.3 Estudo dos coagulantes

Os coagulantes estudados foram o sulfato férrico, sulfato de alumínio e o policloreto de alumínio.

Foi realizado teste de bancada através de titulação, para determinação do coagulante utilizado nos testes de flotação.

Foram preparadas cinco soluções de coagulantes: Policloreto de alumínio (PCA) a 1% e 10%; sulfato de alumínio a 25 g/L e 50 g/L; e sulfato férrico a 10%.

Em béqueres de 1000 mL separaram-se seis alíquotas do efluente em volumes iguais (500 mL), sendo uma para cada solução de coagulante e a última para o branco (amostra do

efluente sem adição de nenhum produto químico).

Os coagulantes foram adicionados lentamente, com agitação mecânica, de forma a identificar a quantidade mínima de coagulantes para início da formação de flocos. Coletou-se uma amostra do sobrenadante e fez-se análise de teor de óleos e graxas.

### **3.4 Descrição da unidade piloto**

#### **3.4.1 Unidade de flotação**

A figura 2 apresenta a foto da unidade piloto de separação, operando em configuração contracorrente (alimentação do efluente pelo topo e injeção de ar na base), constituída dos seguintes equipamentos: tanque de alimentação de 310 litros, bomba centrífuga de 1/2 CV para alimentação do efluente, duas bombas centrífugas de  $\frac{3}{4}$  e 1 CV trabalhando em série para alimentação da célula de flotação, bomba peristáltica para alimentação da coluna, turbo-compressor para injeção de ar no equipamento, rotâmetro para medição de vazão na linha de alimentação de ar, célula de flotação (vaso pressurizado para geração das micro-bolhas), manômetro para gases instalado na célula de flotação, válvulas globo e uma válvula redutora de pressão e a coluna propriamente dita.

Esta unidade foi projetada e montada no Laboratório de Sistema de Separação e Otimização de Processos – LASSOP - da Unidade Acadêmica Centro de Tecnologia – CTEC – da Universidade Federal de Alagoas - UFAL.

Após a montagem foi realizado o comissionamento da unidade, sendo analisadas diversas condições de operação, tais como vazão de alimentação e refluxo e pressurização para a formação de bolhas.



Figura 2. Unidade de separação por flotação com ar dissolvido

Para a operação com configuração contracorrente, figura 3, o efluente foi alimentado no topo da coluna flotante, enquanto que as microbolhas eram geradas pela recirculação do efluente de base da coluna no vaso de pressão, a retirada do óleo é feita no topo da coluna, por elevação do nível do líquido.

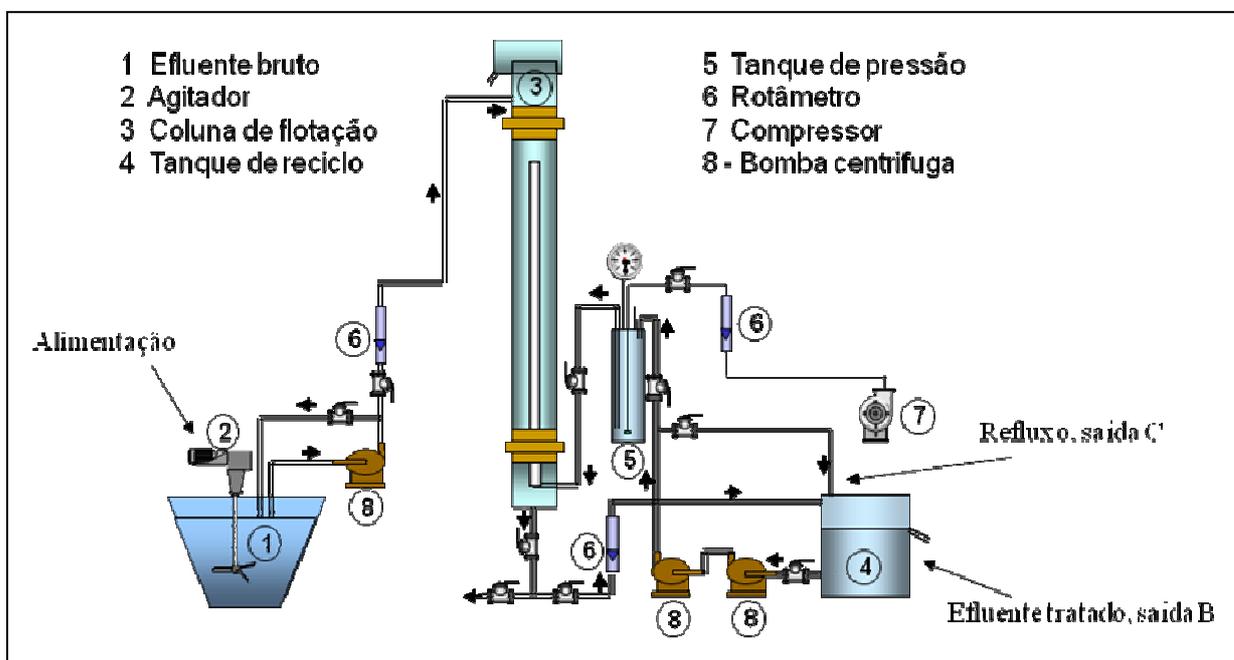


Figura 3. Sistema de flotação por ar dissolvido com configuração em contracorrente.

Para operação da flotação com adição de agente coagulante fez-se necessária a colocação de

uma bomba peristáltica na linha de alimentação, como pode ser visto na figura 4.

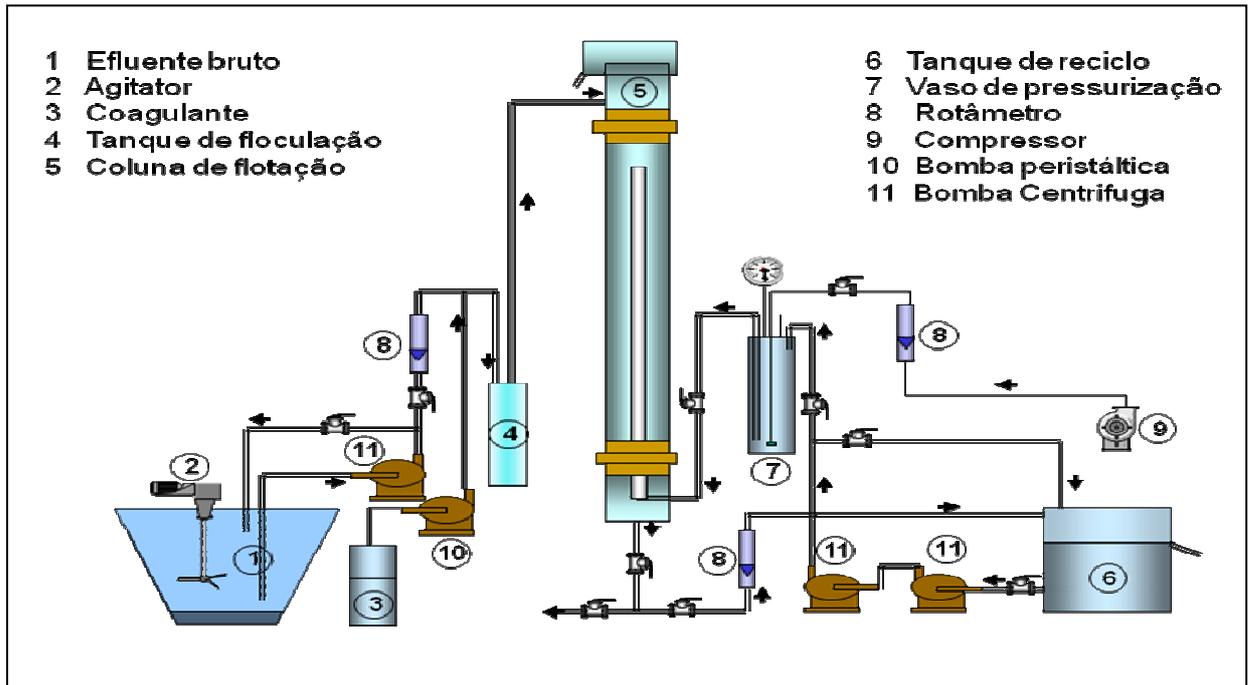


Figura 4. Sistema de flotação por ar dissolvido com adição de coagulante, configuração em contracorrente

## Experimentos

- **Corrida experimental com o efluente real no flotador por ar dissolvido**

Inicialmente o efluente proveniente da Petrobrás é acondicionado em um tanque de 310L de onde é bombeado para a coluna de flotação, sendo parte recirculado no tanque, de forma a promover a agitação da emulsão. Pressuriza-se, então, o vaso de pressão até que ele chegue a uma pressão média de  $5 \text{ kgf/cm}^2$ , pressão ideal para a geração de bolhas. O óleo contido no efluente é removido quando as bolhas aderem ao óleo, levando-o para a superfície. A cada quinze minutos de experimento é realizada uma coleta e a eficácia da remoção de óleo é verificada pelo percentual de óleo retido na coluna, determinado através da análise do teor de óleos e graxas (TOG) na alimentação (efluente bruto) e nas retiradas (visto na figura 3 - saída para refluxo – saída C; e saída para descarte – saída B) do tanque (efluente tratado).

### 3.4.2 Unidade de filtração/adsorção

A unidade de filtração/adsorção foi montada no Laboratório de Sistema de Separação e Otimização de Processos – LASSOP – da Unidade Acadêmica do Centro de Tecnologia da Universidade Federal de Alagoas - UFAL.

Foram utilizados dois meios adsorventes (recheio): bagaço de cana-de-açúcar e bagacilho de cana de açúcar fornecidos pela indústrias sucroalcooleiras locais.

A unidade de filtração/adsorção é composta de um tanque de alimentação de 310L, uma bomba centrífuga de 1/3 CV para alimentação do filtro e um rotâmetro com vazão máxima de 300 L/h, figura 5, para medir a vazão da linha de alimentação.

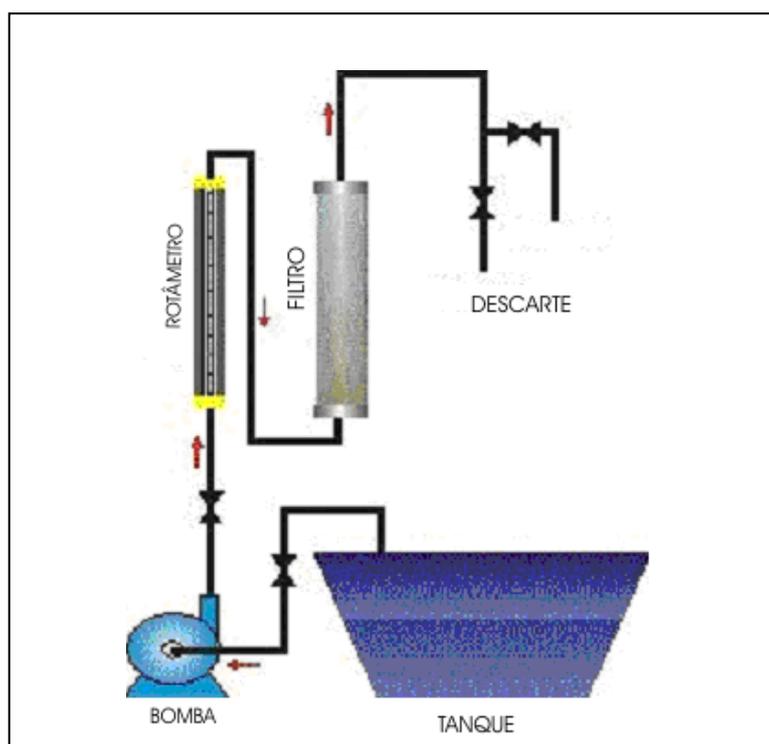


Figura 5. Unidade de filtração/adsorção com alimentação pela base.

Inicialmente, foi realizado o teste hidrostático e a seguir foi realizado o ajuste da unidade, sendo analisadas as condições de operação, tais como vazão e nível de compactação do

recheio, dentre outras.

Diversas configurações do filtro adsorvente foram testadas no laboratório. Os primeiros testes foram realizados no filtro adsorvente desenvolvido com rosca apenas na base, dificultando a colocação e retirada do recheio. Assim como a rosca, a alimentação do filtro era localizada na base, demandando altas vazões de operação para atravessar o leito, aumentando a pressão do sistema, causando a ruptura do filtro. Observou-se também a compactação do recheio, impedindo a análise por altura do recheio, fazendo-se necessário a colocação de placas porosas para separá-los. As pequenas partículas do recheio causavam obstrução dos pontos de coleta, dificultando-as, testou-se o uso de pequenas pedras (britas) como observado na figura 6, para minimizar o problema.

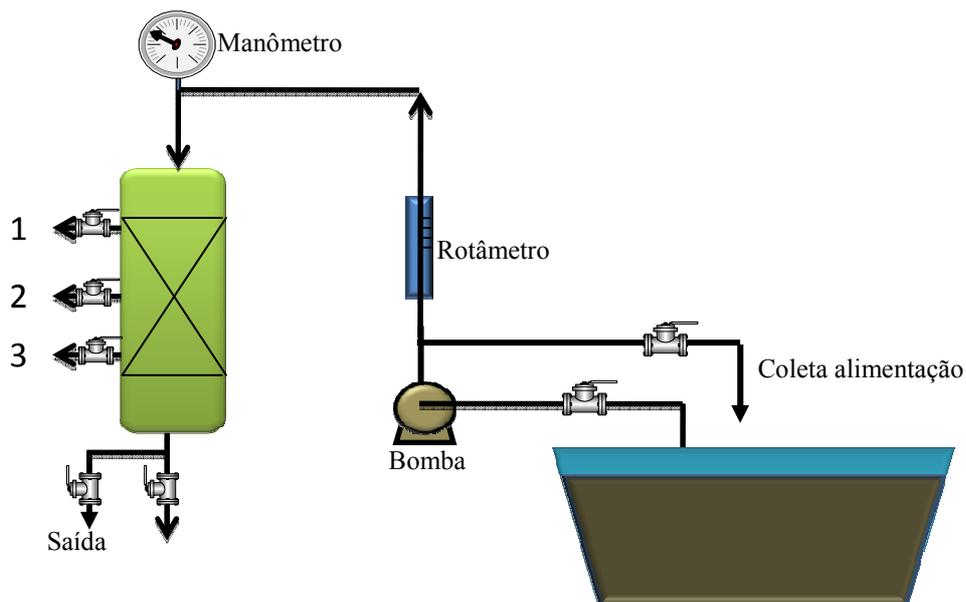


**Figura 6. Filtro adsorvente operando com o uso de pedras**

Mesmo com o uso das pedras o problema persistiu, pois o recheio se deslocava. Após diversas tentativas decidiu-se desenvolver um novo filtro adsorvente.

O novo filtro adsorvente foi confeccionado em acrílico no próprio laboratório, de forma a permitir a observação da saturação do recheio durante a operação, tendo sido confeccionado com roscas tanto na sua base quanto no seu topo, o que possibilita a remoção do recheio com mais facilidade. Foram colocadas três saídas laterais equidistantes para coleta de amostra, em acrílico e de maior diâmetro que anteriormente, para evitar obstrução, de forma a obter o perfil de retenção ao longo do leito filtrante.

Para operação da unidade, a emulsão óleo-água, proveniente da Petrobrás, foi bombeada do tanque ao filtro adsorvente, ficando o óleo retido no meio adsorvente (recheio). A eficácia da remoção de óleo foi verificada pelo percentual de óleo retido no recheio, determinado através da análise do teor de óleos e graxas – TOG – na alimentação (efluente bruto), na saída do filtro adsorvente (efluente tratado), e nos pontos intermediários de coleta de amostra, para avaliar a retenção por altura de recheio.



**Figura 7. Unidade de filtração/adsorção com alimentação pela topo.**

### **3.5 Análise do teor de óleos e graxas (TOG)**

As análises do teor de óleos e graxas foram realizadas com auxílio do analisador de

TOG/TPH da Pensalab, modelo HATR. O modelo utilizado TOG/THP da Pensalab, modelo HATR (figura 8) atende os métodos específicos exigidos pela Entidade Norte Americana (EPA) e faz uso do fato que hidrocarbonetos, tais como óleo e graxa, podem ser extraídos da água ou solo, através do uso de um procedimento de extração com solvente apropriado, sendo neste caso, o hexano. Os hidrocarbonetos extraídos absorvem energia infravermelha a um comprimento de onda específico e a quantidade de energia absorvida é proporcional à concentração de óleo/graxa no solvente. Isto pode ser diretamente calibrado ou convertido para uma quantidade de óleo na amostra original.



**Figura 8. Analisador de TOG**

Para análise do TOG adiciona-se 10 mL de hexano a uma amostra aquosa de 50 mL contendo óleo disperso. A amostra é acidificada com ácido sulfúrico e agitada e deixada em repouso até que se formem duas fases visualmente distintas (figura 9). A fase mais densa é composta basicamente de água e a fase mais leve, de hexano e óleo. Retira-se uma alíquota de 50  $\mu$ L da fase leve, hexano e óleo, e efetua-se a medição no TOG. Repete-se a leitura para cada amostra, sendo o resultado expresso em absorbância e, então, multiplicado pela constante e convertido para mg/ L.

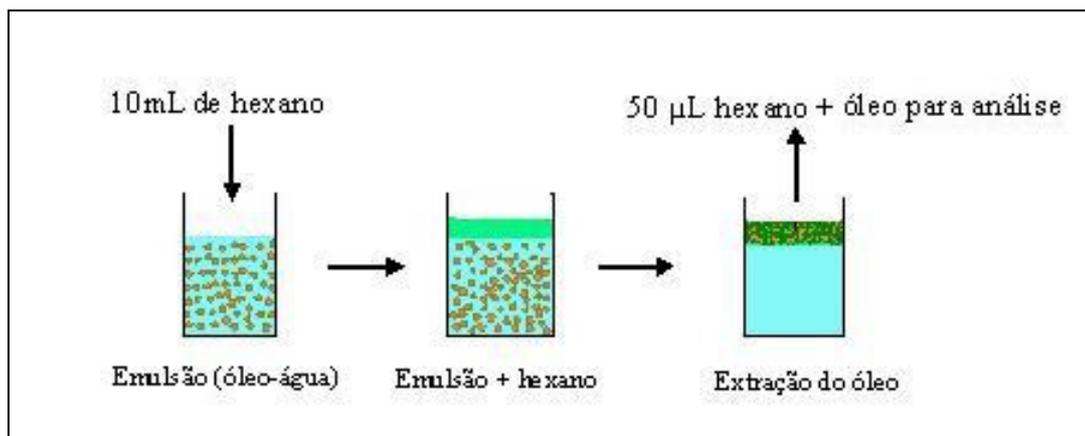


Figura 9. Processo de extração do óleo

## **4 RESULTADOS**

Neste capítulo serão apresentados os resultados dos estudos com coagulantes, com a unidade piloto de flotação por ar dissolvido e com a unidade de filtração/adsorção.

### **4.1 Estudo dos coagulantes**

Numa primeira etapa foram estudados dois agentes coagulantes (sulfato de alumínio e policloreto de alumínio) observando-se: o volume de coagulante necessário para floculação; a formação e consistência dos flocos; o tempo necessário para a sedimentação dos flocos e conseqüentemente a clarificação da água; o teor de óleos e graxas (TOG); e a demanda química de oxigênio (DQO), para identificação do melhor coagulante e condições de floculação para o efluente estudado.

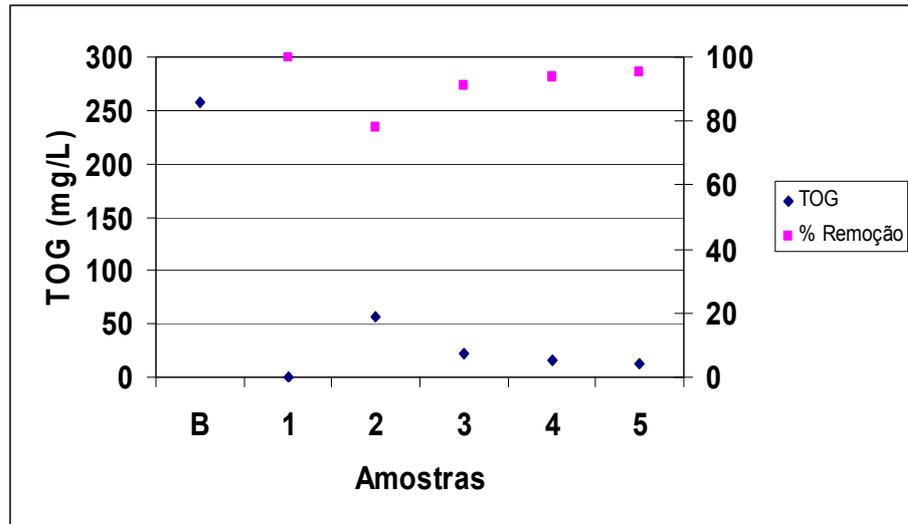
Por ser considerado um bom agente de coagulação, o sulfato férrico também foi avaliado nos testes de bancada na concentração de 10%. Nos testes com PCA e sulfato de alumínio não houve redução de DQO após formação dos flocos e clarificação da suspensão. Por este motivo, para o sulfato férrico, só foram observados o tempo total de sedimentação e o teor de óleos e graxas.

Os tipos e volumes gastos dos coagulantes, o tempo total de sedimentação, o teor de óleos e graxas (TOG) e a demanda química de oxigênio (DQO) estão representados na Tabela 5.

**Tabela 4. Resultados obtidos no teste de coagulação**

<b>Amostra</b>	<b>Tipo de coagulante</b>	<b>Concentração</b>	<b>Volume coagulante (mL)</b>	<b>Tempo de sedimentação (min)</b>	<b>TOG (mg/L)</b>	<b>DQO (mg/L)</b>
Branco					257	1061
1	PCA 10%	10%	2,2	8	0	1058
2	PCA 1%	1%	3,8	10	57	1005
3	Sulfato de alumínio	50 g/L	1,6	13	22	1038
4	Sulfato de alumínio	25g/L	2,6	10	16	976
5	Sulfato fêrrico	10%	1,3	9	13	-

A figura 10 apresenta os resultados de TOG das amostras coletadas com cada tipo de coagulante.



**Figura 10. Resultados TOG**

Onde: 1 - PCA 10%, 2 - PCA 1%, 3 - sulfato de alumínio 50 g/L , 4 - sulfato de alumínio 25 g/L e 5 - sulfato férrico a 10%

O coagulante mais eficiente foi o policloreto de alumínio PCA a 10% com tempo de sedimentação de 8 minutos e teor de óleos e graxas abaixo de 10 mg/L, visto que esta faixa de TOG resulta na sensibilidade do equipamento. Com o PCA a 1% a redução do TOG foi em torno de 77%, devido ao fato que com o coagulante mais diluído (maior volume) há uma maior facilidade de interação com os colóides, facilitando a neutralização das cargas. Os ensaios realizados com o sulfato de alumínio e sulfato férrico também obtiveram ótimos resultados, apresentando percentual de remoção acima de 90% com o tempo necessário para clarificação da suspensão de 13 e 9 minutos respectivamente.

Os resultados da DQO estão representados graficamente na figura 11.

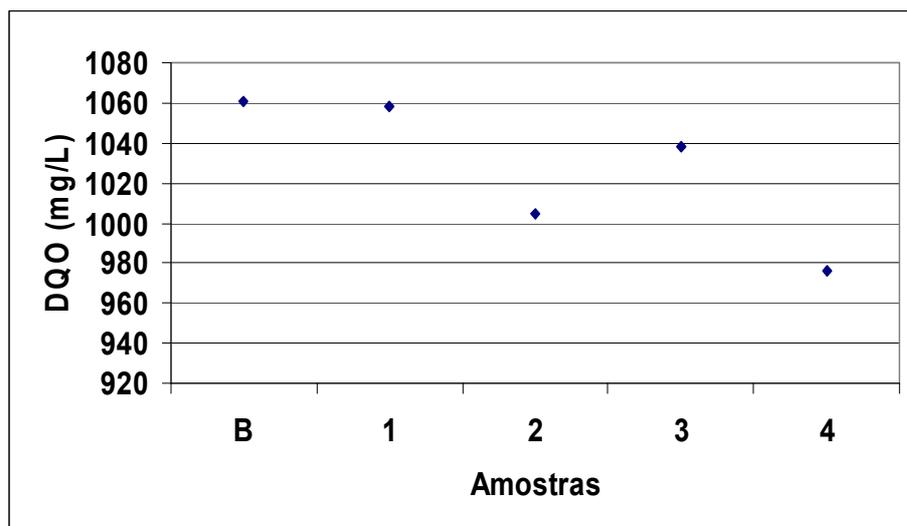


Figura 11. Resultados DQO

A DQO do efluente praticamente não se altera após a coagulação. Em todos os casos houve uma redução menor que 10% na DQO.

#### 4.2 Flotação por ar dissolvido

Em outra etapa, foram realizados experimentos na coluna de flotação por ar dissolvido a fim de verificar a eficiência da separação óleo-água, como também, avaliar a influência da coagulação na separação óleo-água. A vazão de alimentação utilizada foi de 60L/h com vazão de refluxo igual 120L/h (vazão de recirculação de efluente na base da coluna). Estas vazões foram escolhidas baseadas em experimentos preliminares no LASSOP. Os resultados da flotação são apresentados na Tabela 6.

Tabela 5. Resultados flotação

Tempo (min)	Flotação sem uso de agente coagulante			% Remoção	Flotação com uso de agente coagulante			% Remoção
	TOG (mg/L)				TOG (mg/L)			
	A	B	C		A	B	C	
0	404				251			
15	438	366	369	16	333	94	151	72
30	439	373	383	16	351	273	258	22
45	449	307	428	32	336	135	194	60

Onde: % Remoção =  $[(A-B)/A]*100$

Os gráficos dos experimentos apresentam linhas ligando seus pontos para facilitar a visualização.

O primeiro experimento foi realizado a flotação sem a adição de agentes coagulantes. Obtendo-se os resultados apresentados na figura 12.

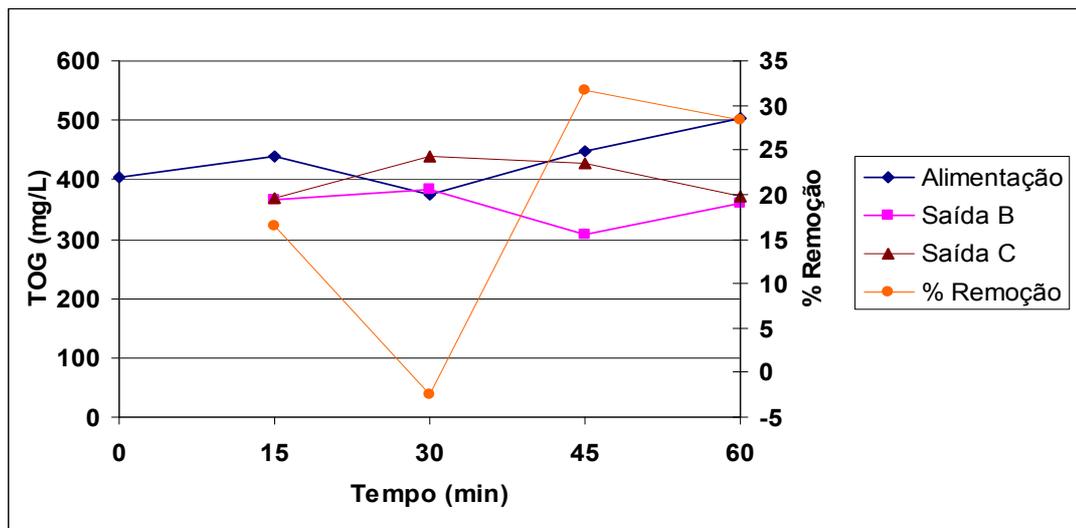
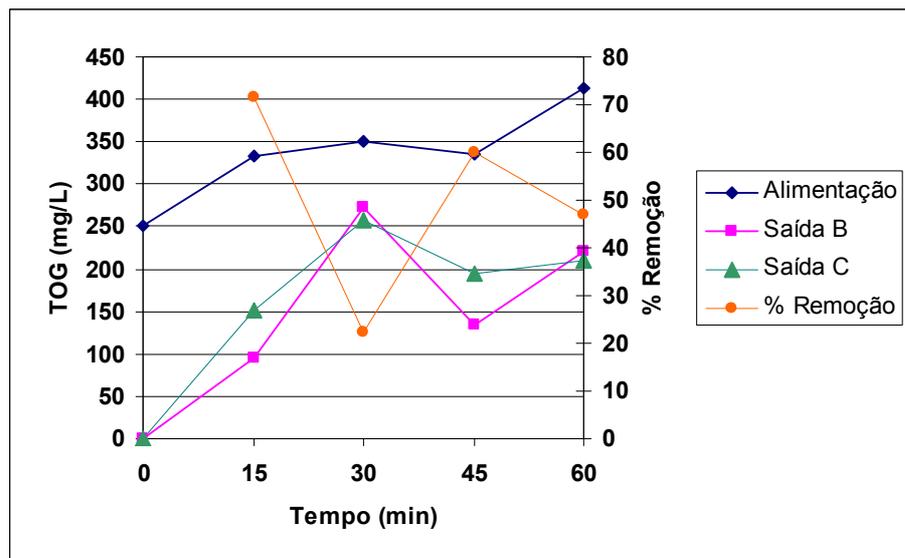


Figura 12. Flotação sem adição de agente coagulante

A eficiência máxima obtida no experimento foi em torno de 32%. No tempo de 30 minutos houve um aumento do TOG nas saídas da unidade, provavelmente devido a contaminação da amostra.

No segundo experimento, o efluente foi misturado, em linha com o sulfato de alumínio 25 g/L. O coagulante foi adicionado ao efluente a uma vazão de 5,3 mL/min. Os resultados foram obtidos conforme a figura 13.



**Figura 13. Flotação com adição de agente coagulante**

A eficiência máxima obtida foi de 72% no tempo de 15 minutos.

Através da comparação dos dois experimentos observou-se que a maior eficiência foi obtida na flotação com aplicação de coagulantes, porém, vale ressaltar que os resultados obtidos sem a adição de produtos químicos são promissores no tratamento de efluentes oriundos da indústria de petróleo.

### 4.3 Filtração/adsorção

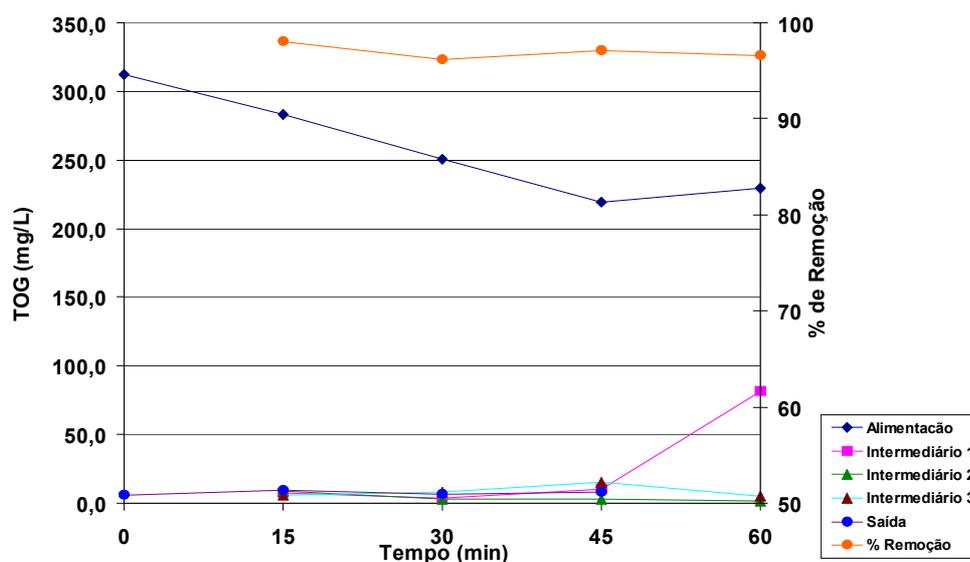
Os resultados da filtração/adsorção são apresentados em duas etapas: em gráficos individuais e nas interações feitas no software. A tabela 7 apresenta os resultados dos experimentos feitos com bagaço de cana nas vazões de 40, 80 e 120 L/h.

**Tabela 6. Resultado dos experimentos filtração/adsorção com bagaço de cana**

	Bagaço 40 L/h		Bagaço 80 L/h		Bagaço 120 L/h	
	TOG	% remoção	TOG	% remoção	TOG	% remoção
A0	312,3	-	131,6	-	365,5	-
A1	283,0	-	122,1	-	364,7	-
A2	250,5	-	180,0	-	343,3	-
A3	219,6	-	224,3	-	344,1	-
A4	229,1	-	168,9	-	325,0	-
B1	7,1	97,5%	40,5	66,8%	285,4	21,7%
B2	4,0	98,4%	76,1	57,7%	249,7	27,3%
B3	10,3	95,3%	167,3	25,4%	275,9	19,8%
B4	81,7	64,4%	618,3	-	283,0	12,9%
C1	8,7	96,9%	6,0	95,1%	28,5	92,2%
C2	3,2	98,7%	9,5	94,7%	28,5	91,7%
C3	3,2	98,6%	8,7	96,1%	86,4	74,9%
C4	1,6	99,3%	13,5	92,0%	60,2	81,5%
D1	5,5	98,0%	5,5	95,5%	26,2	92,8%
D2	7,9	96,8%	12,7	93,0%	27,7	91,9%
D3	15,1	93,1%	12,7	94,3%	27,0	92,2%
D4	4,8	97,9%	43,6	74,2%	30,1	90,7%
E1	5,5	98,0%	10,3	91,6%	27,0	92,6%
E2	9,5	96,2%	9,5	94,7%	27,7	91,9%
E3	6,3	97,1%	10,3	95,4%	27,0	92,2%
E4	7,9	96,5%	15,9	90,6%	24,6	92,4%

Onde: A – alimentação, B – ponto intermediário 1, C – ponto intermediário 2, D – ponto intermediário 3, E – saída, 0 – início, 1 – 15 minutos, 2 – 30 minutos, 3 – 45 minutos, 4 – 60 minutos.

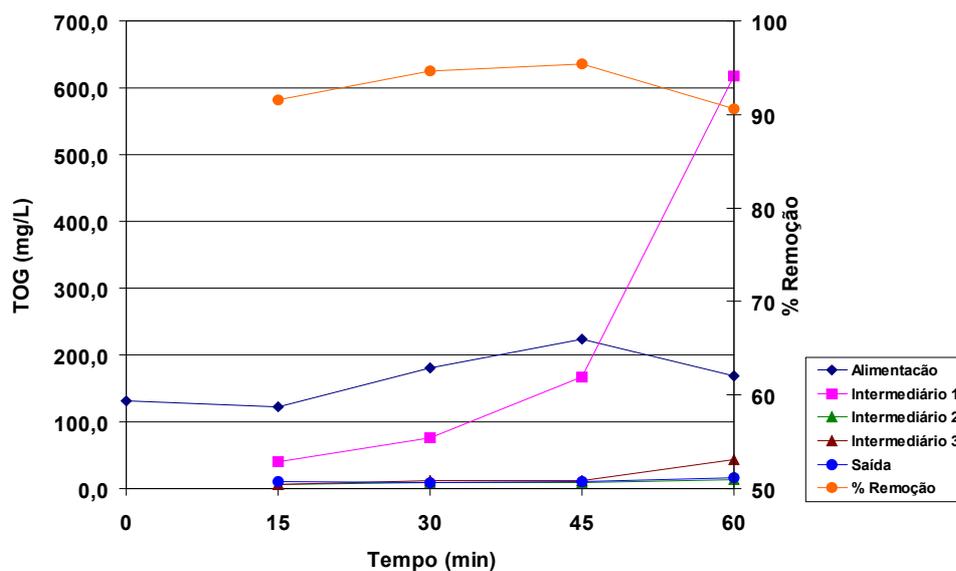
Na figura 14 observamos a adsorção com bagaço de cana operando a vazão de 40L/h.



**Figura 14. Adsorção com bagaço de cana 40L/h**

Após 45 minutos foi observado a presença de óleo no ponto intermediário 1, que é o segundo ponto de coleta de amostras, diminuindo o percentual de remoção de 95% para 65% (observar tabela 7), nos pontos intermediários 2 e 3 e na saída, os percentuais de remoção em todos os tempos de coleta ficaram acima de 95%, e o TOG sempre abaixo da faixa de leitura do equipamento, que é de 10 mg/L, satisfazendo assim, a resolução do CONAMA. Portanto a operação em baixas vazões apresenta resultados satisfatórios na filtração, isto se deve ao maior tempo de residência do efluente no filtro, favorecendo a sua adsorção.

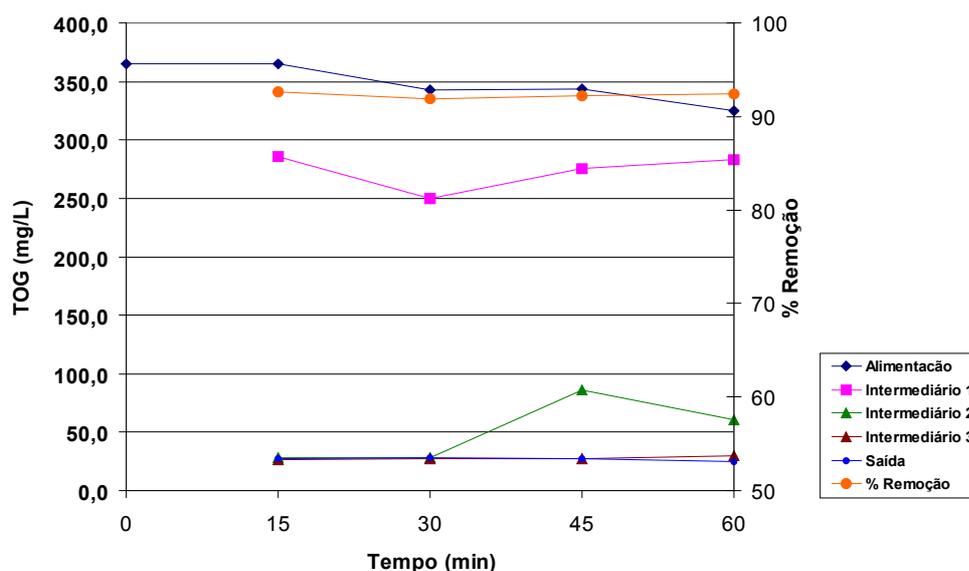
Os resultados da filtração/adsorção com o aumento da vazão, agora com bagaço operando a 80 L/h são apresentados na figura 15.



**Figura 15. Adsorção com bagaço de cana 80L/h**

Ocorreu a formação de caminhos preferenciais, havendo no ponto intermediário 1 o aumento do TOG a partir da 2ª coleta. Nos pontos intermediários 2 e 3, e na saída, o percentual de remoção ficou acima de 90%.

Os resultados da operação do filtro adsorvente a 120 L/h são apresentados na figura 16.



**Figura 16. Adsorção com bagaço de cana 120L/h**

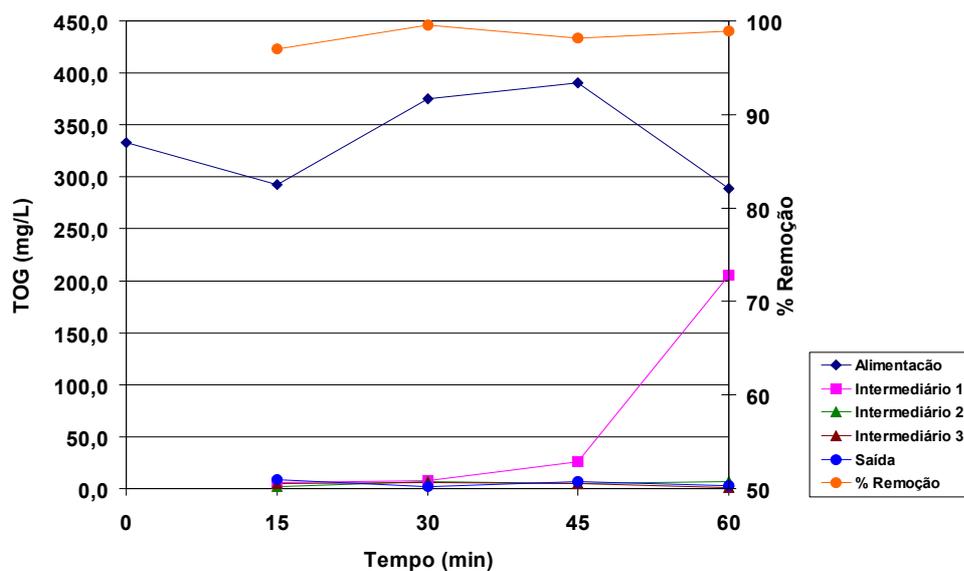
Operando com altas vazões, 120 L/h (Figura 16), há formação de caminhos preferenciais no ponto intermediário 1 do filtro, ocasionando a saída do efluente com o mesmo TOG da alimentação logo no início do experimento. No ponto intermediário 2, a partir da de 45 minutos foi observado um aumento do TOG, devido a formação de caminhos preferenciais e consequente arraste de óleo neste ponto. No ponto intermediário 3 e na saída obteve-se um percentual de remoção em torno de 90%.

A tabela 8 apresenta os resultados dos experimentos com bagacilho de cana com as vazões de 40, 80 e 120 L/h.

**Tabela 7. Resultados experimentos filtração/adsorção com bagacilho de cana**

	Bagacilho 40 L/h		Bagacilho 80 L/h		Bagacilho 120 L/h	
	TOG	% remoção	TOG	% remoção	TOG	% remoção
A0	333,0		251,3		723,0	
A1	292,5		267,9		757,1	
A2	375,0		437,6		772,1	
A3	390,0		294,1		694,4	
A4	288,6		390,0		674,6	
B1	5,5	98,1%	48,4	82,0%	642,1	15,2%
B2	7,9	97,9%	612,0	-	715,9	7,3%
B3	26,2	93,3%	489,1	-	694,4	0,0%
B4	205,3	28,8%	395,6	-	684,1	-
C1	1,6	99,5%	15,1	94,4%	34,1	95,5%
C2	7,1	98,1%	20,6	95,3%	282,2	63,4%
C3	4,8	98,8%	7,9	97,3%	826,0	-
C4	7,1	97,5%	463,8	-	930,7	-
D1	4,8	98,4%	16,6	93,8%	44,4	94,1%
D2	5,5	98,5%	6,3	98,6%	70,6	90,9%
D3	4,8	98,8%	7,1	97,6%	224,3	67,7%
D4	0,8	99,7%	9,5	97,6%	562,1	16,7%
E1	8,7	97,0%	17,4	93,5%	36,5	95,2%
E2	1,6	99,6%	4,8	98,9%	39,6	94,9%
E3	7,1	98,2%	0,8	99,7%	38,8	94,4%
E4	3,2	98,9%	7,1	98,2%	28,5	95,8%

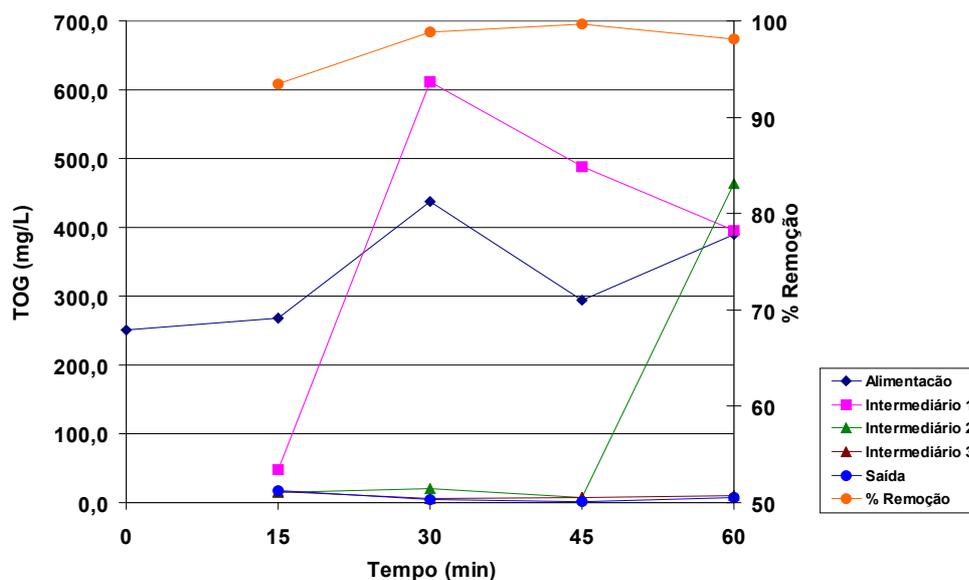
A operação com bagacilho de cana de açúcar a uma vazão de alimentação de 40L/h é apresentado na Figura 17.



**Figura 17. Adsorção com bagacilho de cana 40L/h**

Neste caso foi observado que houve a alteração de TOG durante a primeira hora de experimento no ponto intermediário 1, sendo que em todas as coletas obteve-se o percentual de remoção de TOG superior a 93%. Os pontos intermediários 2, 3 e a saída apresentaram percentual de remoção superior a 95%, chegando a atingir 99% da remoção de óleos e graxas.

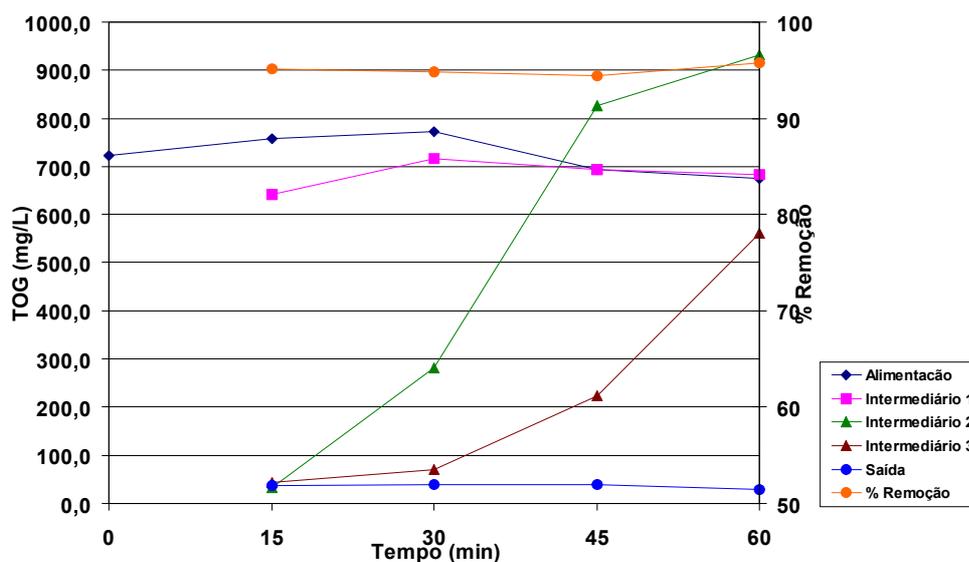
A operação do filtro adsorvente operando a 80 L/h é apresentada na Figura 18.



**Figura 18. Adsorção com bagacilho de cana 80L/h**

Para vazão de 80 L/h houve a formação de caminhos preferenciais e o arraste de óleo no ponto intermediário 1 (como visto anteriormente na tabela 8), observado com 15 minutos de operação, aumentando assim o valor do TOG. O ponto intermediário 2 obteve uma remoção acima de 94% até 45 minutos de operação e apresentou uma elevação de TOG com 1 hora de operação. Até 1 hora de operação o efluente tratado apresentou percentual de remoção do TOG acima de 97%.

Assim como no experimento com bagaço de cana, também foram encontradas dificuldades para trabalhar com bagacilho a 120 L/h (figura 19).



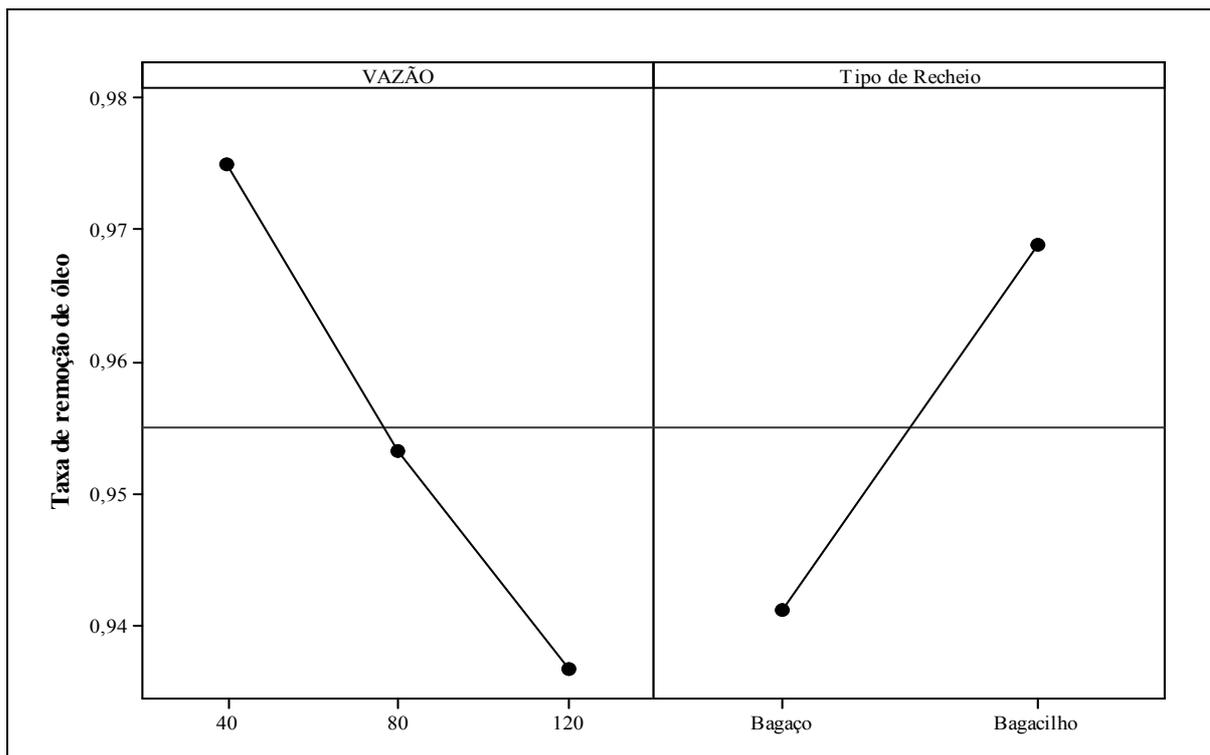
**Figura 19. Adsorção com bagacilho de cana 120L/h**

Houve elevação do TOG devido a formação de caminhos preferenciais em 15 minutos de operação, e nos pontos intermediários 2 e 3 com 30 e 45 minutos de operação respectivamente, confirmados pela análise de TOG. O percentual de remoção de óleo na saída do filtro ficou acima de 90% até 1 hora de operação.

### **Avaliação das interações entre os fatores**

Foi utilizado o software comercial MINITAB<sup>®</sup> para avaliar a interferência dos fatores, vazão e tipo de recheio, de forma a identificar quais fatores associados apresentam interferência no processo, levando-se em consideração a taxa de remoção de óleos e graxas.

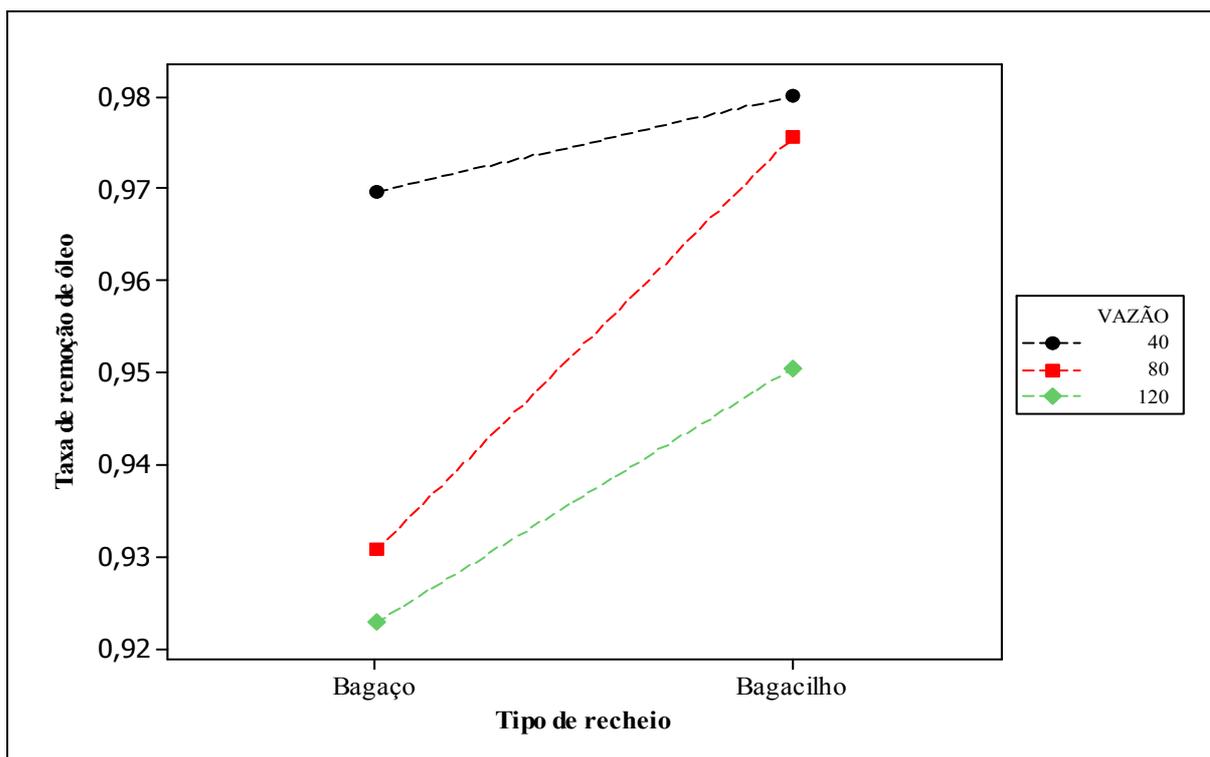
As figuras 20 e 21 apresentam a influência dos efeitos principais no planejamento com três níveis para o fator vazão e dois níveis para o fator tipo de recheio. Os níveis escolhidos foram as vazões de 40, 80 e 120L/h, e os recheios bagaço e bagacilho de cana de açúcar.



**Figura 20. Efeitos principais para planejamento com três níveis**

Avaliando os fatores, separadamente, observou-se que a maior eficiência de remoção entre 97 e 98% ocorreu para a vazão de 40L/h. Utilizando o bagacilho de cana de açúcar como recheio o percentual de remoção do óleo na saída do filtro atinge cerca de 97%.

A Figura 21 apresenta a interação entre os fatores vazão e tipo de recheio. Pode se observar que dentro dos limites do experimento, não houve cruzamento das linhas das interações indicando que não há interação entre os fatores. Foi observada a condição onde houve a melhor eficiência de remoção de óleo, utilizando o bagacilho de cana com a vazão de 40 L/h cerca de 98%.



**Figura 21. Interação dos fatores para planejamento com três níveis**

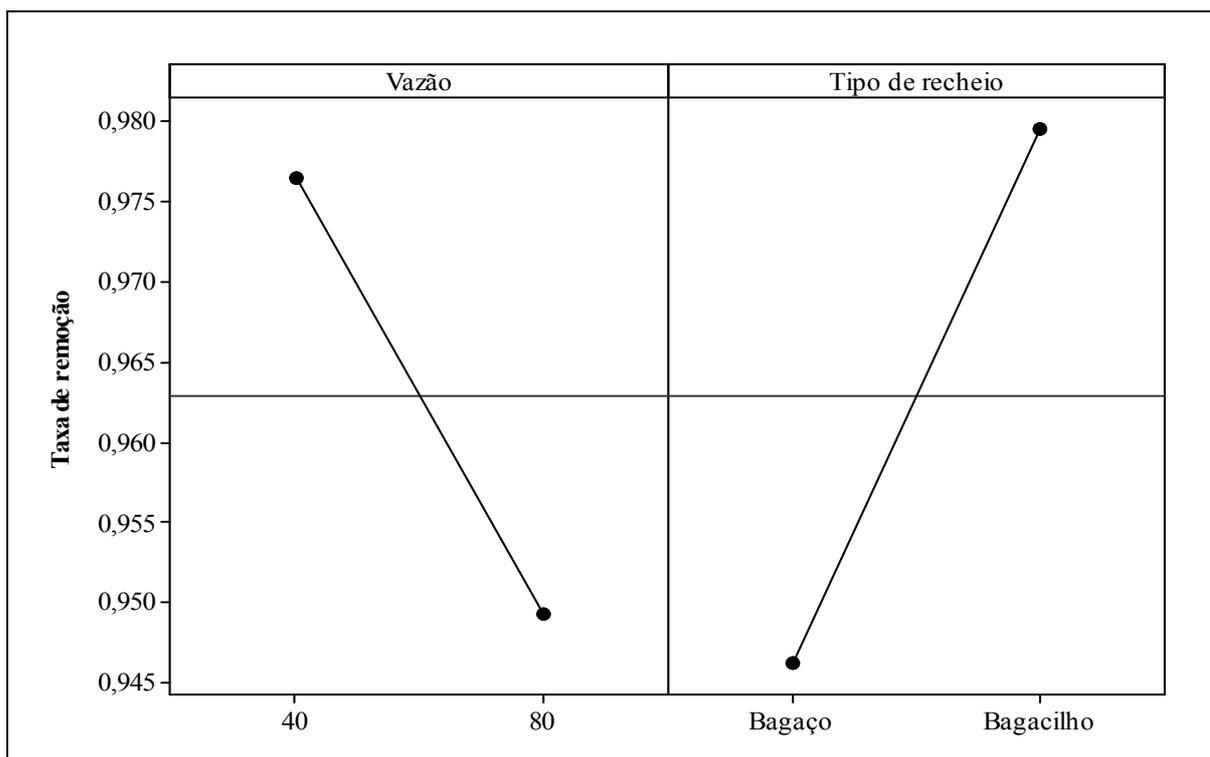
A operação com a vazão de 120 L/h apresentou dentre todos os experimentos a menor eficiência de remoção de óleo, com valores de TOG do efluente tratado superiores ao especificado pelo CONAMA, fez-se novamente a tabela de contrastes (tabela 9), agora com a vazão em dois níveis, 40 e 80L/h, e utilizando bagaço e bagacilho de cana de açúcar como recheio, para definir a equação que representa a interferência dos fatores no processo.

**Tabela 8. Tabela de contrastes para dois níveis**

StdOrder	RunOrder	Vazão	Tipo de recheio
8	1	80	Bagacilho
5	2	40	Bagaço
1	3	40	Bagaço
6	4	80	Bagaço
4	5	80	Bagacilho
7	6	40	Bagacilho
2	7	80	Bagaço
3	8	40	Bagacilho

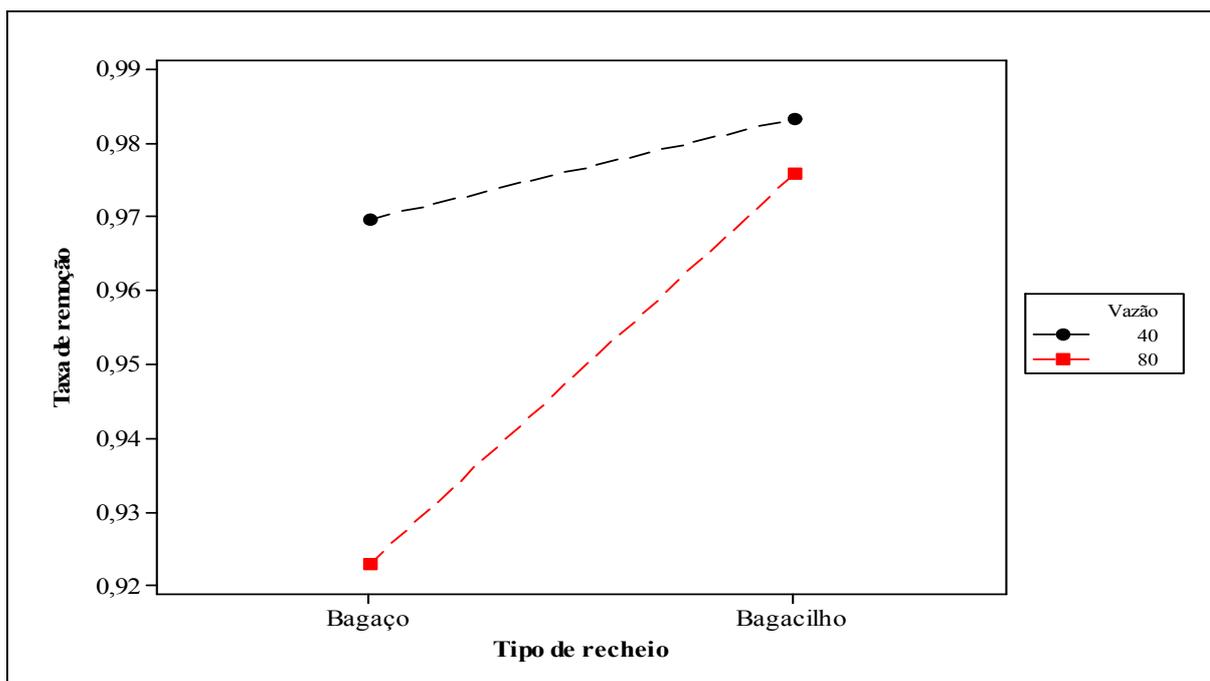
Onde: StdOrder: ordem padrão de combinação entre os níveis e fatores, RunOrder: ordem randômica, Vazão: em dois níveis (40 e 80 L/h), Tipo de Recheio: em dois níveis (bagacilho e bagaço de cana de açúcar).

Assim como na avaliação feita em três níveis, o gráfico dos efeitos principais, para planejamento em dois níveis (Figura 22), avaliando os fatores separadamente, apresentou resultado similar, ou seja, observou-se que a maior eficiência de remoção foi na vazão de 40L/h, cerca de 97% e utilizando o bagacilho de cana de açúcar como recheio, aproximadamente 98%.



**Figura 22. Efeitos principais para planejamento com dois níveis**

Da mesma forma que no planejamento de experimento em três níveis, na avaliação da interação dos fatores de dois níveis, quando se interagiu os fatores pode se observar que dentro dos limites do experimento, que não houve cruzamento das linhas das interações, indicando que não há interação entre os fatores (Figura23). A avaliação da eficiência de remoção do TOG utilizando o software, bem como, os resultados individuais dos experimentos para as diferentes vazões e os dois tipos de recheio, mostrou que a operação com o bagacilho de cana de açúcar e a vazão de 40L/h apresenta melhor eficiência de remoção em torno de 98%.



**Figura 23. Interação dos fatores para planejamento com dois níveis**

Utilizando o software, e considerando a taxa máxima de remoção de óleo 99%, o software avaliou qual condição apresenta maior taxa de eficiência, representada pelo bagacilho com a menor vazão de operação, 40 L/h, que é de 0,9833.

A equação 1 apresenta a equação que representa os fatores que tem significância no processo, que foi calculada pelo software quando feita a avaliação do planejamento em dois níveis. Como bagaço e bagacilho são dados discretos, são representados na equação por 1 e -1.

**Equação 1. Representação da taxa de remoção**

$$\text{Razão de remoção} = 1,00378 - 0,000681 \cdot \text{Vazão} - 0,12825 \cdot \text{Tipo de recheio} + 0,000491 \cdot (\text{Vazão} \cdot \text{Tipo de recheio}) \quad (1)$$

Onde  $(\text{Vazão} \cdot \text{Tipo de recheio}) = 0$ , pois não interfere no processo. A equação torna-se (2):

**Equação 2. Representação da taxa de remoção simplificada**

$$\text{Razão de remoção} = 1,00378 - 0,000681 * \text{Vazão} - 0,12825 * \text{Tipo de recheio} \quad (2)$$

Desta forma, com as equações, é possível calcular a taxa de remoção para qualquer valor de vazão dentro dos limites utilizados no experimento com qualquer um dos dois tipos de recheio.

## **5 CONCLUSÕES**

### **Teste dos coagulantes**

Nos testes de bancada, a adição de agentes coagulantes em efluentes oleosos oriundos da indústria do petróleo é eficiente na clarificação do efluente, assim como, na remoção de óleos e graxas. Dentre os coagulantes estudados (sulfato de alumínio, policloreto de alumínio e sulfato férrico), o coagulante com resultados mais expressivos (em torno de 100%), em um menor intervalo de tempo de sedimentação, foi o policloreto de alumínio a 10%, o que pode ser justificado pelo seu grande volume e a estrutura polimérica dos flocos produzidos. O sulfato de alumínio também apresenta elevado percentual de remoção de óleos e graxas (acima de 90%) e por causa do alto percentual de remoção e baixo custo de aquisição, foi escolhido para ser utilizado na flotação por ar dissolvido. Nenhum dos coagulantes estudados se mostrou eficiente na redução da DQO do efluente.

### **Unidade Contínua de Flotação**

O sulfato de alumínio reduziu duas vezes o teor de óleos e graxas – TOG – quando comparado com a operação sem a adição deste coagulante.

### **Unidade contínua de filtração/adsorção**

Na operação do filtro adsorvente, os resultados demonstraram que tanto o bagaço de cana-de-açúcar quanto o bagacilho de cana-de-açúcar podem ser utilizados como meio adsorvente no tratamento de efluentes, apresentando uma capacidade de retenção de óleo superior a 96%. Porém utilizando o bagacilho, material mais finamente dividido, os resultados são ainda mais promissores, uma vez que a retenção de óleo ocorre a nível superficial, chegando a adsorver 99% do óleo. A melhor condição de operação do filtro adsorvente, onde foi obtida a maior retenção de óleo, foi utilizando a vazão de 40 L/h utilizando bagacilho de cana como meio adsorvente, chegando a atingir 99% de remoção do óleo. As demais configurações 40 L/h bagaço de cana, bagaço de cana a 80 L/h e bagacilho de cana a 80 L/h também apresentaram altas taxas de remoção de óleo, em torno de 95%, 90%, 90%, respectivamente. Apesar da alta

remoção de óleo, em torno de 90%, o resultado não foi satisfatório trabalhando com altas vazões - 120 L/h, devido ao arraste de óleo e conseqüente aumento do TOG nas primeiras coletas de amostras.

Devido à adsorção do petróleo em sua superfície, o bagaço e o bagacilho de cana de açúcar tem elevação do seu poder calorífico e podem ser utilizados no processo de combustão em caldeiras após secagem.

## **6 SUGESTÕES**

Estudo com novas condições operacionais na coluna de flotação;

Utilização do policloreto de alumínio (PCA) e outros coagulantes na coluna de flotação;

Maiores níveis de instrumentação e controle nos experimentos, principalmente na flotação.

Repetir o experimento com o novo equipamento de análise – ORIBA, com maior tempo de operação e maior espaço de tempo entre as coletas.

Avaliar o poder calorífico do bagaço e bagacilho de cana de açúcar após filtração/adsorção.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANGELIDOU, C., KESHAVARZ, E., RICHARDSON, M. J., JAMESON, G. J. 1977. “The Removal of Emulsified Oil Particles from Water by Flotation”. *Ind. Eng. Chem., Process Des.*, Vol. 16, Nº 4, pp. 436-442.

ALBERTINI, S., CARMO, L. F., PRADO FILHO, L. G. 2007. “Utilização de serragem e bagaço de cana-de-açúcar para adsorção de cádmio”. *Ciênc. Tecnol. Aliment.*, Vol. 27(1), pp. 113-118.

AL-SHAMRANI A A., JAMES A, XIA H., 2002a. “Desestabilisation of oil-water emulsions and separation by dissolved air flotation”. *Water Research*, v. 36, n. 6 pp. 1503-1512.

AL-SHAMRANI A A., JAMES A, XIA H., 2002b. “Separation of oil from water by dissolved air flotation”. *Colloids and Surfaces*, v. 209, n. 1, pp. 15-26.

BARRETT, F. “Electroflotation—Development and application”. 1975. *Water Pollution Control*, v 74 pp. 59.

BENSADOK, K., BELKACEM, M., NEZZAL, G. 2007. “Treatment of cutting oil/water emulsion by coupling coagulation and dissolved air flotation”, *Desalination*; v.206; pp. 440-448.

BONDUELLE, G. M. 2000. “Aplicação do Planejamento de Experimentos no Controle da Fabricação de Chapas de Fibras de Madeira”, *CERNE*, V.6, N.2, PP 1-10.

BRANDÃO, P. C. 2006. Avaliação de bagaço de cana como adsorvente para remoção de contaminantes, derivados do petróleo, de efluentes. Tese de mestrado, UFU, Minas Gerais, Brasil.

CHEN, G., TAO, D., 2005. “An Experimental study of stability of oil-water emulsion”. *Fuel Processing Technology*, v. 86, pp. 499-508.

CONAMA, 1986, “Resolução do Conselho Nacional do Meio Ambiente”, CONAMA nº 357.

COUTO, H. J. B.. 2003. Tratamento de Efluentes Através da Flotação por Ar Dissolvido. Tese de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil.

FÉRIS, L. A., DE LEÓN, A. T., SANTANDER, M., RUBIO, J. 2004. “Advances in the adsorptive particulate flotation process”. *International Journal of Mineral Processing*. V. 74, n 1-4, pp 101-106.

FÉRIS, L. A., RUBIO, J. 1999. “Dissolved Air Flotation (DAF) Performance at Low Saturation Pressures”. *Filtration and separation*. November, pp. 61-65.

GREGORY, R., ZABEL, T. F., EDZWALD, J. K. 1999. “Sedimentation and flotation”. Letterman, R. D. *Water quality and treatment*, 5ª edição. Cap. 7. USA. McGraw-Hill.

GU, X. CHIANG, S. 1999; “A novel flotation column for oily water cleanup”. *Separation and Purification Technology*; v. 16; pp. 193-203.

HATR, 2003. Manual Técnico da Pensalab Analisador de Óleo e Graxa e Hidrocarbonetos em Água por Infra Vermelho, modelo Infracal TOG/TPH.

KOREN, J. P. F., SYVERSEN, U. 1995. “State-of-the-Art Electroflocculation”, *Filtration and Separation*, Elsevier Science.

LUNDGREN, H. “Theory and practice of dissolved-air flotation.” *Journal Filtration and Separation*, 1976. v13(1), pp. 24.

NELSON W. L. ,1958, *Petroleum Refinery Engineering*, Fourth Edition, McGraw-Hill, New York.

OLIVEIRA, R. C. G., CARVALHO, C. H. 1998. Boletim Técnico Petrobrás, Rio de Janeiro, v.41, pp. 153-159.

PRODUTOS. GR Produtos Químicos. Policloreto de alumínio. Capturado em 10/12/2007.

Online. Disponível em: [http://www.grcruzeiro.com.br/index.php?pag\\_id=100](http://www.grcruzeiro.com.br/index.php?pag_id=100)

PUGET, F. P., MELO, M. V., MASSARANI, G., 2000. Wastewater treatment by flotation. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. v. 17. n. 4-7.

RODRIGUES, M. I., IEMMA, A. F. 2005. *Planejamento de Experimento e Otimização de Processos*. 1ª ed., São Paulo, Casa do Pão Editora

ROSA, J.J, RUBIO, J. 2004. The FF (flocculation-flotation) process. *Minerals Engineering* v. 18. pp. 701-707.

RUBIO, J. SOUZA, M.L. SMITH, R.W. 2001. Overview of flotation as a wastewater treatment technique. *Minerals Engineering*. v. 15. pp. 139-155.

ROTONDARO, R. G., RAMOS, A. W., RIBEIRO, C. O., MIYAKE, D. I., NAKANO, D., LAURINDO, F. J. B., HO, L. L., CARVALHO, M. M., BRAZ, M. A., BALESTRASSI, P. P. 2002. “Melhorando o Processo: Delineamento de Experimentos”. *Seis Sigma, Estratégia Gerencial para a Melhoria de Processos, Produtos e Serviços*. 1º Edição. Cap. 8. São Paulo. Editora Atlas S.A.

SANTOS, E. G., ALSINA, O. L. S., SILVA, F. L. H. 2007. Desempenho de biomassas na adsorção de hidrocarbonetos leves em efluentes aquosos. *Química Nova*, v. 30, n. 2, pp. 327-331.

SILVESTRE, J. R. 2004. Análise Numérica de Poços de Petróleo com Relevância à Produção de Areia. Tese de Mestrado. PUC, Rio de Janeiro, Brasil.

SOLETTI, J. I., CARVALHO, S. H. V., FONSECA FILHO, V. F. 2004. Separação petróleo-água utilizando flotação com ar dissolvido. XV Congresso Brasileiro de Engenharia Química.

SOUZA, T. C., FERREIRA, C. A., BRANDÃO, P. C., HORI, C. E., ROMANIELO, L. L. 2005. Avaliação do uso de biomassa como adsorvente para a separação de contaminantes orgânicos em efluentes líquidos. VI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em

Iniciação Científica. Unicamp. São Paulo, Brasil.

ZOUBOULIS, A. I., AVRANAS, A. 2000. Treatment of oil-in-water emulsions by coagulation and dissolved air flotation. *Colloids and Surface*; v. 172. pp. 153-161.