



Universidade Federal
do Espírito Santo

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

DANIELA LUZ LEITE

**AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DE UM REATOR RETANGULAR,
CONTÍNUO, COM ELETRODOS EM FORMATO DE CHICANAS
NO TRATAMENTO DE EFLUENTES OLEOSOS POR
ELETROCOAGULAÇÃO**

SÃO MATEUS - ES

2024

DANIELA LUZ LEITE

**AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DE UM REATOR RETANGULAR,
CONTÍNUO, COM ELETRODOS EM FORMATO DE CHICANAS
NO TRATAMENTO DE EFLUENTES OLEOSOS POR
ELETROCOAGULAÇÃO**

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 à obtenção do título de Mestre em Energia, na área de eficiência energética.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Sérgio da Silva Porto

Coorientador: Prof. Dr. George Ricardo Santana Andrade

SÃO MATEUS - ES

2024

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

L533a Leite, Daniela Luz, 1998-
AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DE UM REATOR
RETANGULAR, CONTÍNUO, COM ELETRODOS EM
FORMATO DE CHICANAS NO TRATAMENTO DE
EFLUENTES OLEOSOS POR ELETROCOAGULAÇÃO /
Daniela Luz Leite. - 2024.
(recurso não paginado). : il.

Orientador: Paulo Sérgio da Silva Porto.

Coorientador: George Ricardo Santana Andrade.

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

1. Eletrocoagulação. 2. Óleo em água. 3. Emulsão modelo. 4. Eletrodos. 5. Chicanas. I. Porto, Paulo Sérgio da Silva. II. Andrade, George Ricardo Santana. III. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Universitário Norte do Espírito Santo. IV. Título.

CDU: 620.9

DANIELA LUZ LEITE

**AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DE UM REATOR RETANGULAR,
CONTÍNUO, COM ELETRODOS EM FORMATO DE CHICANAS NO
TRATAMENTO DE EFLUENTES OLEOSOS POR
ELETROCOAGULAÇÃO**

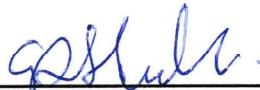
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Energia da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Energia.

Aprovada em 29 de outubro de 2024.

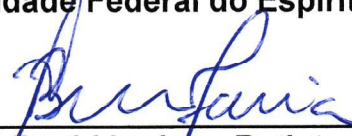
COMISSÃO EXAMINADORA



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



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



Prof. Dr. Rochkhudson Batista de Faria
Universidade Federal do Espírito Santo

p/



gov.br

Documento assinado digitalmente
LUIZ ANTONIO DE ALMEIDA PINTO
Data: 04/11/2024 20:24:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Luiz Antonio de Almeida Pinto
Universidade Federal do Rio Grande

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, que me guiou por toda a caminhada, e que nunca me deixou só. Porque dele, e por ele, e para ele são todas as coisas.

A minha família, em especial os meus pais, meu irmão e minha cunhada, que me apoiaram emocional e espiritualmente a todo momento.

A Ruan Rigueti, Rebeka Nunes e Isabela Pelição, que se mantiveram ao meu lado nessa dura jornada, apesar da correria e esgotamento que os últimos tempos tem causado. Ao pastor Isley, que orou por mim e me deu conselhos que ajudaram a superar os obstáculos.

Aos meus colegas de curso, e amigos que fiz e que reencontrei ao longo desses dois anos. Em especial, ao Thiago Medeiros, a Renata Falqueto, a Naiara Giuriatto; e majoritariamente ao Nicholas Berger, que além de amigo, se tornou um irmão acadêmico e pessoal. Ao Lucas Zacharias, pela assistência e tranquilidade no laboratório.

Agradeço especialmente ao meu orientador, Paulo Porto, por todo suporte, atenção, paciência, orientações, e por me apresentar um tema em que fui tão feliz em trabalhar. Ao meu coorientador, George Andrade, por aceitar esse desafio, por sempre ser solícito, e pelas excelentes ponderações ao meu trabalho. Ao professor Flávio Duarte que forneceu o inversor de polaridade, equipamento crucial para o desenvolvimento desta pesquisa.

Aos técnicos de laboratório do CEUNES, Pedro Ribeiro, Welber Duarte e especialmente ao Jean Fiorotti por todo o conhecimento e pelo imenso suporte no uso dos laboratórios.

A UFES, que, desde a graduação, tem ofertado diversas experiências engrandecedoras, o conhecimento teórico e prático, espaço e equipamentos de ponta para o desenvolvimento desde trabalho, bem como o meu desenvolvimento profissional e acadêmico.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001 e da Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Espírito Santo (FAPES).

“Eu reconheço que sem Ti,
nada sou.”

I.C.M.

RESUMO

As águas oleosas, provenientes de diversos setores industriais, apresentam-se como efluentes contendo milhões de litros de emulsões do tipo óleo em água (O/A), demandando tratamento prévio antes do descarte. Pesquisas sobre eletrocoagulação (EC) para recuperar efluentes oleosos têm se destacado. A eletrólise, uma reação não espontânea que libera metal para o meio, decompõe a emulsão modelo resultando na formação de flocos no meio. Os flocos integrados às bolhas de gás culminam na separação do óleo e na obtenção do efluente tratado. Essa pesquisa explorou a geometria retangular, aplicada a um reator de EC, na busca por uma eficiente e rápida recuperação de óleo emulsionado em água. Avaliou-se a influência da vazão volumétrica e o tempo de inversão de polaridade nesse processo. As variáveis dependentes incluem turbidez, pH, concentração de alumínio (Al), o teor de óleo residual e potencial zeta. O reator retangular foi equipado com eletrodos de Al dispostos em forma de chicanas, conectados por um inversor de polaridade, operando em regime contínuo. Obteve-se os melhores resultados utilizando 2,58 mL/s na vazão de entrada e 20 s de tempo de inversão de polaridade, alcançando 95,62% de remoção de óleo e 97,87% de remoção de turbidez. Quanto a maior eficiência energética, esta foi obtida em 4 mL/s e 20s dos parâmetros recentemente citados, obtendo-se 89,86% de remoção de óleo e 95,70% de remoção de turbidez. A análise do potencial zeta evidenciou que a EC diminui a estabilidade da emulsão. O pH se manteve dentro do exigido pela legislação ao longo de todos os experimentos. O desgaste das placas evidenciou-se mínimo, estipulando que o reuso do mesmo possa ser implementado. Os testes complementares indicaram que os usos de eletrodos perfurados aumentam a eficiência da remoção de contaminantes, bem como indicaram que o reuso de eletrodos pelo dobro do tempo reduziu a concentração de alumínio na saída do reator. Apesar disso, em todos os experimentos a quantidade de alumínio obtida foi superior a norma vigente, sinalizando a necessidade da adição de uma outra etapa neste processo, a fim de reter íons de Al^{3+} .

Palavras-chave: Eletrocoagulação; óleo em água; emulsão modelo; eletrodos em forma de chicanas.

ABSTRACT

Oily waters from various industrial sectors are effluents containing millions of liters of oil-in-water (O/W) emulsions, requiring prior treatment before disposal. Research on electrocoagulation (EC) to recover oily effluents has been highlighted. Electrolysis, a non-spontaneous reaction that releases metal into the medium, decomposes the synthetic emulsion, resulting in the formation of flakes in the medium. The flakes integrated with the gas bubbles culminate in the separation of the oil and the obtaining of the treated effluent. This research explored the rectangular geometry, applied to an EC reactor, in the search for an efficient and rapid recovery of emulsified oil in water. The influence of the volumetric flow rate and the polarity inversion time in this process were evaluated. The dependent variables include turbidity, pH, aluminum (Al) concentration, residual oil content and zeta potential. The rectangular reactor was equipped with Al electrodes arranged in the form of baffles, connected by a polarity inverter, operating in continuous mode. The best results were obtained using 2.58 mL/s in the inlet flow rate and 20 s of polarity inversion time, achieving 95.62% oil removal and 97.87% turbidity removal. The highest energy efficiency was obtained using 4 mL/s and 20 s of the parameters recently mentioned, obtaining 89.86% oil removal and 95.70% turbidity removal. The zeta potential analysis showed that the EC alters the stability of the emulsion. The pH remained within the legal requirements throughout all experiments. The wear of the plates was minimal, stipulating that their reuse can be implemented. Complementary tests indicated that the use of perforated electrodes increases the efficiency of contaminant removal, as well as indicating that the reuse of electrodes for twice the time reduced the aluminum concentration at the reactor outlet. Despite this, in all experiments the amount of aluminum obtained was higher than the current standard, indicating the need to add another step in this process, in order to retain Al^{3+} ions.

Keywords: Electrocoagulation; oily water; synthetic emulsion; baffle-shaped electrodes.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Vários métodos de tratamento de águas residuais oleosas.....	21
Figura 2 - Mecanismo de EC.....	24
Figura 3 - Esquema do processo de EC com vantagens e desvantagens.	26
Figura 4 - Etapas do processo de EC.	32
Figura 5 - Ilustração do aparato experimental.....	34
Figura 6 - Ilustração da vista superior do reator retangular em formato de chicanas.....	35
Figura 7 - Design dos eletrodos perfurados.	45
Figura 8 – Esquema do reator durante os experimentos.	47
Figura 9 – Fotografia das amostras após 2 h de repouso.	47
Figura 10 – Representação fluidodinâmica do reator eletrolítico.....	48
Figura 11 – Gráfico de Pareto padronizado para %TOG ₃₀	50
Figura 12 – Superfícies de resposta para %TOG em 30 min.....	51
Figura 13 – Gráficos dos Resíduos para %TOG em 30 min.	52
Figura 14 – Gráfico de Pareto padronizado para %DQO ₃₀	54
Figura 15 - Superfícies de resposta para %DQO em 30 min.	55
Figura 16 – Gráficos dos Resíduos para %DQO em 30 min.....	56
Figura 17 – Gráfico de Pareto padronizado para %Turb ₃₀	58
Figura 18 - Superfícies de resposta para %Turb em 30 min.	59
Figura 19 – Gráficos dos Resíduos para %Turb em 30 min.....	60
Figura 20 – Gráfico do percentual da perda de massa de cada eletrodo.....	63
Figura 21 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 1.....	64
Figura 22 – pH ao longo do tempo.	67
Figura 23 – Condutividade ao longo do tempo.....	69
Figura 24 – Potencial zeta em titulação de pH das amostras iniciais (0 min) em casa ensaio.....	71
Figura 25 – Potencial zeta em titulação de pH das amostras finais (30 min) em casa ensaio.....	72
Figura 26 – Medição simples do potencial zeta de todas as amostra em casa ensaio.....	72
Figura 27 – Gráfico de Pareto padronizado para Cen.....	74
Figura 28 – Superfícies de resposta para Cen em 30 min.	75
Figura 29 – Gráficos dos Resíduos para Cen em 30 min.....	76
Figura 30 – Gráfico de Pareto padronizado para %TOG/Cen.....	77

Figura 31 – Superfícies de resposta para %TOG/Cen.	78
Figura 32 – Gráficos dos Resíduos para %TOG/Cen.	79
Figura 33 – Gráficos dos percentuais de remoção de TOG, DQO e Turb em função do tempo para ensaios complementares.	80
Figura 34 – pH e condutividade pelo tempo para ensaios complementares. ...	82
Figura Anexo 1 – Cinética de separação de óleo na emulsão.	93
Figura A1 – Fotografia do reator de acrílico.	94
Figura B1 - Curva de calibração para a bomba peristáltica.	96
Figura C1 - Gráfico da varredura do óleo de motor 15W40 em hexano.	97
Figura C2 - Curva de calibração para o TOG em 260 nm.	98
Figura D1 - Gráfico da varredura de soluções padrão de DQO.	101
Figura D2 - Curva de calibração para a DQO em 600 nm.	102
Figura E1 - Curva de calibração para o cálculo de alumínio em 535 nm.	105
Figura H1 – Superfícies de resposta para %TOG em 30min de EC.	108
Figura H2 – Superfícies de resposta para %DQO em 30min de EC.	109
Figura H3 – Superfícies de resposta para %Turb em 30min de EC.	109
Figura I1 – Superfícies de resposta para %TOG em 5, 10 e 20 min de EC. ...	113
Figura I2 – Valor normal esperado <i>versus</i> Resíduos para %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.	114
Figura I3 – Resíduos <i>versus</i> Valores preditos para %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.	115
Figura J1 - Superfícies de resposta para %DQO em 5, 10 e 20 min de EC...	119
Figura J2 – Valor normal esperado <i>versus</i> Resíduos para %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.	120
Figura J3 – Resíduos <i>versus</i> Valores preditos para %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.	121
Figura K1 - Superfícies de resposta para %Turb em 5, 10 e 20 min de EC...	125
Figura K2 – Valor normal esperado <i>versus</i> Resíduos para %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.	126
Figura K3 – Resíduos <i>versus</i> Valores preditos para %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.	127
Figura M1 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 2.	129
Figura M2 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 3.	129
Figura M3 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 4.	129
Figura M4 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 5.	130
Figura M5 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 6.	130
Figura M6 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 7.	130

Figura M7 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 8.	131
Figura M8 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 9.	131
Figura M9 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 10. ...	131
Figura M10 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 11. .	132

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais atributos de trabalhos anteriores.....	28
Tabela 2 - Características de trabalhos envolvendo EC com eletrodos em formato de chicanas.	30
Tabela 3 – Reagentes e solventes utilizados nesta pesquisa.	33
Tabela 4 - Matriz de planejamento de experimentos.....	37
Tabela 5 - Fatores e níveis a serem estudados.	37
Tabela 6 – Quantificação dos compostos no preparo do efluente oleoso.	39
Tabela 7 - Dados técnicos do óleo Lubrax 15W40.....	39
Tabela 8 – %TOG ₃₀ para cada condição operacional.	50
Tabela 9 – %DQO ₃₀ para cada condição operacional.....	54
Tabela 10 – %Turb ₃₀ para cada condição operacional.....	58
Tabela 11 – Variação da massa do conjunto de eletrodos.....	62
Tabela 12 – Percentual de perda de massa em cada eletrodo.	63
Tabela 13 – Concentração de alumínio após 30 min de EC.	65
Tabela 14 – Concentração de alumínio após 30 min de EC obtida por diferentes métodos.....	66
Tabela 15 – Dados do pH nos diversos tempos.....	67
Tabela 16 – Dados de condutividade nos diversos tempos.	68
Tabela 17 – Dados de variação de temperatura.	70
Tabela 18 – Cen para cada condição operacional.	74
Tabela 19 – %TOG/Cen para cada condição operacional.	77
Tabela 20 – Variação da massa do conjunto de eletrodos para ensaios complementares.....	81
Tabela 21 – Concentração de alumínio ao final da EC para ensaios complementares.....	82
Tabela 22 – Cen e %TOG/Cen para ensaios complementares.....	83
Tabela A1 - Dimensões dos parâmetros do reator.....	94
Tabela B1 - Vazão volumétrica em diferentes valores de tensão.....	95
Tabela C1 - Absorbâncias em 260 nm para TOG.	98
Tabela D1 - Absorbâncias em 600 nm para DQO.....	101
Tabela E1 - Absorbâncias em 535 nm para determinação de alumínio.	104
Tabela H1 – %TOG ₃₀ , %DQO ₃₀ e %Turb ₃₀ para cada condição operacional do planejamento preliminar.	108
Tabela I1 – Elementos estatísticos para %TOG em 30 min.....	110

Tabela I2 – %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.....	110
Tabela I3 – Elementos estatísticos para %TOG.....	111
Tabela J1 – Elementos estatísticos para %DQO em 30 min.....	116
Tabela J2 – %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.....	116
Tabela J3 – Elementos estatísticos para %DQO.	117
Tabela K1 – Elementos estatísticos para %Turb em 30 min.....	122
Tabela K2 – %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.....	122
Tabela K3 – Elementos estatísticos para %Turb.....	123
Tabela L1 – Elementos estatísticos para o Cen.....	128
Tabela L2 – Elementos estatísticos para %TOG/Cen.....	128

LISTA DE SÍMBOLOS

C_{EN} = Consumo de energia elétrica	[kW.h/m ³]
DEE – Distância entre eletrodos	[mm]
DQO = Demanda Química de Oxigênio	[mgO ₂ /L]
DQO_f = Demanda Química de Oxigênio final	[mgO ₂ /L]
DQO_0 = Demanda Química de Oxigênio inicial	[mgO ₂ /L]
i = Corrente elétrica	[A]
m_f = Massa final do eletrodo	[g]
m_i = Massa inicial do eletrodo	[g]
Q = Vazão volumétrica	[mL/s]
t_{EC} = Tempo de operação	[h]
t_{esp} = Tempo espacial	[min]
T_f = Temperatura final	[°C]
T_i = Temperatura inicial	[°C]
t_{inv} = tempo de inversão de polaridade	[s]
TOG = Teor de óleos e graxas	[mg/L]
TOG_f = Teor de óleos e graxas final	[mg/L]
TOG_0 = Teor de óleos e graxas inicial	[mg/L]
$Turb_f$ = Turbidez final	[NTU]
$Turb_0$ = Turbidez inicial	[NTU]
U = Voltagem	[V]
V_{ef} = Volume de efluente tratado	[m ³]
ΔT = Variação de temperatura	[°C]

LISTA DE SIGLAS

ANP - Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis
AP - Água produzida
API - *Application Programming Interface*
CONAMA - Conselho Nacional do Meio Ambiente
DCC - Delineamento composto central
EC – Eletrocoagulação
EF - Eletrofloculação
EPE - Empresa de Pesquisa Energética
FISPQ - Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos
NTU - *Nephelometric Turbidity Unity*
ODS - Objetivos de Desenvolvimento Sustentável
ONU - Organização das Nações Unidas
O/A - Óleo em água
pH - Potencial hidrogeniônico
SAE - *Society of Automotive Engineers*
SMEWW - Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater
%DQO - Percentual de remoção da demanda química de oxigênio
 $\%m_{perda}$ - Perda de massa do eletrodo
%TOG - Percentual de remoção do teor de óleos e graxas
%Turb - Percentual de remoção de turbidez

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	18
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1. EFLUENTES OLEOSOS	20
2.1.1. Produção e problemas associados	20
2.1.2. Tipos de tratamentos	21
2.2. ELETROCOAGULAÇÃO	23
2.2.1. Fatores estudados	26
2.2.2. Equipamentos com eletrodos em formato de chicanas	29
3. MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1. REAGENTES E SOLVENTES.....	32
3.2. APARATO E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	33
3.3. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	36
3.4. PREPARO DO EFLUENTE MODELO	38
3.5. METODOLOGIA ANALÍTICA	40
3.5.1. Determinação do TOG e %TOG	40
3.5.2. Determinação da DQO e %DQO	40
3.5.3. Determinação da Turbidez e %Turb	41
3.5.4. Determinação da massa dos eletrodos	41
3.5.5. Fotografia dos eletrodos	42
3.5.6. Determinação de alumínio	42
3.5.7. Determinação do pH	43
3.5.8. Condutividade elétrica	43
3.5.9. Temperatura	43
3.5.10. Potencial Zeta	44
3.6. DETERMINAÇÃO DO CONSUMO DE ENERGIA.....	44
3.7. ENSAIOS COMPLEMENTARES.....	44
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS	46
4.1.1. Análise estatística preliminar	48
4.2. ANÁLISE ESTATÍSTICA do %TOG	49
4.3. ANÁLISE ESTATÍSTICA DO %DQO.....	53
4.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA DO %TURB	57
4.5. ANÁLISE DO DESGASTE DAS PLACAS	61

4.6.	ANÁLISE DA CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO	64
4.7.	ANÁLISE DO pH, CONDUTIVIDADE ELÉTRICA E TEMPERATURA ...	66
4.8.	ANÁLISE DO POTENCIAL ZETA.....	70
4.9.	EFICIÊNCIA ENERGÉTICA	73
4.9.1.	Análise estatística do Consumo de Energia	73
4.9.2.	Análise estatística do %TOG pelo Cen	76
4.10.	ANÁLISE DOS ENSAIOS COMPLEMENTARES.....	79
5.	CONCLUSÃO	84
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	85
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	86
	Anexo A: Cinética de separação de óleo	93
	APÊNDICE A: Reator de acrílico	94
	APÊNDICE B: Calibração da bomba peristáltica	95
	APÊNDICE C: Metodologia para estimar TOG	97
	APÊNDICE D: Metodologia para estimar DQO.....	100
	APÊNDICE E: Metodologia para estimar concentração de Alumínio a partir de uma adaptação do método colorimétrico 3500-Al	103
	APÊNDICE F: Breve descrição da metodologia para estimar concentração de Alumínio pelo método 3111.....	106
	APÊNDICE G: Metodologia para leitura do Potencial Zeta	107
	APÊNDICE H: Dados estatísticos para os experimentos preliminares ...	108
	APÊNDICE I: Dados estatísticos para %TOG.....	110
	APÊNDICE J: Dados estatísticos para %DQO	116
	APÊNDICE K: Dados estatísticos para %Turb.....	122
	APÊNDICE L: Elementos estatísticos para Cen e %TOG/Cen.....	128
	APÊNDICE M: Fotografias dos eletrodos antes e após a EC	129

1. INTRODUÇÃO

O aumento significativo na produção de efluentes oleosos, resulta de atividades industriais, como a produção de petróleo e gás, que são essenciais para a economia global (AN *et al.*, 2017). A elevação do volume de efluente gerado está relacionado a diversas atividades, como processos de limpeza e prevenção de corrosão dos equipamentos, manutenção, resfriamento, e lubrificação (DEMIRBAS; KOBYA, 2017). O tratamento eficaz desses resíduos não só ajuda a preservar recursos hídricos escassos, mas também evita custos elevados associados a multas ambientais e tratamentos ineficientes. Nesse sentido, inovações na área de tratamento de efluentes são cruciais para garantir a sustentabilidade e a competitividade no setor energético.

Para atender a essa demanda, as técnicas eletroquímicas têm se destacado amplamente devido às suas inúmeras vantagens, como ter projeto e operação simples, flexibilidade, baixa necessidade de produtos químicos, baixa produção lodo, compatibilidade ambiental e curto tempo de operação. Essas técnicas são versáteis e capazes de tratar diversos tipos de poluentes, sendo aplicadas, por exemplo, na remoção de metais, matéria orgânica, e efluentes provenientes da indústria têxtil (MERMA *et al.*, 2020).

Dentre as tecnologias de tratamento de efluentes, os processos eletroquímicos, como a eletrocoagulação (EC), se destacam devido à sua eficiência e indicativo de baixo impacto ambiental. Além disso, a EC ocupa um espaço reduzido e permite a automação do sistema. Um benefício adicional é a formação de bolhas, que promovem turbulência e favorecem a formação de coágulos e flocos suspensos. Destaca-se também, em relação à coagulação convencional, a capacidade de regular o pH, uma vez que os íons hidroxila, principal reagente do método, não aumentam a salinidade dos efluentes tratados (GOREN; KOBYA, 2021; LACASA *et al.*, 2019).

A técnica de EC envolve a aplicação de corrente elétrica a eletrodos metálicos inseridos nos resíduos a serem tratados. Assim, ocorre o consumo dos ânodos de sacrifício, resultando na formação de agentes coagulantes *in situ*, adsorvendo contaminantes e formando coágulos. Quando, aplicada no tratamento de efluentes oleosos, resulta em um efluente clarificado com uma alta remoção de TOG e baixos

valores de demanda química de oxigênio (DQO) (KOBYA *et al.*, 2020; LIU *et al.*, 2022).

Normalmente, os eletrodos adotados são de alumínio e ferro. Sua utilização com alternância de polaridade divide o consumo entre eles, podendo favorecer o uso destes com qualidade inferior (SHONZA *et al.*, 2022). Os custos de operação do tratamento por eletrocoagulação incluem principalmente o consumo de material metálico e o consumo de energia elétrica, os quais podem variar de acordo com a região e as condições financeiras (KOBYA; OMWENE; UKUNDIMANA, 2020).

A literatura existente relata estudos que têm se concentrado em variáveis como pH, distância entre eletrodos, vazão de efluente, concentração de eletrólitos e tempo de inversão de polaridade como alguns dos parâmetros influentes no processo (GOBBI *et al.*, 2018). Essas pesquisas apresentam resultados satisfatórios para remoção de óleo, podendo chegar a 98%, em alguns casos (AHMED *et al.*, 2021). Segundo Hashim *et al.* (2019), um reator em escala de laboratório, equipado com placas em forma de chicanas, demonstrou um comportamento satisfatório com remoção total de outros tipos de contaminantes, apresentando-se como uma alternativa econômica e com resultados promissores em comparação com reatores convencionais.

Na literatura existem poucos relatos de estudo que aplicam eletrodos com este formato em processos de EC, e é mais raro ainda quando aplicados ao tratamento de efluentes oleosos. Diante dessa perspectiva, este projeto avaliou um reator retangular, equipado com eletrodos em formato de chicanas, no processo de EC com a singularidade de empregá-lo ao tratamento de emulsões oleosas do tipo O/A. Nesse contexto, foram realizadas variações na vazão volumétrica (Q) e no tempo de inversão de polaridade (t_{inv}), com o objetivo de obter um efluente clarificado que esteja em conformidade com as diretrizes estabelecidas pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA, 2011). Com isso, avaliou-se a eficiência energética do processo a destinação adequada desses resíduos, em consonância com as normas ambientais vigentes.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo, são abordados os problemas relacionados aos efluentes oleosos e suas opções de tratamento, com foco especial no processo de eletrocoagulação e a aplicação de uma configuração de eletrodos em formato de chicanas.

2.1. EFLUENTES OLEOSOS

2.1.1. Produção e problemas associados

De acordo com a EPE (2023), a Oferta Interna de Energia (OIE) do Brasil em 2022 foi composta por 35,7% de petróleo e gás, representando um aumento de 1,3% em relação ao ano anterior (EPE, 2022). Esses combustíveis fósseis são essenciais para o cenário energético atual devido à alta demanda e à ausência de alternativas viáveis. No entanto, a extração e processamento desses hidrocarbonetos resultam em grandes volumes de água residual oleosa (HUANG *et al.*, 2023).

A água produzida (AP), gerada durante a extração de petróleo e gás, é classificada em três tipos: óleo flutuante, emulsões instáveis de óleo em água (O/A) e emulsões estáveis de O/A (MANILAL; SOLOMAN; BASHA, 2020). Na indústria de manufatura, fluidos de corte de metal, que contêm óleos emulsionados e surfactantes, são amplamente utilizados, formando emulsões estáveis que precisam ser periodicamente substituídas devido à degradação térmica e acúmulo de impurezas (ZHANG *et al.*, 2021b).

A demanda por novas fontes de água limpa tem crescido, especialmente com regulamentações ambientais mais rigorosas (FENG *et al.*, 2020). A ONU, consciente da crise hídrica, estabeleceu a "Água Potável e Saneamento" como a sexta meta dos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), a ser atingida até 2030.

Resíduos orgânicos presentes em efluente precisam ser tratados devido ao risco de infiltração no solo, ameaçando a pureza das águas subterrâneas (CRINI; LICHTFOUSE, 2019). A poluição da água pode ter um impacto severo nos ecossistemas aquáticos e na disponibilidade de água doce de qualidade. Portanto, é fundamental desenvolver tecnologias e abordagens eficazes para o tratamento e

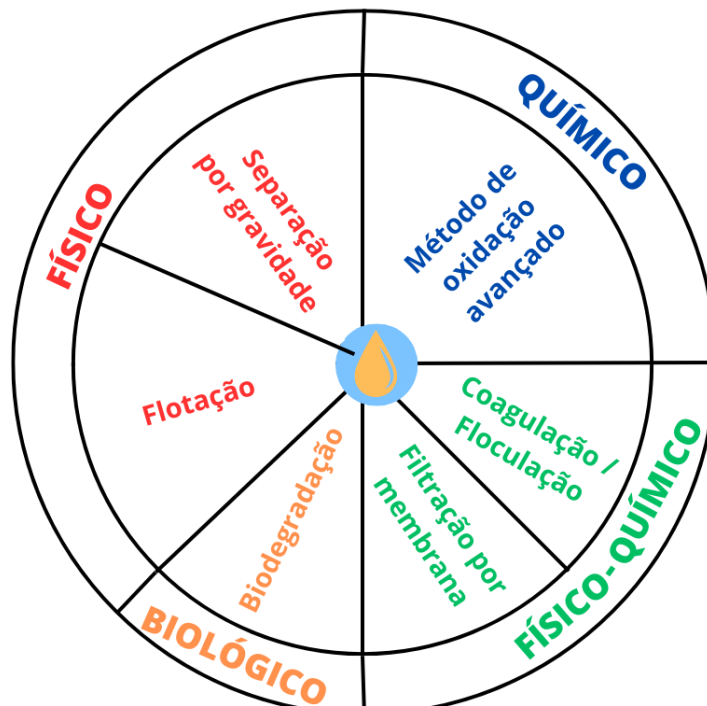
condução de águas residuais em larga escala. As técnicas devem abranger águas urbanas, industriais e agrícolas, para lidar com os riscos de contaminação ambiental (HAKIZIMANA *et al.*, 2017).

Devido às limitações de espaço nas instalações *offshore* de exploração de petróleo e gás natural, preferem-se tecnologias compactas de tratamento físico e químico em detrimento dos métodos convencionais. No entanto, essa abordagem requer consideráveis investimentos de capital devido à necessidade de produtos químicos para o tratamento (MANILAL; SOLOMAN; BASHA, 2020).

2.1.2. Tipos de tratamentos

O tratamento de águas oleosas pode ser realizado por uma variedade de técnicas, como por processos biológicos, eletroquímicos, desestabilização química, entre outros. Como pode-se analisar na Figura 1, os diversos tratamentos podem ser classificados como processos biológicos, físicos, químicos e físico-químicos. No entanto, muitas dessas abordagens são complexas, dispendiosas, demoradas e consomem uma elevada quantidade de energia.

Figura 1 - Vários métodos de tratamento de águas residuais oleosas.



Fonte: Adaptado de ZHAO *et al.* (2021).

Os processos biológicos, embora sejam viáveis, enfrentam desafios devido à presença de biocidas prejudiciais aos microrganismos do lodo ativado, além de requererem longos tempos de residência e amplas áreas de tratamento. Já a ultrafiltração é atraente devido ao seu baixo consumo de energia, porém, seu alto custo instrumental pode impactar sua viabilidade econômica (MERMA *et al.*, 2020; ZHAO *et al.*, 2021). Os métodos de sedimentação por gravidade, como o separador API (*Application Programming Interface*), são amplamente empregados, mas não são adequados para aplicações marítimas. Esta inviabilidade se dá devido a restrições de tamanho, taxa lenta de processamento, eficiência insuficiente de tratamento e sensibilidade a perturbações externas (LIU *et al.*, 2022).

A filtração e a adsorção por membrana, por si só, muitas vezes não conseguem tratar eficientemente as águas residuais, a menos que sejam integradas com processos completos de pré-tratamento. Caso contrário, com o tempo, esses processos se tornam menos produtivos devido ao bloqueio de poros com poluentes e à perda de fluxo (TAHREEN; JAMI; ALI, 2020). Já os métodos de coagulação e flotação química são reconhecidos por sua viabilidade econômica, relevância ecológica, simplicidade operacional e baixo custo, o que os torna opções atrativas (FAVERO *et al.*, 2020). No entanto, processos químicos demandam adição extensiva de produtos químicos e enfrentam desafios relacionados à corrosão e resíduos sólidos (MANILAL; SOLOMAN; BASHA, 2020).

A maioria dos métodos existentes encontra dificuldade em remover óleos suspensos minúsculos e componentes orgânicos, o que exige novas tecnologias para solucionar esses problemas. Neste contexto, os métodos eletroquímicos surgiram como uma alternativa promissora para o tratamento de águas residuais contaminadas por poluentes orgânicos (JIANG *et al.*, 2019). Técnicas combinadas têm demonstrado eficácia, como evidenciado no estudo de Khosravanipour Mostafazadeh *et al.* (2019), que integra tecnologias de filtração por membrana, eletroquímica e adsorção no tratamento sequencial de águas residuais.

A EC é uma técnica eficiente e promissora no tratamento de efluentes oleosos, oferecendo altas taxas de remoção de TOG e uma boa relação de custo benefício (DIZGE *et al.*, 2018). Vale ressaltar que a EC está à frente da coagulação química (CQ) em diversos aspectos, eliminando, por exemplo, a necessidade de peças móveis durante a operação, simplificando o processo e reduzindo os requisitos de

manutenção. De acordo com Tahreen, Jami e Ali (2020), a EC proporciona uma remoção de DQO quase 20% superior à da CQ, resultando em lodo mais sedimentável e estágios de coagulação mais estáveis.

Enquanto a CQ envolve a adição de coagulantes como Al^{3+} e Fe^{3+} para desestabilizar emulsões e permitir sua separação, a EC representa uma abordagem avançada desse processo, utilizando eletrodos para gerar coagulantes. Essa abordagem melhora o desempenho econômico e energético do processo, além de possibilitar sua automação (ZHANG *et al.*, 2022). Além das vantagens já mencionadas, a EC se beneficia de sua taxa de tratamento ajustável e da geração reduzida de lodo (CHOW; PHAM, 2019).

2.2. ELETROCOAGULAÇÃO

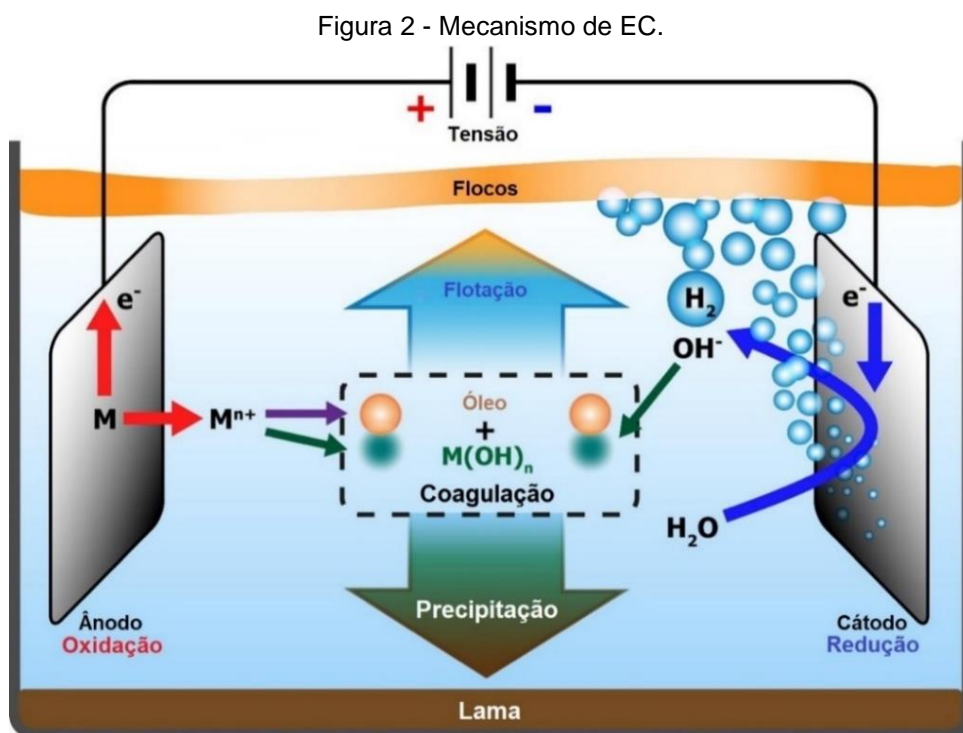
A EC é definida como um processo que desestabiliza coloides, emulsões, contaminantes dissolvidos em meio aquoso ou sólidos finos em suspensão. O reagente coagulante é dosado com base na energia elétrica aplicada, eliminando a necessidade de manipulação de produtos químicos. Para isso, placas metálicas, geralmente feitas de ferro (Fe) e/ou alumínio (Al), são usadas como eletrodos de sacrifício. Durante o processo eletrolítico, o metal exposto ao meio é oxidado, resultando na liberação de íons metálicos (LACASA *et al.*, 2019). O Al tem sido amplamente utilizado no processo de EC devido ao seu melhor desempenho no tratamento de águas residuais oleosas. Sabe-se que, após reações complexas, o Al produz flocos de $Al(OH)_3$ caracterizados por alta adsorvibilidade e estrutura amorfa (KHALIFA *et al.*, 2021).

Um outro benefício da EC é a possibilidade de reaproveitar metais para a fabricação dos eletrodos. Neste cenário, as metalurgias geram anualmente uma grande quantidade de sucata metálica como subproduto das operações de usinagem em tornos e máquinas de controle computadorizado. O acúmulo desses resíduos metálicos representa uma ameaça ambiental e um desafio logístico na gestão. Nesse contexto, a utilização de resíduos de ferro e alumínio como ânodos de sacrifício no processo de EC emerge como uma alternativa vantajosa. Isso se dá não apenas do ponto de vista econômico, devido ao custo inferior desses materiais

em comparação com o metal virgem, mas também do ponto de vista ambiental (OMWENE *et al.*, 2019).

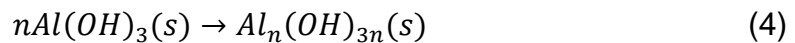
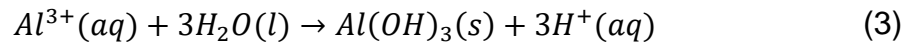
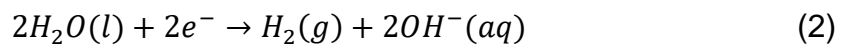
Um dos inconvenientes gerados ao final nesse processo é a formação de lodo. Para solucionar isto, algumas opções já têm sido avaliadas e realizadas para utilização deste subproduto, como por exemplo: a incineração do material devido a seu alto poder calorífico, sendo que a cinza pode ser reaproveitada na cimentação; e a mistura à combustíveis por seu alto teor de óleo. Simultaneamente à EC, ocorre a eletrofloculação (EF) através das bolhas de gás, favorecendo a flotação de emulsões de óleo de pequeno porte. A principal vantagem da EF em relação aos métodos tradicionais de flotação é a produção de bolhas pequenas que podem remover emulsões de óleo de tamanhos semelhantes (KHALIFA *et al.*, 2021).

O principal mecanismo (Figura 2) da reação de EC envolve a oxidação do metal e a redução da água. Os íons liberados durante a EC formam uma variedade de hidróxidos, incluindo complexos e hidróxidos metálicos, juntamente com a formação de bolhas de gás hidrogênio. Essas espécies funcionam como agentes coagulantes e floculantes, promovendo a desestabilização da emulsão, agregação e precipitação dos materiais poluentes presentes (AN *et al.*, 2017).



Fonte: Adaptado de AN *et al.* (2017).

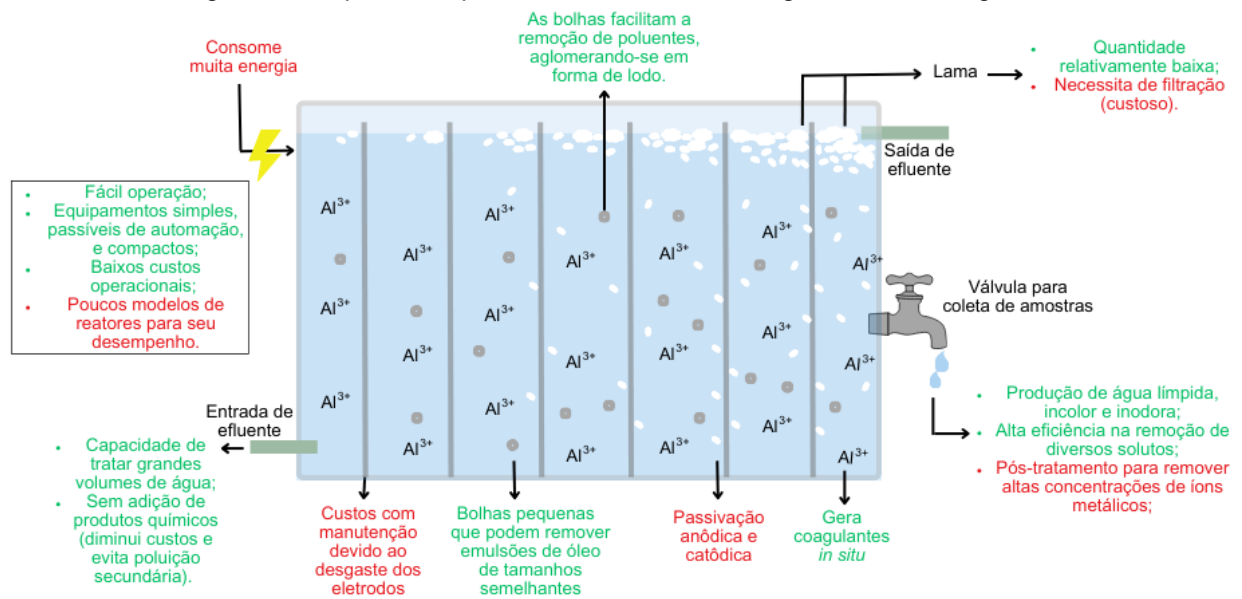
Quando o eletrodo utilizado é o alumínio, esse processo pode ser descrito pelas Equações 1 e 2. A formação de hidróxidos de alumínio resultante da reação está resumida na Equação 3. É importante notar que, na realidade, a reação resulta na formação de vários hidróxidos de alumínio, coexistindo no meio, como boemita, gibbsita e bayerita, dependendo do pH da solução, conforme representado na Equação 4 (GOREN; KOBAYA, 2021; ZHANG *et al.*, 2022).



Muitos pesquisadores preferem trabalhar com emulsões modelo, para que a análise dos efeitos seja realizada a partir de compostos conhecidos, e posteriormente possam avançar com efluentes reais. Tais emulsões geralmente são preparadas por agitação mecânica de concentrações de óleo, cloreto de sódio atuando como eletrólito, e um agente emulsificante (que evita a separação de fases), todos diluídos em água destilada. A configuração do equipamento experimental pode ser adaptada para diferentes arranjos de eletrodos e reatores. Além disso, a bancada também é composta por fontes de alimentação de corrente, bombas peristálticas (no caso de operação contínua), multímetros e pHmetros para monitorar as condições do sistema (MERMA *et al.*, 2020).

Na Figura 3 a esquematização estabelece as vantagens e desvantagens do processo de EC destacadas ao longo do processo de EC. À medida que as limitações da EC são superadas por meio de pesquisas mais detalhadas, este método tem se consolidado como uma alternativa sustentável entre os processos eletroquímicos. Até o momento, estudos realizados globalmente sobre a EC, têm obtido resultados promissores (TAHREEN; JAMI; ALI, 2020).

Figura 3 - Esquema do processo de EC com vantagens e desvantagens.



Legenda: (Verde) – vantagens; (Vermelho) – desvantagens.

Fonte: Autora (2024).

Baseado nos trabalhos de: Crini e Lichtfouse (2019), Dizge *et al.* (2018), Hashim *et al.* (2017), Khalifa *et al.* (2021), Moradi *et al.* (2021), Moussa *et al.* (2017), Musa e Idrus (2021), Shahedi *et al.* (2023).

Pesquisas recentes (AHANGARNOKOLAEI; AYATI; GANJIDOUST, 2021) buscam melhorar o desempenho da EC implementando novos formatos de eletrodos, redução de custos com o reaproveitamento de placas metálicas, dispositivos que favorecem o consumo de energia, e diminuição da produção de lodo com configurações de processo. Além disso, há estudos que investigam o uso de materiais alternativos para eletrodos, como manganês (Mn) e Cobre (Cu), a aplicação de corrente alternada (CA) para controlar a passivação destes e a utilização de energia solar por meio de placas fotovoltaicas como fonte de alimentação.

2.2.1. Fatores estudados

Dentre as distintas variáveis investigadas nesses estudos, destacam-se a densidade de corrente, a distância entre os eletrodos (DEE) e a vazão de efluente como parâmetros de entrada. Também podem incluir o pH, a concentração inicial do eletrólito, o tipo de efluente oleoso, entre outros. Quanto às variáveis de saída, estas incluem a remoção de óleo, o consumo de eletricidade e eletrodos, a demanda

química de oxigênio, a turbidez e a variação do pH. Alguns estudos (GOBBI *et al.*, 2018; SHONZA *et al.*, 2022) optam por utilizar inversores de polaridade para variar ânodos e cátodos, a fim de reduzir o desgaste das placas metálicas e elevar a vida útil do equipamento. Com isso, este também pode ser uma variável a ser avaliada.

Um parâmetro fundamental que influencia a eficiência da EC é a densidade de corrente, que corresponde à corrente aplicada por unidade de área da superfície do eletrodo. A densidade de corrente aplicada está diretamente relacionada a taxa de liberação de elétrons resultante da dissociação dos íons metálicos do eletrodo (HAKIZIMANA *et al.*, 2017). A DEE também desempenha um papel importante na operação da EC, pois influencia o campo eletrostático entre o ânodo e o cátodo. Um campo eletrostático maior degrada os hidróxidos metálicos auxiliando na formação de flocos devido a fortes colisões decorrentes da alta atração eletrostática (MORADI *et al.*, 2021).

O pH também tem um impacto no processo de EC, afetando a condutividade e a dissolução do eletrodo na solução de águas residuais. No entanto, o pH tende a mudar ao longo do processo de EC, tornando difícil estabelecer uma relação direta entre o pH e a eficiência do processo (MOUSSA *et al.*, 2017). Portanto, medir o pH ao longo do processo é uma abordagem apropriada para determinar o seu efeito na EC e ainda avaliar se atendem aos limites estabelecidos pela Resolução 430 do CONAMA (2011).

A análise do potencial zeta é amplamente usada em processos de eletrocoagulação para avaliar a estabilidade de partículas coloidais em suspensão e otimizar a remoção de contaminantes. Em sistemas de eletrocoagulação, este fator reflete a magnitude da repulsão eletrostática entre as partículas, sendo um fator determinante na coagulação eficaz. À medida que o potencial diminui, a tendência das partículas a se agregarem aumenta, facilitando sua remoção do meio aquoso. Em estudos recentes, foi demonstrado que a aproximação do potencial zeta a zero está correlacionada com uma maior eficiência na remoção de poluentes, como matéria orgânica e corantes, particularmente em efluentes industriais e de águas residuais (BENER *et al.*, 2019).

A configuração geométrica também desempenha um papel crucial na eficácia da EC. Portanto, a investigação e discussão sobre a aplicação de diferentes tipos de eletrodos no tratamento de efluentes impulsionam pesquisas fundamentais para o

avanço desse campo. Isso é evidenciado por iniciativas de pesquisa recentes que exploram novos arranjos e materiais de eletrodos, bem como a possibilidade de reutilização de materiais metálicos (OMWENE *et al.*, 2019). Outra abordagem inclui a utilização de eletrodos perfurados, como no estudo de Dias, Muniz e Porto (2019).

A Tabela 1 exhibe as particularidades de trabalhos anteriores realizados por um mesmo grupo de pesquisa, aplicando EC em um sistema contínuo. Nesta tabela foram destacadas as referências dos estudos, a geometria do reator, o composto a ser separado por EC, a configuração (conf.) de eletrodos, a variável independente (x), e a porcentagem de remoção de TOG (%TOG). Vale ressaltar que todos esses estudos envolveram inversão de polaridade, utilização de placas de alumínio e tratamento de emulsões modelo oleosas. Todas as %TOG referem-se a experimentos que obtiveram pH de acordo com a legislação.

Tabela 1 – Principais atributos de trabalhos anteriores.

Referência	Geometria do reator	Composto a separar	Configuração de eletrodos	Variável independente	%TOG
(DIAS; MUNIZ; PORTO, 2019)	Retangular	Fluido de corte	6 placas paralelas	Nº de furos nos eletrodos, Q , DEE	89,6
(SHONZA <i>et al.</i> , 2022)	Retangular	Petróleo	6 placas paralelas	Q , i , DEE	78,6
(ANDREATTA <i>et al.</i> , 2022)	Cilíndrico	Petróleo	4 eletrodos côncavos	Q , i , DEE	86,8
(NASCIMENTO <i>et al.</i> , 2023)	Cilíndrico	Óleo de motor 15W40	6 placas paralelas	t_{esp} , t_{inv}	91,5

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], DEE é a distância entre eletrodos [mm], i é a corrente elétrica (A), t_{esp} é o tempo espacial [min], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s] e %TOG é o percentual de remoção do teor de óleos e graxas.

Fonte: Autora (2024).

Uma variável independente bastante considerada nos últimos estudos é a vazão volumétrica (Q). A medida em que Q aumenta, o tempo espacial decresce (NASCIMENTO *et al.*, 2023). Sabe-se que, o tempo que as partículas ficam retidas no reator interfere na dosagem de coagulantes e na taxa de geração de bolhas (JIANG *et al.*, 2019), ou seja, pode interferir na eficiência do processo. Shonza *et al.* (2022) indicaram que a %TOG tende a diminuir com o aumento da Q . Enquanto Andreatta *et al.* (2022), em um estudo inovador de um reator cilíndrico com entrada tangencial, alcançou o aumento da %TOG com a Q .

No que se refere a DEE, o estudo de Shonza *et al.* (2022) indicou que a %TOG tende a diminuir com o seu aumento. No entanto, a maior %TOG, dentro da faixa de pH regulamentada, foi obtida com os valores mais baixos das variáveis de entrada (2 A, 10 mm e 2 mL/s). Já o estudo de Dias, Muniz e Porto (2019) indicou que a %TOG aumenta com o número de furos nos eletrodos e com uma maior DEE. Os dois trabalhos supracitados utilizam a mesma faixa de DEE (10 a 20 mm), e a diferença na influência da DEE observada neles evidencia a importância de avaliar como os parâmetros iniciais interagem entre si, bem como analisar o contexto global do sistema.

2.2.2. Equipamentos com eletrodos em formato de chicanas

Atualmente, a maioria dos reatores de EC descritos na literatura ainda utilizam por placas metálicas simples, dispostas em um arranjo paralelo dentro de um recipiente (HASHIM *et al.*, 2017). No entanto, estudos sobre reatores de EC com eletrodos em forma de chicanas ainda são incipientes, mas demonstram ser pertinentes. Essa evolução pode ser observada nos estudos recentes pontuados na Tabela 2, que destacam as referências, os compostos separados, a configuração dos eletrodos, a direção do fluxo, as variáveis de resposta, e os percentuais de remoção dessas variáveis resposta. Todos os estudos foram conduzidos em sistemas contínuos e utilizaram predominantemente o alumínio, exceto o estudo de Ahangarnokolaei, Ayati e Ganjidoust (2021) que utilizaram aço inoxidável e ferro.

Kambuyu *et al.* (2021) realizaram uma comparação entre reatores de EC em modo descontínuo e contínuo, com o formato de chicanas, no tratamento de água rica em argila. No modo contínuo, foi possível atingir 82,27% de remoção de turbidez, sendo cerca de 14% mais eficiente que o modo descontínuo. O novo formato dos eletrodos no modo contínuo promoveu a reutilização dos flocos como coagulantes adicionais, o que melhorou a desestabilização das partículas em suspensão. Além disso, uma avaliação do comportamento hidrodinâmico indicou boa operação do reator sem apresentar zonas de estagnação.

Tabela 2 - Características de trabalhos envolvendo EC com eletrodos em formato de chicanas.

Referência	Espécie a separar	Conf. de Eletrodos	Direção do fluxo	Variável resposta	Remoção da variável resposta (%)
(KAMBUYI <i>et al.</i> , 2021)	Argila	20 placas paralelas	Vertical (zig zag)	Turbidez	82,27
(HASHIM <i>et al.</i> , 2019)	Fosfato	6 placas paralelas perfuradas	Horizontal	Concentração de fosfato	100
(HASHIM <i>et al.</i> , 2020)	<i>Escherichia coli</i>	4 placas paralelas perfuradas	Horizontal	Concentração de <i>Escherichia coli</i>	96
(UBALE; SALKAR, 2017)	Resíduo têxtil (corante)	12 placas paralelas	Horizontal (zig zag)	Turbidez; Cor; DQO;	97,63 87,87 93,3
(AHANGARNOKOLAEI ; AYATI; GANJIDOUST, 2021)	<i>Direct Blue 71</i> (corante)	2 placas paralelas	Horizontal (zig zag)	Concentração de corante; DQO	99,1 47,2

Legenda: DQO é a demanda química de oxigênio [mgO₂/L].

Fonte: Autora (2024).

Os resultados do estudo de Hashim *et al.* (2019) indicam que o novo reator, que obtém placas com tal configuração, em escala de bancada alcançou uma eficiência de remoção de fosfato comparável àquelas descritas na literatura, que requerem energia adicional para funcionar, sem a necessidade de agitadores. Em condições otimizadas, 50 min de processo eletrolítico foram suficientes para remoção completa de fosfato. Assim, essa nova configuração se apresenta como uma solução mais econômica em relação aos reatores tradicionais.

Em um outro estudo sobre a aplicação desta configuração na EC, Hashim *et al.* (2020) obtiveram 96% de remoção de *Escherichia coli* em um efluente modelo. Semelhantemente ao trabalho anterior, esses resultados foram comparáveis aos relatados na literatura, porém com um consumo de energia reduzido. No tratamento de efluentes contendo resíduos têxteis, foram observadas ótimas reduções de turbidez, cor e DQO. Os autores enfatizaram possibilidade de aplicação de um modelo compacto de reator contínuo, eficiente na remoção de poluentes de águas residuais.

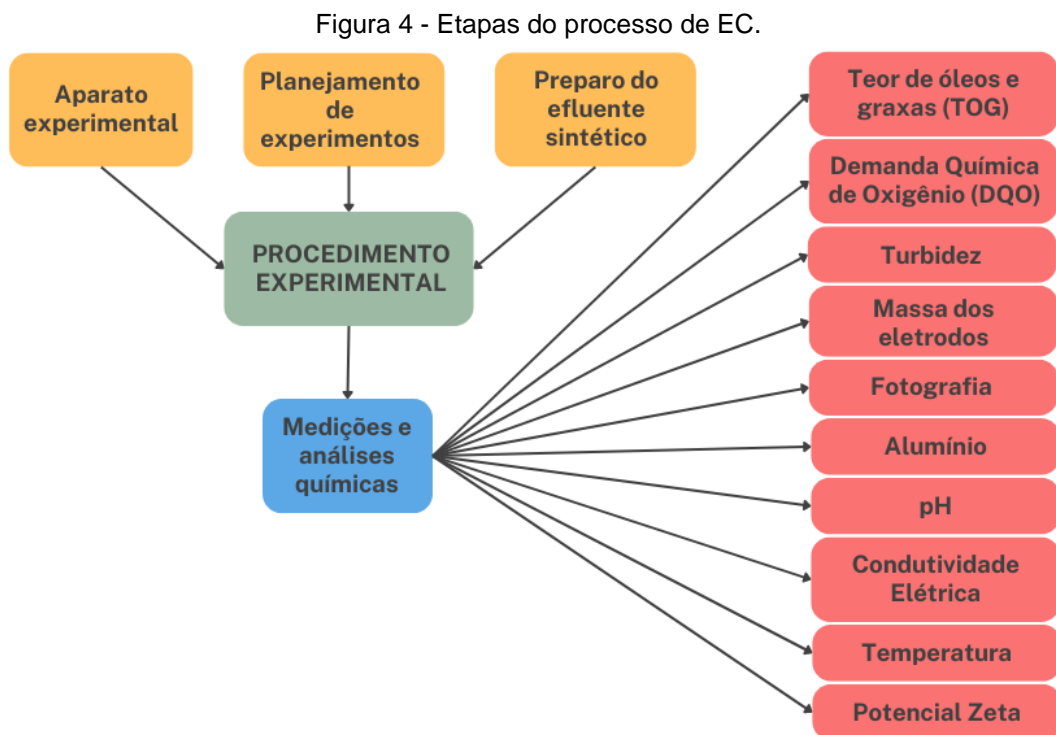
No tratamento de efluentes contendo corantes (AHANGARNOKOLAEI; AYATI; GANJIDOUST, 2021), o reator de EC equipado com eletrodos em formato de chicanas mostrou-se mais eficiente em comparação ao sistema sem formato. A otimização de parâmetros operacionais possibilitou alta remoção de corantes e

DQO, com menor consumo de energia e custos operacionais. Houve também melhorias nas características do lodo produzido, com menor tempo e área necessários para sua remoção. O processo conseguiu transformar águas residuais tóxicas e de difícil biodegradabilidade em águas residuais não tóxicas, incolores e mais simples.

Os estudos recentes demonstram avanços promissores na melhoria do desempenho da EC, impulsionados por inovações como novos formatos de eletrodos. Os resultados indicam eficiências notáveis na remoção de poluentes, frequentemente associada a uma redução no consumo de energia. Há uma tendência crescente de novos estudos em otimizar parâmetros e expandir a aplicabilidade da EC, como no tratamento de efluentes oleosos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, descreveram-se os procedimentos experimentais e materiais utilizados nos experimentos, assim como as análises realizadas. Assim, este segmento proporciona uma visão abrangente e detalhada do processo de EC. O fluxograma da Figura 4 sintetiza as etapas do processo de EC, fornecendo uma orientação visual para a sequência das atividades experimentais.



Fonte: A autora (2024).

Um aparato experimental adequado e um planejamento detalhado são essenciais, além da preparação prévia do efluente modelo. Após os experimentos, realizaram-se medições das variáveis de interesse, complementadas por análises químicas para verificar se os objetivos atingidos de acordo com os critérios estabelecidos.

3.1. REAGENTES E SOLVENTES

Este tópico descreve os reagentes e solventes utilizados ao longo de todos os experimentos bem como em suas análises químicas. Utilizou-se a água destilada do

laboratório de Operações Unitárias, pertencente ao Departamento de Engenharia e Tecnologia da UFES. Na Tabela 3 pode-se observar os demais compostos, bem como suas marcas, sendo estes com grau de pureza especificado entre 95,0 e 99,5%.

Tabela 3 – Reagentes e solventes utilizados nesta pesquisa.

Composto químico	Marca	Grau de pureza (%)
Óleo lubrificante 15W-40	Lubrax®	-
Tween 80 P.S.	Dinâmica®	> 98
Hexano HPLC	Supelco®	95 a 99
Ácido sulfúrico P.A.	NEON®	95 a 98
Ácido ascórbico P.A.	Synth®	≥ 99
Ácido acético P.A.	Dinâmica®	99 a 99,5
Ácido clorídrico P.A.	Dinâmica®	≥ 99
Acetato de sódio P.A.	Synth®	≥ 99
Alumen de potássio (AlK(SO ₄) ₂ · 12H ₂ O)	QuimisulSC®	98 a 99
Biftalato de potássio P.A.	Dinâmica®	≥ 99,8
Cloreto de sódio P.A.	Dinâmica®	≥ 99,5
Dicromato de potássio P.A.	NEON®	≥ 99,5
Eriocromo cianina	Supelco®	95 a 98
Hidróxido de sódio P.A.	Dinâmica®	≥ 98
Sulfato de mercúrio P.A.	Synth®	≥ 99
Sulfato de prata P.A.	Synth®	≥ 99
Sulfato de sódio anidro P.A.	Dinâmica®	≥ 99,5

Fonte: A autora (2024).

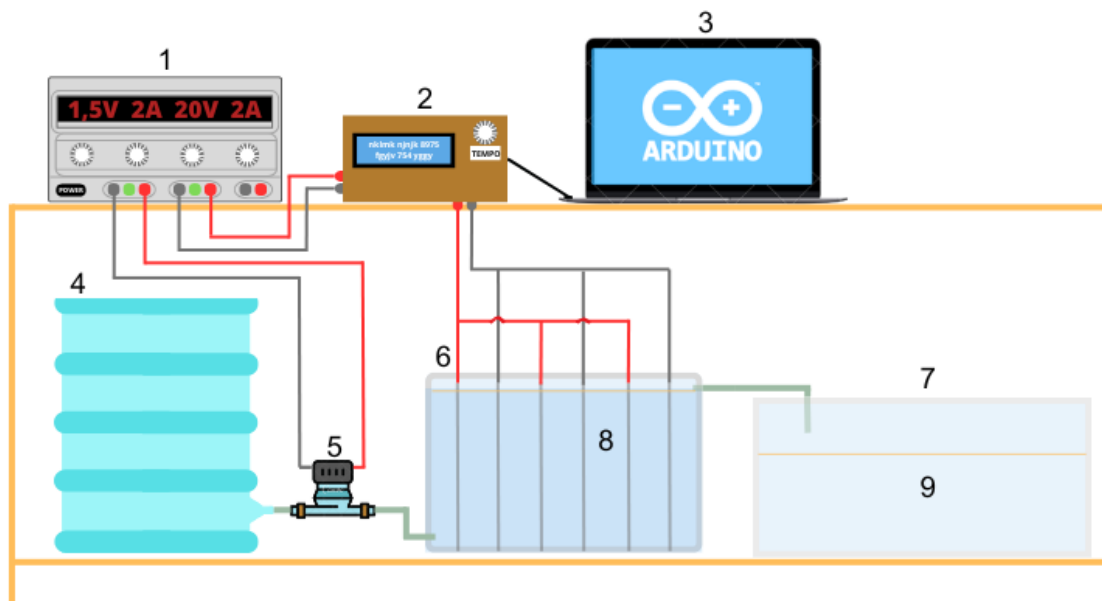
3.2. APARATO E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Realizaram-se os experimentos em um reator eletrolítico retangular de bancada, operando em regime contínuo conforme o sistema de EC de SATIRO (2017). A Figura 5 ilustra o aparato experimental. Alimentou-se o reator com efluente modelo por uma bomba peristáltica e tubulações conectadas ao reator fabricado em acrílico. As vazões volumétricas foram ajustadas conforme a faixa de operação da bomba e a saída do reator foi ajustada para manter o volume constante no sistema.

No interior do reator, os eletrodos de alumínio foram conectados a um inversor de polaridade, que alterna a corrente elétrica entre eles. Esse inversor de polaridade, que é uma placa de *hardware* capaz de inverter a polaridade em tempos específicos,

foi conectado a um computador para monitoramento e armazenamento dos valores de corrente e tensão. Conectou-se o inversor de polaridade a uma fonte DC, da marca Minipa®, modelo MPC-3005, configurada para fornecer 2A e 20V em todos os experimentos. Tais valores respeitam as limitações do aparelho e as diretrizes do grupo de pesquisa, como no trabalho de Andreatta *et al.* (2022).

Figura 5 - Ilustração do aparato experimental.



Legenda: (1) – Fonte de energia elétrica, (2) – Inversor de polaridade, (3) – Computador, (4) – Tanque de alimentação, (5) – Bomba peristáltica, (6) – Reator de EC, (7) – Tanque de armazenamento, (8) – Emulsão modelo O/A, (9) – Efluente tratado.

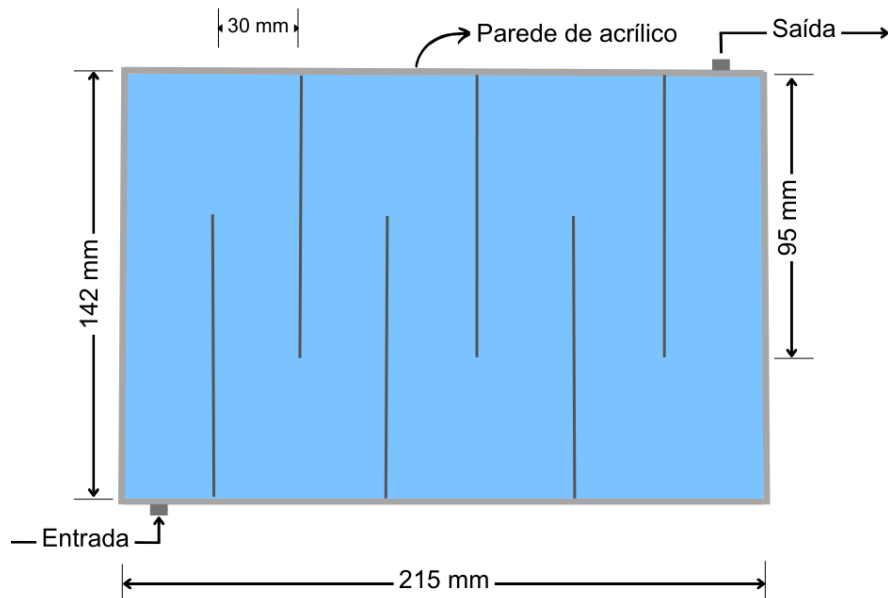
Fonte: A autora (2024).

Os eletrodos dispostos em um arranjo em que três placas de ânodos se alternam com três placas de cátodos, formando um padrão em formato de chicanas, conforme ilustrado na Figura 6. As extremidades dos eletrodos foram fixadas às paredes e ao fundo do reator, garantindo que cada conjunto de três placas fique posicionado de forma oposta ao outro conjunto. A fixação dessas foi realizada por meio de batentes plásticos e inertes com cerca de 5 mm de largura, presos nas paredes de fundo do reator. Cada placa cobre dois terços da largura do reator, deixando um terço livre para o movimento do fluido.

A fim de se observar o comportamento fluidodinâmico do reator, realizou-se um teste alimentando o reator com água destilada por uma bomba peristáltica. Gotejou-se uma gota de tinta branca na entrada do reator, tornando possível se observar o caminho que o fluido percorre ao longo do reator, bem como as regiões mortas. O

volume útil do reator é de 3,75 L, e suas demais dimensões estão expostas no Apêndice A.

Figura 6 - Ilustração da vista superior do reator retangular em formato de chicanas.



Fonte: A autora (2023).

A distância entre os eletrodos (DEE) foi definida a partir do comprimento do reator; a fim de garantir uma disposição uniforme das placas de alumínio, mantendo um espaçamento adequado entre si e em relação às paredes laterais do reator de acrílico. Esse arranjo assegura o fluxo apropriado do efluente oleoso dentro do reator configurado com eletrodos em formato de chicanas. A determinação da altura de saída do reator permitiu definir o volume interno máximo, o volume necessário do efluente oleoso modelo e o dimensionamento adequado dos tanques de alimentação e de armazenamento.

Durante os experimentos, a emulsão modelo foi adicionada até atingir o volume útil do reator, mantendo-se o restante no tanque de alimentação. Após a interconexão de todos os equipamentos, conforme descrito anteriormente, o sistema elétrico foi acionado e iniciou-se a reação eletrolítica programada para durar 30 min em cada experimento. Coletaram-se cinco amostras (aos 0, 5, 10, 20 e 30 min) de aproximadamente 250 mL cada, para a realização das análises subsequentes.

3.3. PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Inicialmente, aplicou-se uma metodologia analítica baseada em um planejamento fatorial 2^2 com réplicas no ponto central, seguida de uma análise estatística da superfície de resposta para os parâmetros %TOG, %DQO e %Turb. Observou-se um comportamento não linear, o que indicou a necessidade de se adicionar novos pontos ao planejamento para aprimorar a análise.

Para uma avaliação abrangente dos fatores de estudo, adotou-se uma metodologia estatística baseada em um planejamento fatorial 2^K com réplicas no ponto central e 4 pontos axiais, visando a aplicação de um planejamento do tipo delineamento composto central (DCC). Este também é denominado de configuração “estrela”, sendo amplamente utilizado na investigação de um modelo quadrático (NETO, SCARMINIO, BRUNS, 2010).

Os fatores investigados foram a Q , expressa em mililitros por segundo, e o t_{inv} , medido em segundos. Selecionaram-se essas variáveis independentes com base em sua relevância para o processo de EC, observada nos estudos de Andreatta *et al.* (2022) e Nascimento *et al.* (2023).

Quanto as variáveis resposta, devido a sua importância na avaliação de desempenho e eficiência do sistema, determinaram-se o TOG, a DQO, a Turbidez e o consumo de energia e a eficiência energética. Os demais parâmetros não foram analisados estatisticamente. Realizaram-se os experimentos da matriz de planejamento de forma aleatória, a partir dos parâmetros codificados apresentados na Tabela 4. Foram definidos dois níveis mínimo e máximo (-1 e 1), enquanto os pontos axiais foram calculados utilizando a equação proposta por BOX e Wilson (1992). A equação é dada por $\alpha = [2^K]^{1/4}$, em que K representa o número de variáveis independentes, pôde-se calcular os pontos axiais. Neste trabalho, $K = 2$, correspondendo às variáveis vazão (Q) e tempo de inversão (t_{inv}).

Os níveis reais do fator t_{inv} foram estabelecidos com base nas limitações do sistema desenvolvido. Os níveis reais da Q foram determinado a partir de uma curva de calibração entre Q e a tensão da bomba. Esses níveis estão dispostos na Tabela 5. Os valores reais foram escolhidos referente aos níveis codificados $-\alpha$, -1, 0, +1 e $+\alpha$ foram escolhidos de acordo com a faixa de operação da bomba peristáltica e do

inversor de polaridade, e de acordo com as equações 5 e 6 adaptadas de Montgomery (2017). Assim, o fator axial foi determinado como $\pm 1,41$.

Tabela 4 - Matriz de planejamento de experimentos.

Experimento	Variáveis codificadas	
	Q	T_{inv}
1	-1	-1
2	1	-1
3	-1	1
4	1	1
5	0	0
6	0	0
7	0	0
8	$-\alpha$	0
9	α	0
10	0	$-\alpha$
11	0	α

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s] e t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s].

Fonte: A autora (2024).

$$X_Q = \frac{Q - 4 \text{ mL/s}}{1 \text{ mL/s}} \quad (5)$$

$$X_{t_{inv}} = \frac{t_{inv} - 20s}{5s} \quad (6)$$

Tabela 5 - Fatores e níveis a serem estudados.

Fatores	Níveis				
	-1,41	-1	0	1	+1,41
Q (mL/s)	2,59	3,00	4,00	5,00	5,41
t_{inv} (s)	12,95	15,00	20,00	25,00	27,05

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s] e t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s].

Fonte: A autora (2024).

A partir do planejamento experimental e das variáveis resposta, realizam-se cálculos para determinar os efeitos dos fatores e suas interações, em um nível de confiança de 95%. Esses cálculos foram realizados utilizando o software *Statistica for Windows*, resultando em um modelo quadrático para cada variável resposta (y), conforme a Equação 7. A partir dessas análises, identificaram-se as variáveis de entrada (x) que impactam os resultados.

$$y = \beta_0 + \beta_1x_1 + \beta_{11}x_1^2 + \beta_2x_2 + \beta_{22}x_2^2 + \beta_{12}x_1x_2 + \varepsilon \quad (7)$$

Em uma análise estatística, especialmente em contextos de experimentos e modelagem de dados, alguns elementos são cruciais para entender a relevância e a influência das variáveis no comportamento do sistema, e a seguir estão relacionados os elementos avaliados nesta pesquisa. O gráfico de Pareto ordena os efeitos dos fatores do maior para o menor, facilitando a identificação das variáveis mais significativas. Os efeitos medem a influência de cada variável na resposta. Os coeficientes indicam a direção e a intensidade da relação entre as variáveis independentes e a resposta. Os desvios padrão avaliam a variabilidade dos dados em relação à média (NETO, SCARMINIO, BRUNS, 2010).

Os p-valores testam a significância estatística dos efeitos. Um p-valor > 0,05 reflete a região de aceitação da hipótese nula (situação em que as médias são iguais), enquanto p-valor < 0,05 reflete a região de aceitação da hipótese alternativa (quando as médias se diferem). Sendo assim, um p-valor < 0,05 indica que há baixa probabilidade de que o efeito observado seja devido ao acaso, ou seja, é significativo. A superfície de resposta é uma representação gráfica que mostra como as variáveis independentes influenciam a resposta, sendo útil para visualizar e otimizar as condições que maximizam ou minimizam a variável de interesse. O gráfico de valores normais *versus* resíduos avalia se os resíduos seguem uma distribuição normal; caso siga, indicam que o modelo é adequado e as inferências são confiáveis. O gráfico de resíduos *versus* valores preditos verifica a adequação do modelo ao comparar os resíduos. Uma distribuição aleatória dos resíduos indica que o modelo é apropriado (RODRIGUES, IEMMA, 2014).

3.4. PREPARO DO EFLUENTE MODELO

A preparação do efluente modelo segue procedimentos analíticos adequados. O processo de preparo consiste na formação de uma emulsão modelo que contém os compostos e as concentrações especificadas na Tabela 6. O óleo lubrificante 15W40 é o soluto que se deseja separar, o cloreto de sódio (NaCl) atua como eletrólito, e o Tween atua como agente emulsificante. As quantidades dos componentes foram baseadas nos estudos de Gobbi *et al.* (2018) e Nascimento *et al.* (2023), com

ajustes na concentração de NaCl visando aprimorar o desempenho do sistema. As concentrações empregadas estão em consonância com a Resolução 357 do CONAMA (2005).

Tabela 6 – Quantificação dos compostos no preparo do efluente oleoso.

Composto	Concentração (mg/L)	Massa (g) para 15L
Óleo de motor	200	3,0
NaCl	267	4,0
TWEEN 80	20	0,3

Fonte: Autora (2024).

O volume de água destilada utilizado corresponde ao volume total de efluente desejado, desprezando o volume dos demais componentes. O óleo de motor selecionado foi o da marca Lubrax®, semissintético, com viscosidade de 15W40, conforme a classificação SAE, que indica sua viscosidade em diferentes condições de temperatura (Tabela 7). Este óleo é adequado para uma ampla faixa de temperatura, garantindo boa fluidez em temperaturas baixas e proteção ao motor em elevadas temperaturas devido à sua viscosidade. Os componentes da emulsão foram vigorosamente agitados em um agitador Ultra Turrax, modelo T50 digital da marca IKA a 8800 rpm, em três estágios de sete min cada, com intervalos de sete min entre os estágios.

A emulsão resultante foi submetida ao processo de EC após um período de estabilização de 12 h (Anexo A), conforme relatado por Nascimento *et al.* (2023). Durante esse período, a concentração de óleo reduziu de 200 mg/L para aproximadamente 150 mg/L, seguindo uma tendência linear após o tempo de repouso. Essa metodologia foi adotada para avaliar a remoção de óleo exclusivamente pelo processo de EC, sem interferências decorrentes da estabilidade da emulsão. Após o tempo de estabilização, o filme de óleo formado na emulsão (sobrenadante) foi removido e descartado, para que este não fosse novamente incorporado durante o processo fluidodinâmico.

Tabela 7 - Dados técnicos do óleo Lubrax 15W40.

Dado	Grau SAE 15W-40
Número de Registro da ANP	3989
Número da FISPQ	1011499
Densidade a 20°C (g/cm ³)	0,8756
Viscosidade a 40°C (cSt)	103,4

Viscosidade a 100°C (cSt)	14,0
Índice de Viscosidade	137

Legenda: ANP é a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis; FISPQ é a Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos; e SAE é a *Society of Automotive Engineers*.

Fonte: Adaptado de Petrobras Distribuidora S.A. (2020, 2021).

3.5. METODOLOGIA ANALÍTICA

Com a retirada das alíquotas amostrais nos intervalos predefinidos, procedeu-se com as análises requeridas. As amostras foram submetidas a um período de repouso de duas h antes da execução das análises subsequentes.

3.5.1. Determinação do TOG e %TOG

O método colorimétrico 5520 foi adaptado do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA, 2005) para a determinação do TOG. Este consistiu na construção de uma curva de calibração de óleo em hexano, e posteriormente a extração do óleo utilizando hexano como solvente. A metodologia encontra-se descrita no Apêndice C. Calculou-se a eficiência de remoção do TOG pela Equação 8, na qual TOG_0 representa o teor inicial de óleos e graxas, e TOG_f representa o teor de óleos e graxas da amostra no momento da coleta.

$$\%TOG = \left(\frac{TOG_0 - TOG_f}{TOG_0} \right) * 100\% \quad (8)$$

3.5.2. Determinação da DQO e %DQO

A DQO é útil como indicador do grau de poluição de um efluente, sendo expressa em miligramas de oxigênio por litro. O método colorimétrico 5520 foi adaptado do *Standard Methods for Examination of water and wastewater* (APHA, 2005) para a determinação da DQO. Consistiu na construção de uma curva de calibração utilizando biftalato de potássio adicionado a reagentes especificados pela norma supracitada, e analisando-as posteriormente em um espectrofotômetro. A metodologia encontra-se descrita no Apêndice D. Calculou-se a eficiência de

remoção da DQO pela Equação 9, na qual DQO_0 representa a demanda química de oxigênio inicial da emulsão, e DQO_f representa a demanda química de oxigênio da amostra no momento da coleta.

$$\%DQO = \left(\frac{DQO_0 - DQO_f}{DQO_0} \right) * 100\% \quad (9)$$

3.5.3. Determinação da Turbidez e %Turb

O procedimento para a determinação da turbidez foi adaptado do *Standard Methods for Examination of water and wastewater* (APHA, 2005). Realizam-se as medições em duplicata nas amostras coletadas utilizando o turbidímetro portátil modelo HI98703, da marca Hanna®, com faixa de leitura entre 0 e 1000 NTU. Antes das medições, o aparelho foi calibrado utilizando soluções tampão específicas do fabricante. Calculou-se a eficiência de remoção da Turbidez pela Equação 10, na qual $Turb_0$ representa a turbidez inicial da emulsão, e $Turb_f$ representa a turbidez da amostra no momento da coleta.

$$\%Turb = \left(\frac{Turb_0 - Turb_f}{Turb_0} \right) * 100\% \quad (10)$$

3.5.4. Determinação da massa dos eletrodos

Os eletrodos utilizados nos experimentos foram identificados de 1 a 6 em cada experimento, e mediu-se a massa de cada um, sendo registrada de acordo com a respectiva numeração. A balança analítica utilizada neste processo é do modelo ATY224, da marca Shimadzu®, com capacidade máxima de 220 g. Após o processo de EC, lavaram-se os eletrodos cuidadosamente com água corrente, e removeu-se o excesso de água. Em seguida, deixaram-se as placas para secar em temperatura ambiente, permitindo a evaporação de eventuais gotículas de água. Após secagem, a massa dos eletrodos foi novamente medida e registrada, podendo-se avaliar a perda de massa ocorrida durante o processo eletrolítico.

Calculou-se a perda de massa do eletrodo ($\%m_{perda}$) pela Equação 11, em que: m_i representa a massa inicial do eletrodo, e m_f representa a massa final do eletrodo.

$$\%m_{perda} = \frac{m_i - m_f}{m_i} * 100\% \quad (11)$$

3.5.5. Fotografia dos eletrodos

As avaliações do desgaste dos eletrodos foram realizadas empregando-se a captura de imagens utilizando um microscópio 1000 X. Analisaram-se as imagens de suas superfícies antes e após serem submetidas ao processo de EC. Identificou-se devidamente cada placa de 1 a 6, permitindo a comparação e análise dos resultados. Para facilitar a visualização e garantir a precisão das medições, posicionou-se uma régua de calibração junto à placa de alumínio no momento da captura das imagens. Esta forneceu uma referência de escala de 3 mm para que a análise posterior das imagens microscópicas pudesse ser realizada.

3.5.6. Determinação de alumínio

A determinação de alumínio é essencial no tratamento de efluentes, já que o CONAMA (2005) estabelece o valor de até 1,5 mg/L de Al^{3+} no descarte desses. Adaptou-se o método colorimétrico 3500-Al do *Standard Methods for Examination of water and wastewater* (APHA, 2005). O procedimento envolveu a elaboração de uma curva de calibração utilizando alúmen de potássio e eriocromo cianina, misturados aos reagentes conforme especificados pela norma anteriormente mencionada. Analisou-se, posteriormente, em um espectrofotômetro. A metodologia encontra-se descrita no Apêndice E, e foi aplicada à amostra do referente à 30 min de EC em cada experimento.

Um método alternativo também foi utilizado. Determinou-se a concentração de alumínio pelo método 3111 do *Standard Methods for Examination of water and wastewater* (APHA, 2005). Este é amplamente utilizado devido à sua precisão e capacidade de detectar alumínio em baixas concentrações, tornando-o uma

ferramenta valiosa em análises ambientais e de qualidade da água. Uma breve descrição de sua metodologia está disponível no Apêndice F, sendo esta aplicada pelo Instituto Tecnológico e de Pesquisas do Estado de Sergipe.

3.5.7. Determinação do pH

O procedimento para a determinação do pH foi adaptado do *Standard Methods for Examination of water and wastewater* (APHA, 2005). Realizaram-se medições em duplicata nas amostras pelo pHmetro portátil modelo HI9811-51, da marca Hanna Instruments®, com resolução e precisão de 0,1. Antes das medições, calibrou-se o aparelho utilizando soluções tampão de pH 4 e 7.

3.5.8. Condutividade elétrica

Adaptou-se o procedimento para a determinação da condutividade elétrica do *Standard Methods for Examination of water and wastewater* (APHA, 2005). Realizaram-se as medições em duplicata nas amostras coletadas utilizando o condutivímetro portátil modelo HI9811-51, da marca Hanna Instruments®, com resolução de 10 $\mu\text{S}/\text{cm}$ e precisão de 2% da escala completa. Para realizar a leitura, inseriu-se o eletrodo do condutivímetro na amostra, e após estabilização registrou-se o valor medido. Calibrou-se o equipamento previamente a cada ensaio, utilizando uma solução padrão de NaCl de 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

3.5.9. Temperatura

Aferiu-se a temperatura com o uso de um termômetro de líquido em vidro. Calculou-se a variação de temperatura (ΔT) pela Equação 12 em que: ΔT representa a variação de temperatura, T_i a temperatura da emulsão no tempo zero e T_f a temperatura da emulsão no final do processo.

$$\Delta T = T_f - T_i \quad (12)$$

3.5.10. Potencial Zeta

O potencial zeta é um parâmetro crítico para o tratamento eficaz de efluentes oleosos, no que tange à desestabilização de emulsões e a remoção de óleo. O procedimento realizado para a leitura das amostras consistiu no preparo das amostras, calibração do equipamento, preparo do sistema de titulação, medição simples, titulação de pH, e limpeza do equipamento. Realizou-se a medição simples em todas as amostras coletadas (0, 5, 10, 20 e 30 min), enquanto titulou-se apenas as amostras iniciais e finais (0 e 30 min). A descrição completa encontra-se no Apêndice G.

3.6. DETERMINAÇÃO DO CONSUMO DE ENERGIA

Determinou-se o consumo de energia elétrica (Equação 13) por uma adaptação de Goren e Kobya (2021). Nesta equação, C_{EN} representa o consumo de energia elétrica (kW.h/m³), U é a tensão (V), i é a corrente elétrica (A), t_{EC} é o tempo de operação (h), e V_{ef} é o volume de efluente tratado (m³).

$$C_{EN} = \frac{U * i * t_{EC}}{1000 * V_{ef}} \quad (13)$$

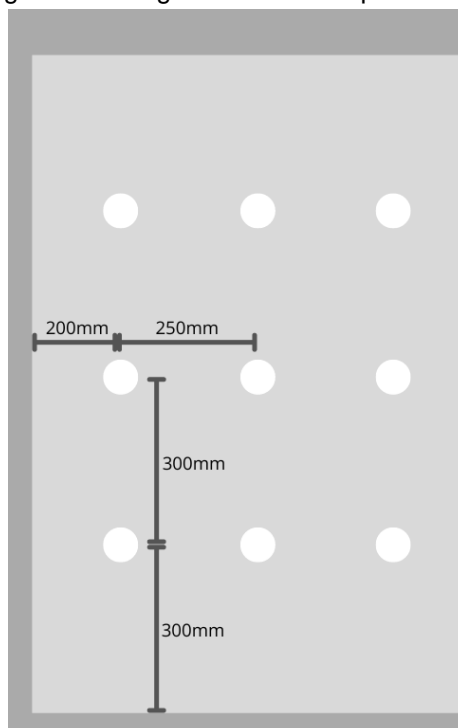
3.7. ENSAIOS COMPLEMENTARES

Após a conclusão da matriz experimental e a análise dos resultados, identificou-se a melhor condição experimental para a remoção de óleos e graxas totais dentro da matriz principal experimental. Com base nessa condição, foram realizados ensaios complementares para explorar aspectos adicionais do processo. O primeiro ensaio investigou o reuso dos eletrodos, com o objetivo de avaliar o impacto do desgaste dos eletrodos na eficiência de remoção de TOG. Além disso, conduziu-se o experimento por um período duplicado, e, conseqüentemente, tratou-se o dobro do volume de efluente modelo. Assim, observou-se o comportamento das variáveis

respostas; assim, pôde-se acompanhar tais variáveis assumindo um comportamento contínuo.

Na sequência, realizou-se um ensaio de costume, incluindo a utilização de eletrodos perfurados, alterando o condicionamento e passagem do fluido, para analisar o impacto dessas modificações. Realizaram-se furos de 8 mm de diâmetro com o auxílio de uma furadeira. O *design* das perfurações pode ser observado na Figura 7, escolhido arbitrariamente, uma vez que o objetivo do estudo não foi a configuração específica das perfurações, mas sim a comparação entre a utilização de eletrodos perfurados e não perfurados. O critério principal foi garantir espaços uniformes entre as perfurações. Esses ensaios forneceram informações adicionais e comparativas quanto ao desempenho eletroquímico do processo e sua influência nos resultados. A região mais acinzentada na lateral e na região inferior têm largura de 5 mm e é referente a região em que a placa é fixada no batente. Já a região acinzentada superior, com 10 mm, se refere à parte da placa que está acima do efluente oleoso.

Figura 7 - Design dos eletrodos perfurados.



Fonte: A autora (2024).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo, são apresentados os resultados relacionados ao preparo dos experimentos e à análise estatística das variáveis resposta: %TOG, %DQO, %Turb, consumo de energia e eficiência energética. Além disso, foram analisados parâmetros como pH, condutividade elétrica, temperatura, desgaste das placas, concentração de alumínio e potencial zeta. Esses dados foram discutidos e comparados com resultados reportados na literatura.

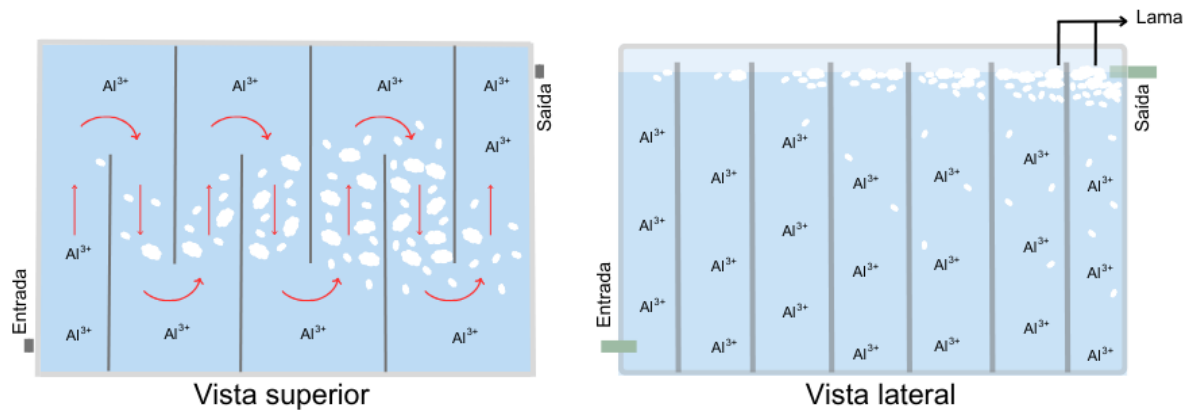
As curvas de calibração realizadas para as metodologias analíticas estão disponíveis nos Apêndices C, D, e E.

4.1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A partir das informações da Tabela A1, foi fabricado o reator de acrílico (Apêndice A), efetuou-se o corte dos eletrodos e procedeu-se à montagem integral do sistema, incorporando-se os componentes detalhados na seção 3.2. A emulsão modelo foi preparada de acordo com o item 3.4, e os experimentos foram conduzidos conforme a matriz de planejamento descrita na Tabela 4. Para o manuseio adequado da bomba peristáltica, realizou-se a curva de calibração presente no Apêndice B. Quanto à inversão de polaridade, implementou-se um novo sistema elétrico para obter dados mais precisos, com menor flutuação e maior estabilidade, assegurando confiabilidade ao estudo.

A Figura 8 retrata a representação esquemática do reator durante os experimentos, exibindo vistas superior e lateral. O escoamento do fluido seguiu conforme indicado pelas setas, aumentando o contato entre o efluente e os coagulantes gerados nos eletrodos. À medida que o fluido interagiu com as placas metálicas, íons de Al^{3+} foram liberados, iniciando o processo de desestabilização da emulsão. Coágulos se formaram, permanecendo alguns dispersos, outros floculados, uma parcela retida nos vértices, e o restante ascendeu e formou a lama que se acumulou próximo a saída do reator, seguindo o sentido do fluxo de efluente. As amostras foram coletadas na tubulação de saída.

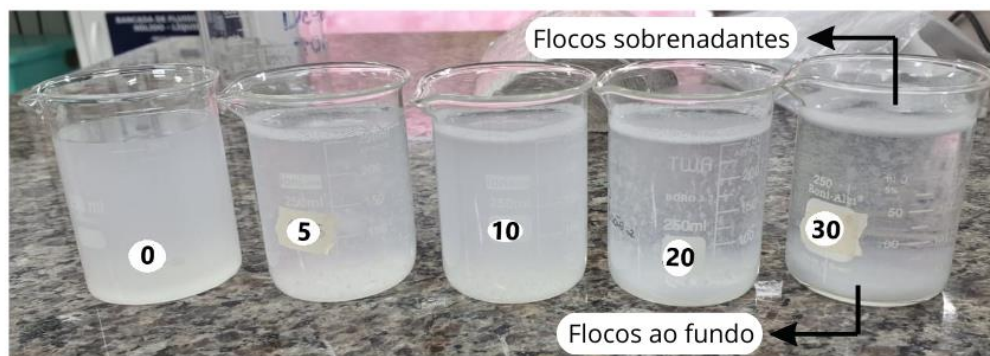
Figura 8 – Esquema do reator durante os experimentos.



Fonte: A autora (2024).

A Figura 9 exibe uma fotografia das cinco amostras coletadas aos 0, 5, 10, 20 e 30 min de tratamento, após um período de repouso de aproximadamente 2 h. Nota-se a evolução da clarificação do efluente tratado, sugerindo que o processo transcorreu conforme o esperado, com a remoção do óleo emulsionado. Na amostra obtida após 30 min, observam-se os flocos que compõem a lama, os sedimentos, e o efluente clarificado. Nestes flocos está presente a quantidade de óleo que foi separada da emulsão.

Figura 9 – Fotografia das amostras após 2 h de repouso.

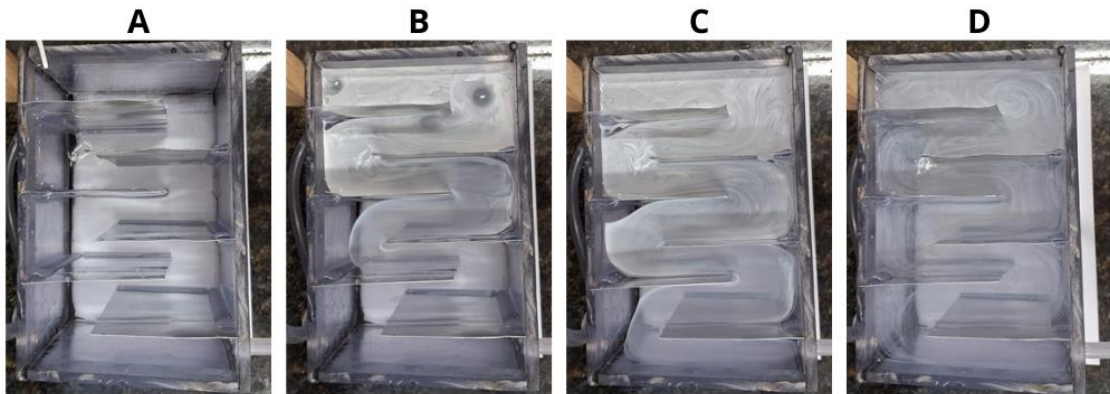


Fonte: A autora (2024).

O comportamento fluidodinâmico do reator pode ser observado na Figura 10. Nesta, evidencia-se o reator bombeado com água destilada, e gotejado com tinta branca para evidenciar o trajeto percorrido pelo efluente no interior do reator. Nota-se a formação de regiões mortas (áreas estagnadas) nas quinas entre as paredes e as placas, assim como nos cantos formados pelo encontro das paredes do próprio reator. Visto que um reator com este formato busca promover uma mistura eficiente

e o escoamento turbulento do fluido, estas regiões indicam onde há pouca ou nenhuma movimentação do fluido, levando a uma má mistura dos reagentes (BRUNO; DI BELLA; DE MARCHIS, 2020). Isso resulta em uma distribuição não uniforme das concentrações de reagentes e produtos, prejudicando a eficiência das reações químicas.

Figura 10 – Representação fluidodinâmica do reator eletrolítico.



Legenda: A = Antes do gotejamento da tinta. B = Após o gotejamento da tinta. C = Após a tinta atingir a saída do reator. D = Após a estabilização do processo fluidodinâmico.

Fonte: A autora (2024).

Contudo, ainda na Figura 10, constata-se um comportamento de acordo com o esperado em um reator com eletrodos em formato de chicanas, pois, mesmo as regiões mortas já eram esperadas. Assim, observa-se que, neste *layout*, de fato as próprias placas agiram como chicanas, condicionando o efluente a passar por todas, aumentando a possibilidade de que a reação eletrolítica ocorra de forma mais eficiente.

4.1.1. Análise estatística preliminar

Os resultados referentes à remoção do teor de óleos e graxas, demanda química de oxigênio, e turbidez, obtidos em 30 min de EC, estão apresentados no Apêndice H. Esses dados correspondem ao planejamento preliminar 2² com pontos centrais. No mesmo apêndice, também é exibida a superfície de resposta gerada a partir desses resultados, que apresenta um plano em função das variáveis analisadas.

Verificou-se que, no plano, as faixas distintas apresentam uma curvatura que são um indicativo importante e visual de uma tendência não linear, mas quadrática, que relacionam as variáveis independentes e as variáveis dependentes. Em modelos onde espera-se uma relação linear entre variáveis, as faixas de resposta, representadas pelas cores, geralmente se apresentam em linhas ou regiões retas. Quando essas faixas se curvam, isso sugere que a relação entre as variáveis dependentes e independentes não é linear e que há uma interação complexa ou curvilínea entre tais fatores (MONTGOMERY, 2017).

Obteve-se R^2 de 0,86, 0,84 e 0,84, respectivamente, referente a %TOG₃₀, %DQO₃₀ e %Turb₃₀, reforçam que a relação linear não é a melhor representação a ser aplicada. Dessa forma, incluíram-se os pontos axiais para de analisar o comportamento quadrático (BOX, 2005).

4.2. ANÁLISE ESTATÍSTICA DO %TOG

Os resultados referentes à remoção do teor de óleos e graxas em 30 min de EC estão disponibilizados na Tabela 8.

De acordo com a Resolução 430 do CONAMA (2011), a concentração máxima de óleos e graxas em efluentes despejados em corpos hídricos é de 20 mg/L. Com base nos resultados, os experimentos 1, 3, 6 e 8 atenderam a esse limite após 30 min de EC. Além disso, os experimentos 5, 7 e 11 apresentaram valores próximos ao exigido, indicando potencial para cumprimento da norma. Com os dados da Tabela 8, realizou-se uma análise estatística para identificar os fatores significativos, utilizando o gráfico de Pareto (Figura 11). Neste gráfico, a linha vermelha representa o nível de significância de 5%, permitindo a visualização clara dos efeitos mais relevantes para o processo.

Todos os fatores que ultrapassam essa linha são considerados significativos. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e os p-valores de cada fator estudado em relação à remoção de TOG em 30 min estão presentes no Apêndice I. Vale ressaltar que o p-valor também pode ser utilizado na identificação dos fatores significativos.

No modelo estatístico ajustado (Equação 14) para remoção de TOG aos 30 min (%TOG₃₀) apenas o fator quadrático relacionado ao tempo de inversão de polaridade

não foi significativo. A vazão, tanto na forma linear quanto na quadrática, mostrou-se inversamente proporcional à remoção de TOG, enquanto os demais fatores influenciaram de forma diretamente proporcional.

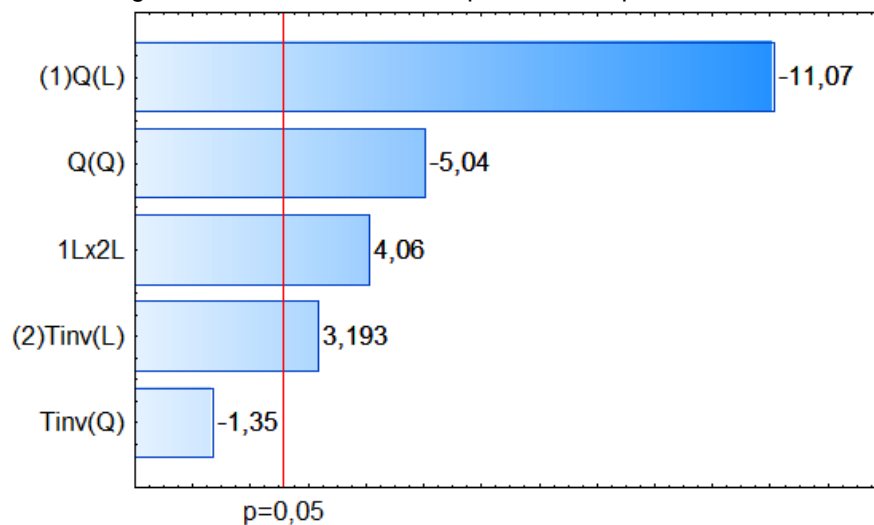
Tabela 8 – %TOG₃₀ para cada condição operacional.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	TOG ₀ (mg/L)	TOG ₃₀ (mg/L)	%TOG ₃₀
1	3,00	15,00	151,03	10,18	93,26
2	5,00	15,00	146,61	110,23	24,82
3	3,00	25,00	153,49	13,80	91,01
4	5,00	25,00	150,46	45,69	69,63
5	4,00	20,00	154,40	24,84	83,91
6	4,00	20,00	148,89	15,10	89,86
7	4,00	20,00	149,22	21,18	85,81
8	2,58	20,00	152,66	6,69	95,62
9	5,42	20,00	145,19	100,37	30,87
10	4,00	12,93	155,46	34,49	77,82
11	4,00	27,07	154,84	23,69	84,70

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], TGO₀ é o teor de óleos e graxas inicial [mg/L], TGO₃₀ é o teor de óleos e graxas em 30 min de EC [mg/L], e %TOG₃₀ é o percentual de remoção do teor de óleos e graxas em 30 min de EC.

Fonte: Autora (2024).

Figura 11 – Gráfico de Pareto padronizado para %TOG₃₀.



Efeito estimado padronizado (valor absoluto)

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], (L) são fatores lineares e (Q) são fatores quadráticos.

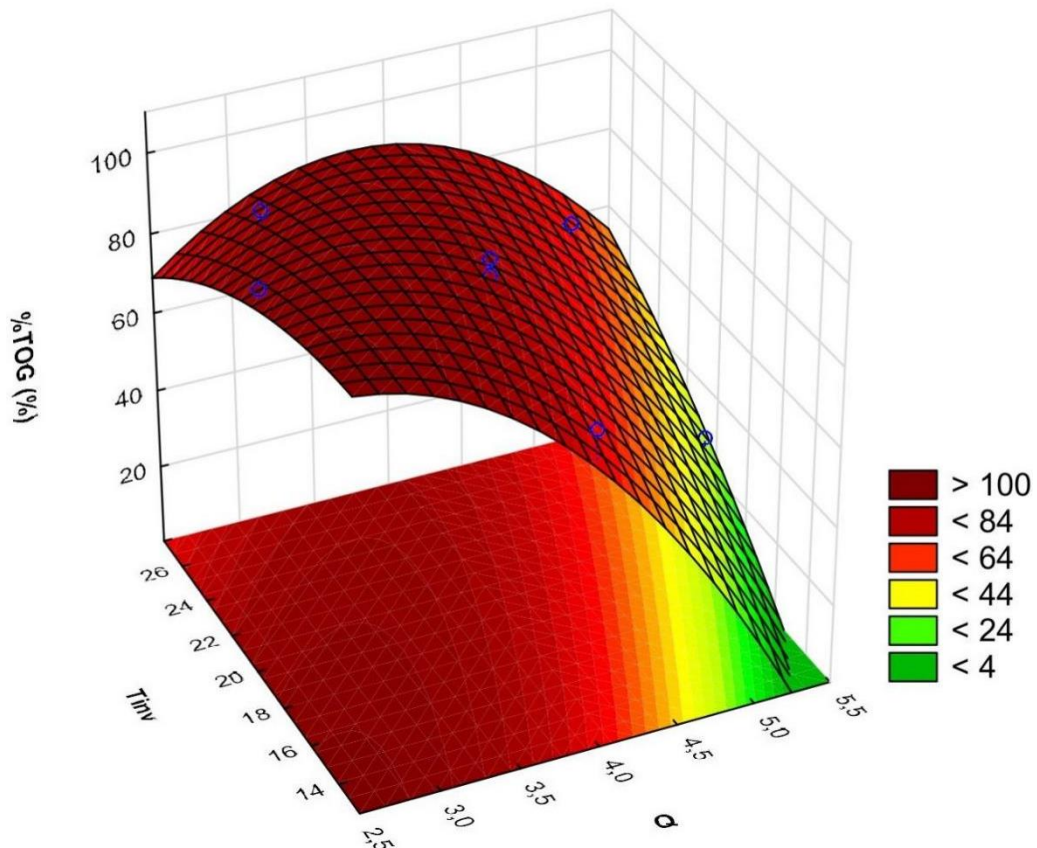
Fonte: A autora (2024).

$$\%TOG_{30} = 86,52 - 22,63 * Q - 12,20 * Q^2 + 6,54 * T_{inv} + 11,77 * Q * T_{inv} \quad (14)$$

Sabe-se que o coeficiente de determinação (R^2) proporciona a variabilidade explicada pelo modelo de regressão, enquanto o R^2 ajustado considera a complexidade do modelo e penaliza pela inclusão de variáveis desnecessárias. Por se obter um R^2 de 0,97 e R^2 ajustado de 0,94, valores dentro do esperado, a qualidade deste modelo apresentou uma boa correlação entre os parâmetros estudados e a remoção de óleo. Este modelo é válido para os intervalos dos fatores investigados nessa pesquisa.

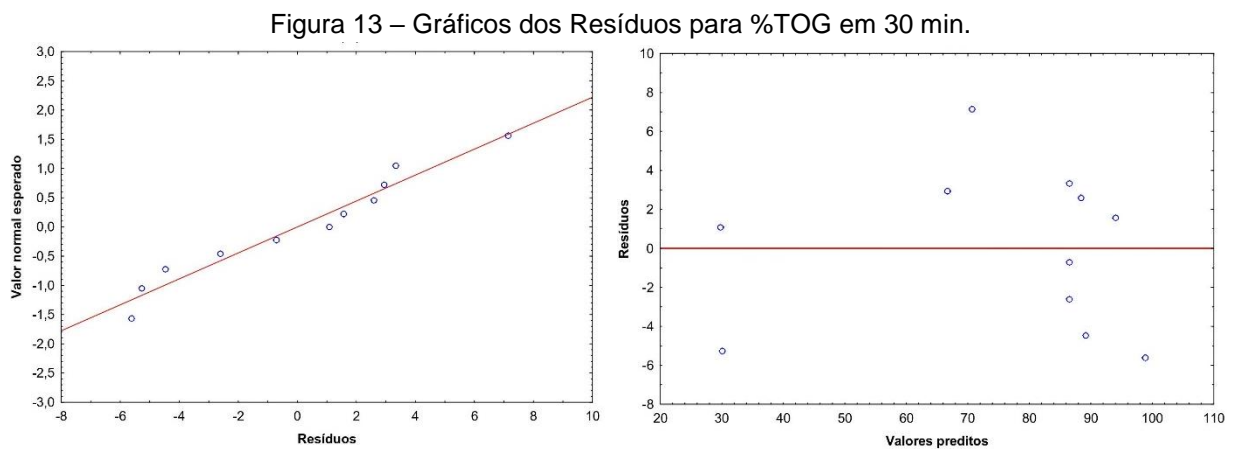
A superfície de resposta da remoção do teor de óleos e graxas em 30 min está disposta na Figura 12. A região ótima de remoção é ampla ao longo da superfície, porém observa-se uma tendência para condições de menor vazão e menor tempo de inversão de polaridade, indicando o comportamento ideal do processo para maximizar a remoção de óleo.

Figura 12 – Superfícies de resposta para %TOG em 30 min.



Fonte: A autora (2024).

A análise dos resíduos, em relação a %TOG nos 30 min, está evidenciada na Figura 13. Compreende-se, ao analisar os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos (Figura 13a), que o percentual de remoção do teor de óleos e graxas segue uma distribuição normal, já que os pontos estão próximos a linha de referência. Ao avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos (Figura 13b), notam-se mais pontos distribuídos entre os valores preditos de 80 e 90. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, aferindo independência dos erros.



Legenda: A: Valor normal esperado *versus* Resíduos. B: Resíduos *versus* Valores preditos.
Fonte: A autora (2024).

Nessa pesquisa, o maior %TOG (95,62%) ocorreu na menor condição axial de Q (2,58mL/s) e na condição central do T_{inv} (20s). Quanto as duas melhores resposta seguintes (93,26% e 91,01%), ambas ocorreram na menor condição da vazão (3mL/s); porém, uma na menor condição do tempo de inversão de polaridade (15s) e a outra ocorreu na maior (25s). Essas respostas fortalecem que, das condições avaliadas, a vazão é a que mais influencia a variável resposta estudada neste tópico.

Partindo do modelo estatístico obtido na Equação 14, a fim de maximizá-la, pode-se constatar que menores vazões favorecem o %TOG, visto que este é um fator inversamente proporcional a variável resposta. Este comportamento é consistente com outros estudos recentes que exploram o impacto de parâmetros operacionais em processos de eletrocoagulação. Moneer *et al.* (2023) demonstraram que a diminuição da vazão melhora a eficiência do processo ao aumentar o tempo de contato entre as partículas e os eletrodos, favorecendo a remoção de emulsões

oleosas. Observaram que uma vazão elevada pode prejudicar a estabilidade da emulsão, resultando em menor eficiência na remoção de contaminantes.

Quanto ao outro fator, maximiza-se a %TOG em maiores tempos de inversão de polaridade, visto que são diretamente proporcionais. Este proceder também foi observado em outros trabalhos da literatura, como relatado por Chow e Pham (2019). O estudo demonstrou que a inversão de polaridade em intervalos menores ajudou a minimizar o acúmulo de incrustações nos eletrodos, resultando em maior produção de coagulantes e melhor eficiência na remoção de contaminantes no processo de eletrocoagulação.

Os resultados estatísticos referentes aos tempos de 5, 10 e 20 min encontram-se no Apêndice I, visto que nestes tempos o sistema ainda não havia atingido regime permanente. Apesar disso, no tempo de 20 min pode-se observar que o comportamento tende para o regime permanente.

4.3. ANÁLISE ESTATÍSTICA DO %DQO

Os resultados quanto a remoção da demanda química de oxigênio, em 30 min de EC, estão dispostos na Tabela 9.

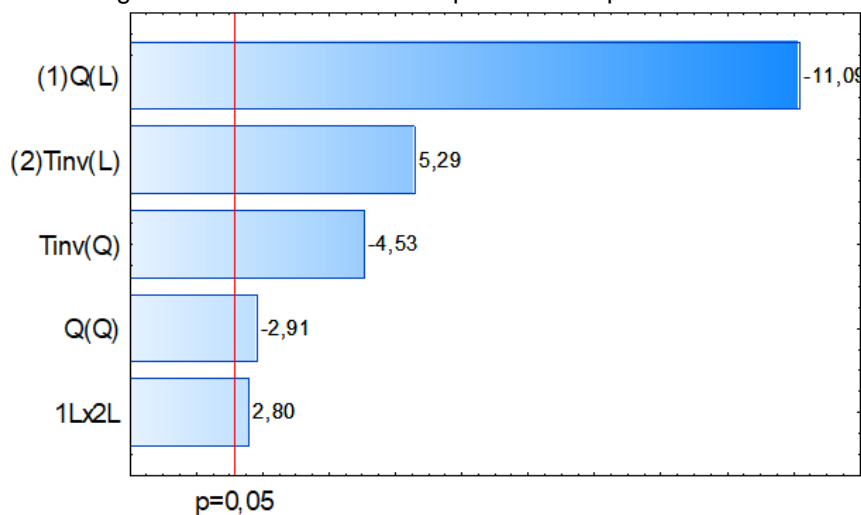
Não há legislação nacional que determina o limite de DQO para o descarte de efluentes no meio ambiente. Apesar disso, destacam-se os experimentos 1, 3, 6 e 8 pois estes atingiram os menores valores de DQO após 30 min de EC. A partir dos resultados obtidos na Tabela 9, realizou-se uma análise estatística dos dados e obteve-se os fatores significativos por meio do gráfico de Pareto (Figura 14). Todos os fatores que ultrapassam a linha vermelha são considerados significativos. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e os p-valores de cada fator estudado em relação à remoção de DQO em 30 min estão presentes no Apêndice J. Vale ressaltar que o p-valor também pode ser utilizado na identificação dos fatores significativos.

Tabela 9 – %DQO₃₀ para cada condição operacional.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	DQO ₀ (mgO ₂ /L)	DQO ₃₀ (mgO ₂ /L)	%DQO ₃₀
1	3,00	15,00	407,76	40,12	90,16
2	5,00	15,00	399,89	346,89	13,25
3	3,00	25,00	426,17	47,76	88,79
4	5,00	25,00	415,72	212,33	48,93
5	4,00	20,00	434,23	95,91	77,91
6	4,00	20,00	402,43	73,34	81,77
7	4,00	20,00	411,34	68,44	83,36
8	2,58	20,00	420,17	13,00	96,91
9	5,42	20,00	386,31	259,74	32,76
10	4,00	12,93	437,56	293,18	33,00
11	4,00	27,07	433,73	92,36	78,70

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], DQO₀ é a demanda química de oxigênio inicial [mgO₂/L], DQO₃₀ é a demanda química de oxigênio em 30 min de EC [mgO₂/L], e %DQO₃₀ é o percentual de remoção da demanda química de oxigênio em 30 min de EC.

Fonte: A autora (2024).

Figura 14 – Gráfico de Pareto padronizado para %DQO₃₀.

Efeito estimado padronizado (Valor absoluto)

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], (L) são fatores lineares e (Q) são fatores quadráticos.

Fonte: A autora (2024).

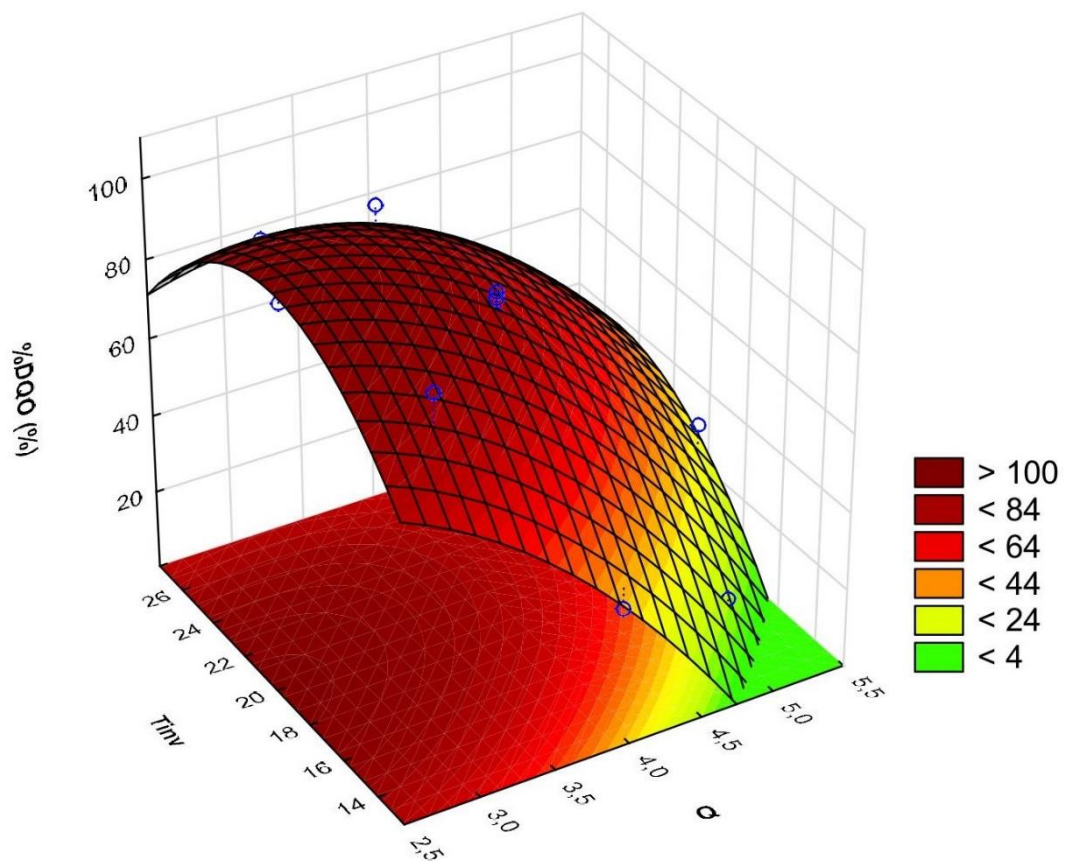
No modelo estatístico (equação 15) para %DQO no tempo de 30 min (%DQO₃₀) todos os fatores foram significativos. A vazão, tanto na forma linear como na quadrática, e o tempo de inversão quadrático afirmaram-se inversamente

proporcional. Já os demais fatores, influenciaram de forma diretamente proporcional. Com R^2 (0,97) e R^2 – ajustado (0,95) dentro do esperado, a qualidade deste modelo demonstra uma boa correlação entre os parâmetros estudados e a remoção da demanda química de oxigênio. Este modelo é válido para os intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa.

$$\%DQO_{30} = 81,02 - 25,88 * Q - 8,05 * Q^2 + 12,37 * T_{inv} - 12,62 * T_{inv}^2 + 9,26 * Q * T_{inv} \quad (15)$$

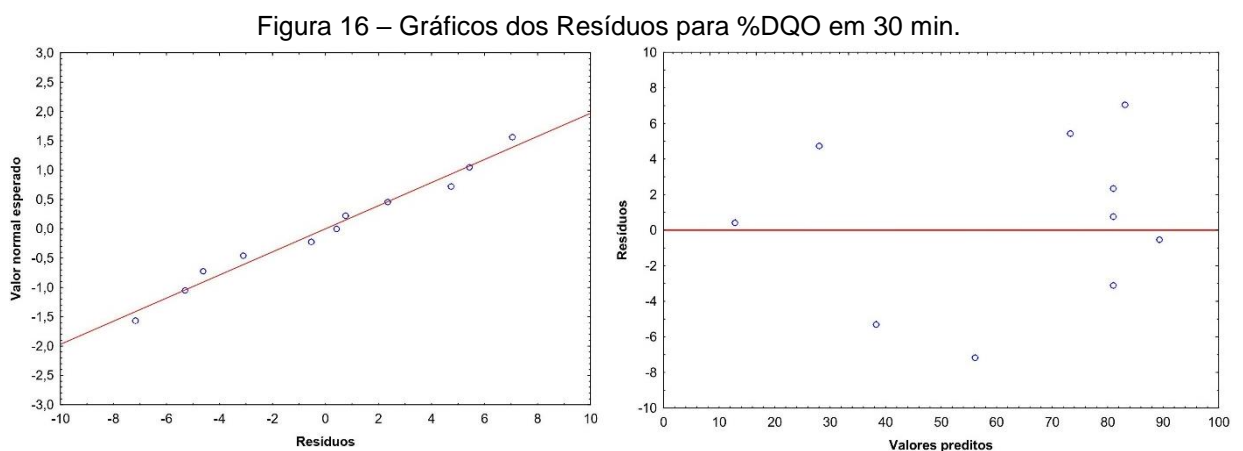
A superfície de resposta da remoção da demanda química de oxigênio em 30 min está disposta na Figura 15. A região ótima é ampla ao longo da superfície, porém tendencia-se à menor vazão à região central do tempo de inversão de polaridade.

Figura 15 - Superfícies de resposta para %DQO em 30 min.



Fonte: A autora (2024).

A análise dos resíduos, em relação a %DQO nos 30 min, está evidenciada na Figura 16. Compreende-se, ao analisar os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos (Figura 16a), que o percentual de remoção da demanda química de oxigênio segue uma distribuição normal, já que os pontos estão próximos a linha de referência. Ao avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos (Figura 16b), notam-se mais pontos distribuídos entre os valores preditos de 80 e 90. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, aferindo independência dos erros.



Legenda: A: Valor normal esperado *versus* Resíduos. B: Resíduos *versus* Valores preditos.

Fonte: A autora (2024).

Ao observar os dados referente ao tempo de 30 min, nota-se que, semelhantemente ao tópico anterior, o maior %DQO (96,91%) ocorreu na menor condição axial de Q (2,58mL/s) e na condição central do T_{inv} (20s). Quanto às duas melhores resposta seguintes (90,16% e 88,79%), ambas ocorreram na menor condição da vazão (3mL/s); porém, uma na menor condição do tempo de inversão de polaridade (15s) e a outra ocorreu na maior (25s). Essas respostas fortalecem que, das condições avaliadas, a vazão é a que mais influencia a variável resposta estudada neste tópico.

Partindo do modelo estatístico obtido na Equação 15, a fim de maximizá-la, pode-se constatar que menores vazões favorecem o %DQO, visto que são inversamente proporcionais. Esse comportamento foi semelhante ao observado por Ghernaout *et al.* (2019), que também relataram que a redução da vazão de alimentação durante o tratamento por eletrocoagulação melhorou significativamente a remoção de poluentes orgânicos em emulsões oleosas. Além disso, Azerrad, Isaacs e Dosoretz

(2019) também corroboram esses achados, indicando que menores vazões permitem um maior tempo de contato entre os eletrodos e as partículas, favorecendo a coalescência e a remoção do óleo.

O efeito do tempo de inversão de polaridade sobre a remoção de DQO foi significativo. A análise estatística mostrou que o fator quadrático de inversão de polaridade influenciou negativamente o processo. Tal comportamento foi também observado por Asaithambi *et al.* (2020) que relataram que inversões muito frequentes ou muito espaçadas de polaridade tendem a reduzir a eficiência do processo de eletrocoagulação, uma vez que podem interferir na formação de flocos coesos necessários para a remoção eficiente dos contaminantes.

Os resultados estatísticos referentes aos tempos de 5, 10 e 20 min encontram-se no Apêndice J, visto que nestes tempos o sistema ainda não havia atingido regime permanente. Apesar disso, no tempo de 20 min pode-se observar que o comportamento tende para o regime permanente.

4.4. ANÁLISE ESTATÍSTICA DO %TURB

Os resultados quanto a remoção de turbidez em 30 min de EC estão dispostos na Tabela 10. Segundo a Resolução 357 do CONAMA (2005), para que um efluente seja classificado como águas doces de classe 1, a turbidez não pode exceder 40 NTU. Sendo assim, podem ser classificados de tal forma os experimentos 1, 3, 5, 6, 7, 8, 10 e 11. Avalia-se também que o experimento 4 apresenta-se próximo a atingir tal classificação. Vale ressaltar que, no tópico 4.2, os experimentos que se evidenciaram de acordo com a Resolução 430 do CONAMA (2011), apresentam-se aqui como água doce de classe 1 pela Resolução 357 do CONAMA (2005).

Por meio destes, realizou-se uma análise estatística dos dados, e obteve-se os fatores significativos por meio do gráfico de Pareto (Figura 17). Neste gráfico, a linha vermelha representa o nível de significância de 5%.

Todos os fatores que ultrapassam essa linha são considerados significativos. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e os p-valores de cada fator estudado em relação à remoção de Turbidez em 30 min estão presentes no Apêndice K. Vale

ressaltar que o p-valor também pode ser utilizado na identificação dos fatores significativos.

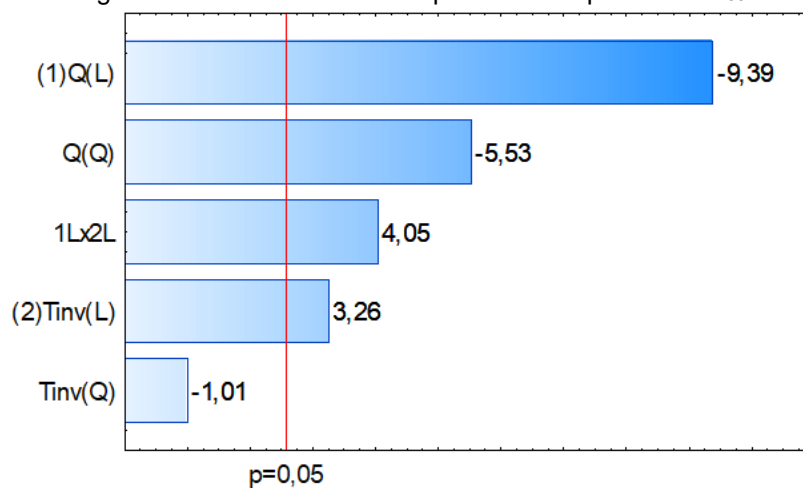
Tabela 10 – %Turb₃₀ para cada condição operacional.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	Turb ₀ (NTU)	Turb ₃₀ (NTU)	%Turb ₃₀
1	3,00	15,00	302,0	4,6	98,48
2	5,00	15,00	245,0	137,0	44,08
3	3,00	25,00	327,0	8,9	97,29
4	5,00	25,00	299,0	43,1	85,60
5	4,00	20,00	353,0	8,5	97,58
6	4,00	20,00	274,0	11,8	95,70
7	4,00	20,00	285,0	14,5	94,92
8	2,58	20,00	214,0	4,6	97,87
9	5,42	20,00	241,0	131,3	45,53
10	4,00	12,93	360,0	40,0	88,90
11	4,00	27,07	357,0	18,5	94,82

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], Turb₀ é a turbidez inicial [NTU], Turb₃₀ é a turbidez em 30 min de EC [NTU], e %Turb₃₀ é o percentual de remoção de turbidez em 30 min de EC.

Fonte: Autora (2024).

Figura 17 – Gráfico de Pareto padronizado para %Turb₃₀.



Efeito estimado padronizado (valor absoluto)

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], (L) são fatores lineares e (Q) são fatores quadráticos.

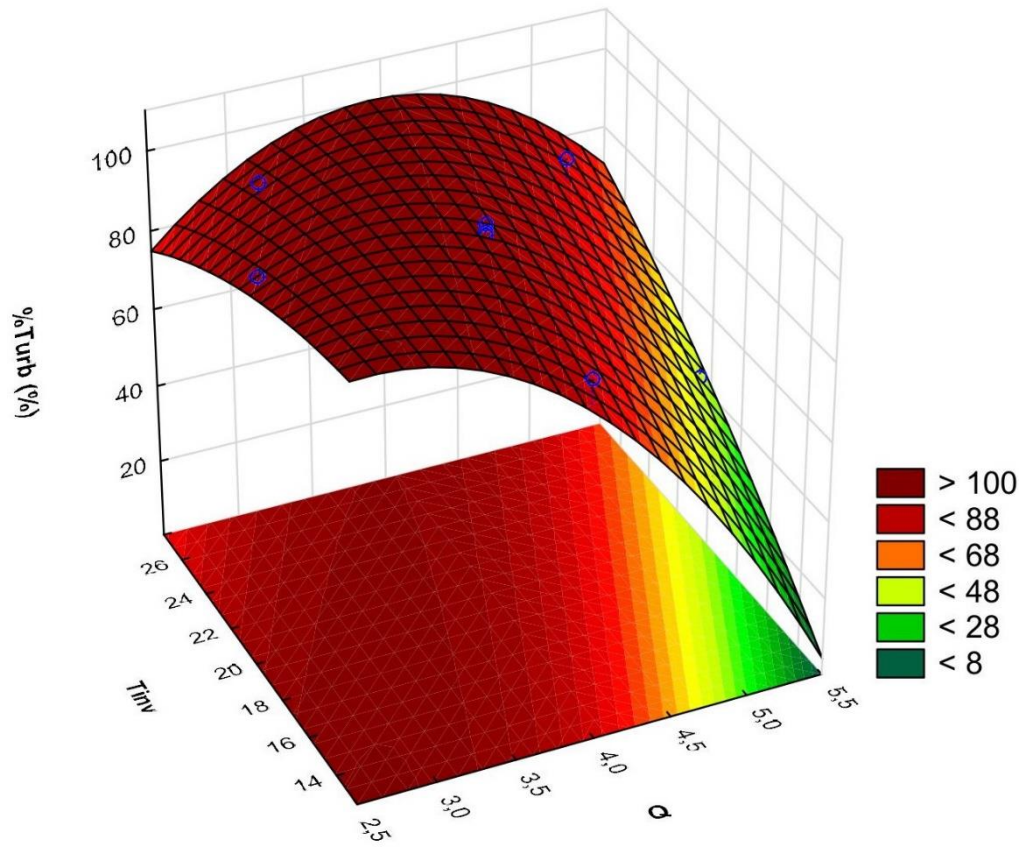
Fonte: A autora (2024).

No modelo estatístico (equação 16) para %Turb no tempo de 30 min (% $Turb_{30}$) apenas o tempo de inversão quadrático não foi significativo. A vazão, tanto na forma linear como na quadrática, e o tempo de inversão quadrático afirmam-se inversamente proporcional. Já os demais fatores, influenciam de forma diretamente proporcional. Com R^2 (0,97) e R^2 – ajustado (0,93) dentro do esperado, a qualidade deste modelo demonstra uma boa correlação entre os parâmetros estudados e a remoção da turbidez. Este modelo é válido para os intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa.

$$\%Turb_{30} = 96,07 - 17,48 * Q - 12,21 * Q^2 + 6,09 * T_{inv} + 10,68 * Q * T_{inv} \quad (16)$$

A superfície de resposta da remoção de turbidez em 30 min está disposta na Figura 18.

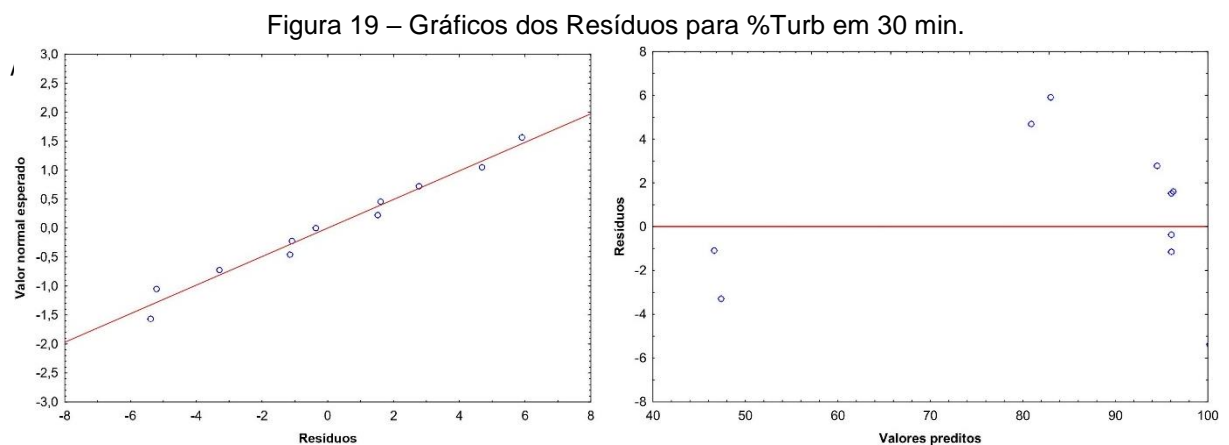
Figura 18 - Superfícies de resposta para %Turb em 30 min.



Fonte: A autora (2024).

A região ótima é ampla ao longo da superfície, porém tendencia-se à menor vazão e ao menor tempo de inversão de polaridade. Tal superfície evidencia-se muito similar à obtida para a variável resposta %TOG, indicando uma correlação entre as variáveis respostas em questão. Essa correlação foi observada por Moneer *et al.* (2023) que ambos poluentes estão diretamente ligados em sistemas de eletrocoagulação, uma vez que são coagulados por mecanismos semelhantes de aglomeração. O estudo de Mao, Zhao e Cotterill (2023) também confirma essa relação, indicando que a eficiência na remoção de emulsões oleosas é frequentemente acompanhada pela redução da turbidez.

A análise dos resíduos, em relação a %Turb nos 30 min, está evidenciada na Figura 19. Compreende-se, ao analisar os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos (Figura 19a), que o percentual de remoção de turbidez segue uma distribuição normal, já que os pontos estão próximos à linha de referência. Ao avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos (Figura 19b), notam-se mais pontos distribuídos entre os valores preditos de 90 e 100. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, aferindo independência dos erros.



Legenda: A: Valor normal esperado *versus* Resíduos. B: Resíduos *versus* Valores preditos.

Fonte: A autora (2024).

Ao observar os dados referente ao tempo de 30 min, nota-se que, o maior %Turb (98,48%) ocorreu na menor condição de Q (3 mL/s) e na menor condição do T_{inv} (15s). Quanto a segunda melhor resposta (97,87%), ocorreu na menor condição axial da vazão (2,58 mL/s) e condição central do tempo de inversão de polaridade

(20s). Essas respostas fortalecem que, das condições avaliadas, a vazão é a que mais influencia a variável repostada estudada neste tópico.

Partindo do modelo estatístico obtido na Equação 16, a fim de maximizá-la, pode-se constatar que menores vazões favorecem o %Turb, visto que são inversamente proporcionais. Gautam *et al.* (2022) também observaram uma correlação negativa entre a vazão e a eficiência de remoção de poluentes em sistemas de eletrocoagulação. Em seus estudos, a redução da vazão permitiu maior tempo de contato entre as partículas suspensas e os eletrodos, favorecendo a coagulação.

Além disso, também se maximiza o %Turb em maiores tempos de inversão de polaridade, visto que são diretamente proporcionais. Esse efeito é consistente com os resultados de (NASCIMENTO *et al.*, 2023), que reportaram que tempos de inversão mais prolongados contribuem para a uniformidade na formação de flocos, o que é crucial para a remoção eficiente de partículas oleosas e turbidez. Além disso, Mohammed e Al-zuheri (2018) notaram que um tempo de inversão adequado evita a passivação dos eletrodos, garantindo uma maior eficiência de tratamento.

Os resultados estatísticos referentes aos tempos de 5, 10 e 20 min encontram-se no Apêndice K, visto que nestes tempos o sistema ainda não havia atingido regime permanente. Apesar disso, no tempo de 20 min pode-se observar que o comportamento tende para o regime permanente.

4.5. ANÁLISE DO DESGASTE DAS PLACAS

Nesta seção encontram-se as análises da perda de massa e as fotografias das placas eletrolíticas, a fim de se observar o desgaste das mesmas. Na Tabela 11 estão dispostos os dados referentes à massa dos eletrodos antes e após o processo de EC, bem como sua variação mássica e o percentual de perda de massa. Percebe-se que a perda de massa é mínima, variando entre 0,47% e 0,73% após 30 min de reação eletrolítica contínua.

Tais dados fortalecem a ideia de longevidade do aparato experimental, indicando que provavelmente os eletrodos podem ser reutilizados outras vezes até que se acabe ou que perda sua funcionalidade por um outro motivo qualquer. Hakizimana

et al. (2017) também observaram um desgaste mínimo dos eletrodos de alumínio em sistemas de eletrocoagulação, destacando a durabilidade e o custo-benefício do uso prolongado desses materiais.

Tabela 11 – Variação da massa do conjunto de eletrodos.

Experimento	Q	T_{inv}	Massa total dos eletrodos (g)		Variação (g)	% perda
			Antes da EC	Depois da EC		
1	3	15	75,87	75,44	0,43	0,56
2	5	15	75,17	74,78	0,39	0,51
3	3	25	76,08	75,59	0,49	0,65
4	5	25	76,06	75,62	0,44	0,57
5	4	20	76,32	75,87	0,45	0,59
6	4	20	74,58	74,16	0,42	0,56
7	4	20	75,01	74,59	0,42	0,56
8	2,58	20	75,97	75,42	0,56	0,73
9	5,42	20	75,37	75,01	0,35	0,47
10	4	12,93	74,62	74,25	0,36	0,49
11	4	27,07	75,55	75,11	0,44	0,58

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s].

Fonte: A autora (2024).

Quanto a análise individual da perda de massa dos eletrodos, obteve-se os dados evidenciados na Tabela 12, que traz o percentual de perda de massa que cada eletrodo sofreu. A título de visualização, uma análise mais completa pode ser feita ao analisar a Figura 20, que evidencia graficamente os dados da tabela supracitada. Nota-se, novamente, uma perda de massa total inferior a 1%, variando individualmente de 0,28% a 0,91%.

Observa-se facilmente que os placas dispostas ao meio do reator (2, 3, 4 e 5) sofreram as maiores perdas de massa, com destaque para a 5, localizada próxima a saída do reator. O estudo de Qi *et al.* (2020) sugerem que a localização dos eletrodos pode influenciar significativamente a taxa de desgaste. Já Garcia - segura *et al.* (2017) indicaram que os centrais tendem a sofrer maiores desgastes devido à maior exposição à corrente eletrolítica.

Percebe-se também que a perda de massa dos eletrodos das extremidades (1 e 6) é aproximadamente a metade da perda de massa dos demais. Isso sugere que o tempo de vida útil destes dois seja maior que o dos demais, se não o dobro. A observação de que os eletrodos das extremidades sofrem menos desgaste sugere

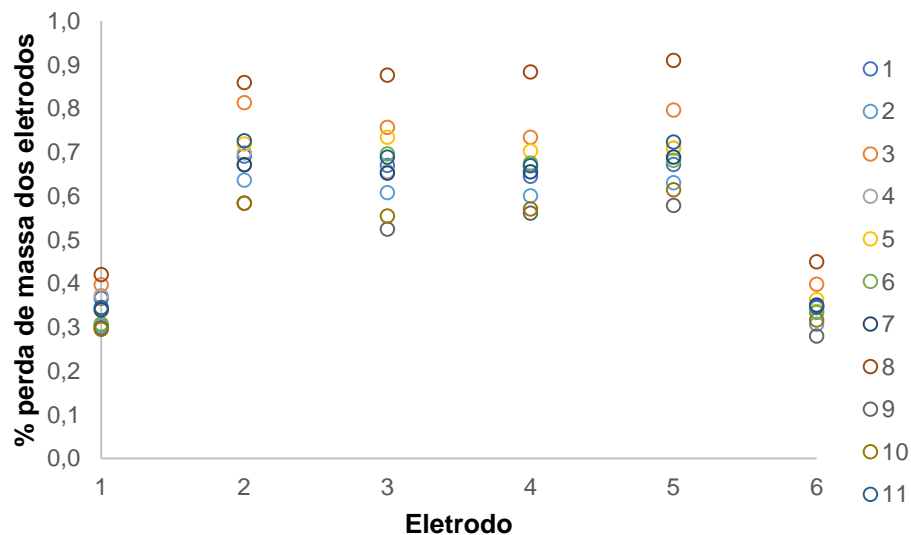
que o sistema pode ser otimizado com a rotação periódica dos destes. López-Guzmán, Flores-Hidalgo e Reynoso-Cuevas (2021) propuseram o rodízio como uma técnica eficaz para prolongar a vida útil do sistema sem reduzir a eficiência da remoção de poluentes.

Tabela 12 – Percentual de perda de massa em cada eletrodo.

Experimento	Eletrodo						TOTAL
	1	2	3	4	5	6	
1	0,37	0,69	0,67	0,64	0,67	0,34	0,56
2	0,30	0,64	0,61	0,60	0,63	0,31	0,51
3	0,40	0,81	0,76	0,73	0,80	0,40	0,65
4	0,37	0,70	0,66	0,67	0,71	0,34	0,57
5	0,34	0,72	0,73	0,70	0,71	0,36	0,59
6	0,31	0,67	0,70	0,67	0,68	0,33	0,56
7	0,34	0,67	0,65	0,66	0,69	0,35	0,56
8	0,42	0,86	0,88	0,88	0,91	0,45	0,73
9	0,30	0,58	0,52	0,56	0,58	0,28	0,47
10	0,30	0,58	0,55	0,57	0,61	0,32	0,49
11	0,34	0,73	0,69	0,67	0,72	0,35	0,58

Fonte: A autora (2024).

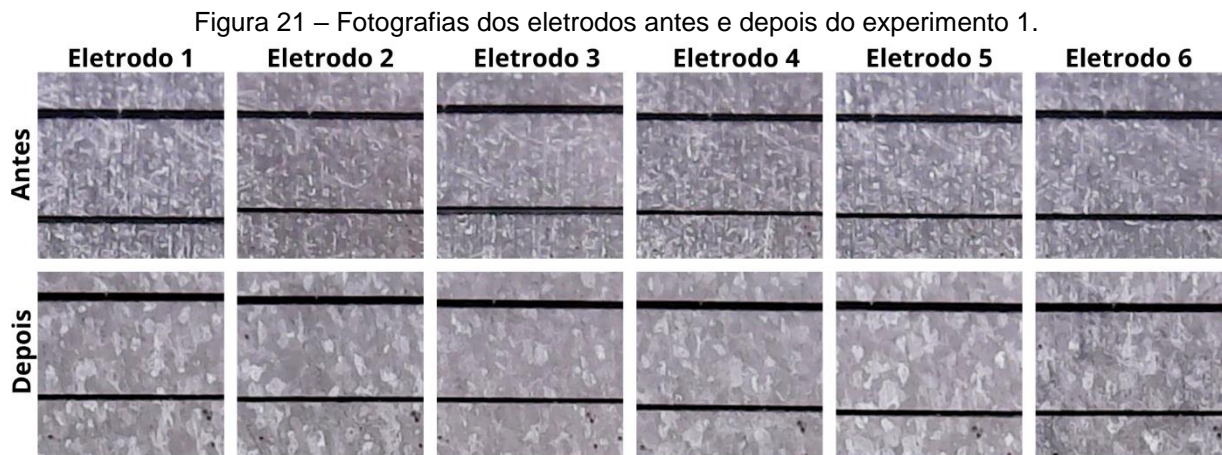
Figura 20 – Gráfico do percentual da perda de massa de cada eletrodo.



Fonte: A autora (2024).

Na Figura 21 estão dispostas as fotografias dos eletrodos antes e após o experimento que obteve maior %TOG na matriz principal 2². Destaca-se a escala da

régua de referência sobreposta aos eletrodos é de 3 mm. Observa-se o surgimento de regiões esbranquiçadas que podem ser atreladas ao desgaste do metal, devido a reação eletrolítica e a liberação do metal no meio. As fotografias dos eletrodos dos demais experimentos estão evidenciados no Apêndice M.



Fonte: A autora (2024).

4.6. ANÁLISE DA CONCENTRAÇÃO DE ALUMÍNIO

Realizou-se a análise da concentração de alumínio pelo método colorimétrico SMEWW 3500 (APHA, 2005) nas amostras do tempo de 30 min, em todos os ensaios. Os resultados estão dispostos na Tabela 13.

Esta análise é necessária visto a necessidade de atender o limite estabelecido pela Resolução 430 do CONAMA (2011) e 1,5 mg/L de Al^{3+} em efluentes para descarte. Pode-se notar que, em todas as amostras, a concentração de alumínio ultrapassou os limites descritos pela legislação vigente. Essa realidade infere a necessidade de adicionar um processo de separação à metodologia realizada neste trabalho. Isso a fim de sequestrar as diferentes espécies de alumínio presentes no meio, e fazer com que o efluente tratado se torne adequado para o descarte no meio ambiente.

Mao, Zhao e Cotterill (2023) também observaram concentrações elevadas de alumínio após EC, sugerindo a necessidade de uma etapa adicional de tratamento para sequestro de íons metálicos. Além disso, Graça e Rodrigues (2022) destacam que a presença de alumínio residual pode ser problemática para o descarte seguro,

reforçando a importância de um tratamento posterior, como adsorção ou precipitação química.

Tabela 13 – Concentração de alumínio após 30 min de EC.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	$C_{Alumínio}$ (mg/L)
1	3,00	15,00	3,96
2	5,00	15,00	3,34
3	3,00	25,00	4,18
4	5,00	25,00	3,92
5	4,00	20,00	5,10
6	4,00	20,00	4,94
7	4,00	20,00	5,34
8	2,58	20,00	4,50
9	5,42	20,00	10,24
10	4,00	12,93	6,14
11	4,00	27,07	5,83

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], e $C_{Alumínio}$ é a concentração de alumínio [mg/L].

Fonte: A autora (2024).

Algumas amostras, referentes às maiores e menores perdas de massa dos eletrodos, foram enviadas ao Instituto Tecnológico e de Pesquisas do Estado de Sergipe para análise da concentração de alumínio pelo método SMWEE 3111 (APHA, 2005). O objetivo foi comparar esses resultados com os obtidos pelo método desenvolvido nesta pesquisa. A Tabela 14 apresenta a comparação dos resultados, evidenciando-se a proximidade entre os valores obtidos, com destaque para o experimento 2. Essa realidade evidencia a qualidade do método SMEWW 3500 bem como das análises realizadas nesta pesquisa. Destaca-se ainda que este é um método mais acessível, que pode ser facilmente implementado em indústrias que necessitam de realizar esse tipo de análise.

Tabela 14 – Concentração de alumínio após 30 min de EC obtida por diferentes métodos.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	C _{Alumínio} (mg/L) obtida pelo método:	
			SMEWW 3500	SMEWW 3111
1	3,00	15,00	3,96	3,88
2	5,00	15,00	3,34	3,33
3	3,00	25,00	4,18	4,30
8	2,58	20,00	4,50	4,07
9	5,42	20,00	10,4	10,18
10	4,00	12,93	6,14	5,86

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], C_{Alumínio} é a concentração de alumínio [mg/L], e SMEWW é o *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*.

Fonte: A autora (2024).

4.7. ANÁLISE DO pH, CONDUTIVIDADE ELÉTRICA E TEMPERATURA

Na Tabela 15 encontram-se os dados de pH das amostras ao longo dos diferentes tempos avaliados, os quais estão representados graficamente na Figura 22. Observa-se, em todos os experimentos, um aumento progressivo do pH ao longo do tempo. Tal comportamento é previsível, visto a ocorrência do acúmulo de hidroxila no meio devido a eletrólise da água. Esse mesmo fenômeno foi relatado no trabalho de Medina-Collana *et al.* (2023).

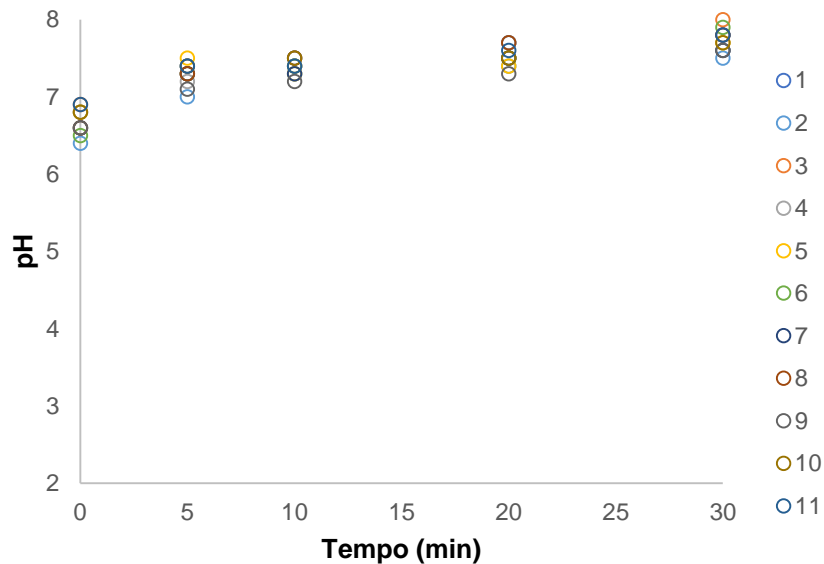
O pH inicial da emulsão modelo variou entre 6,5 e 6,9, valores próximos ao neutro. Ao final dos experimentos, o pH das amostras variou entre 7,5 e 8,0. De acordo com a Resolução 430 do CONAMA (2011), o intervalo permitido para o descarte de águas residuais é entre 5 e 9. Essa análise é essencial para garantir a conformidade ambiental, e os resultados demonstraram que todos os experimentos realizados nesta pesquisa atenderam amplamente a esse requisito. Ressalta-se que o pH máximo de 8,0 representa um avanço, visto que estudos como de Kobya *et al.* (2020) e Moussa *et al.* (2017) relatam valores próximos ao limite superior permitido ou até mesmo acima dele.

Tabela 15 – Dados do pH nos diversos tempos.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	pH nos tempos de (min)				
			0	5	10	20	30
1	3,00	15,00	6,8	7,4	7,5	7,7	7,8
2	5,00	15,00	6,5	7,0	7,3	7,5	7,5
3	3,00	25,00	6,9	7,3	7,4	7,5	8,0
4	5,00	25,00	6,8	7,2	7,4	7,7	7,6
5	4,00	20,00	6,8	7,5	7,3	7,4	7,7
6	4,00	20,00	6,5	7,3	7,4	7,5	7,9
7	4,00	20,00	6,6	7,3	7,3	7,5	7,6
8	2,58	20,00	6,6	7,3	7,5	7,7	7,8
9	5,42	20,00	6,6	7,1	7,2	7,3	7,6
10	4,00	12,93	6,8	7,4	7,5	7,5	7,7
11	4,00	27,07	6,9	7,4	7,4	7,6	7,8

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], e pH é o potencial hidrogeniônico.
Fonte: A autora (2024).

Figura 22 – pH ao longo do tempo.



Fonte: A autora (2024).

Comparou-se os resultados de %TOG e de pH da melhor condição deste trabalho com o estudo de Nascimento *et al.* (2023), destacando-se a maior %TOG alcançada com um pH final em conformidade com as diretrizes do CONAMA. Em relação à

%TOG, o estudo anterior alcançou remoção de 91,5% de TOG, enquanto este trabalho obteve-se 95,6%. Além disso, o pH apresenta a particularidade de, não apenas atender as regulamentações, mas também de manter-se ainda mais próximos do pH neutro em comparação com os resultados dos estudos anteriores.

A condutividade sofreu pequenas alterações ao longo do tempo (Tabela 16), comportando-se praticamente constante. Essa tendência a linearidade se dá pela quantidade de NaCl adicionada no preparo da emulsão modelo. Os mesmos dados podem ser observados graficamente na Figura 23, em que se pode observar que pequenas variações ocorrem com maior intensidade em 30 min de EC. Esse aumento da condutividade pode ser atrelado a liberação de Al^{3+} ao meio, como corroborado pela literatura. (MAO; ZHAO; COTTERILL, 2023).

Esses resultados indicam uma consistência na presença de íons no efluente, fornecendo as condições necessárias para que o processo eletrolítico pudesse ocorrer ao longo de todo o experimento. Desempenho similar foi observado no trabalho de Moussa *et al.* (2017).

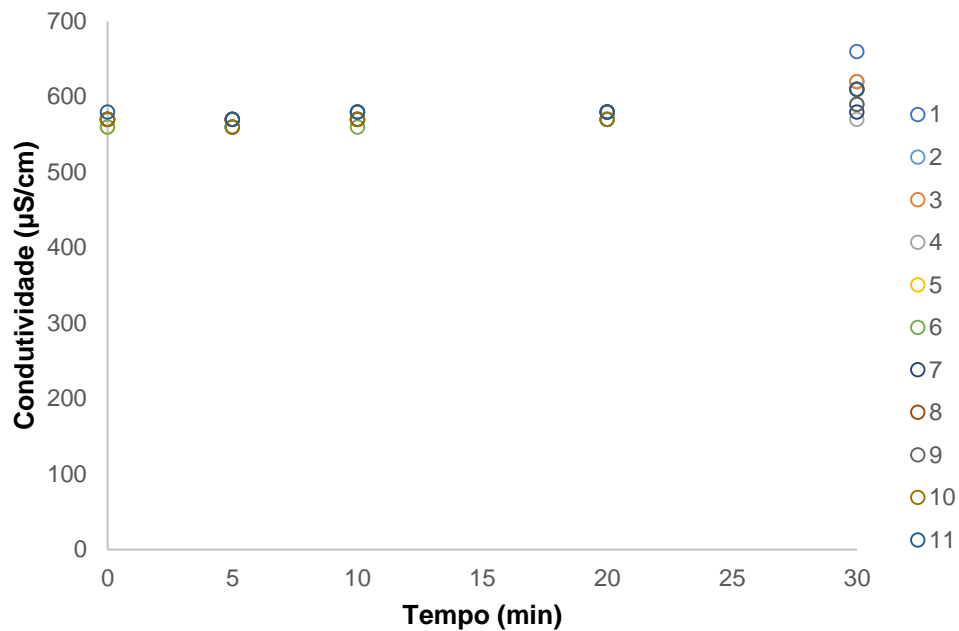
Tabela 16 – Dados de condutividade nos diversos tempos.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	Condutividade ($\mu S/cm$) nos tempos de (min)				
			0	5	10	20	30
1	3,00	15,00	570	570	580	570	660
2	5,00	15,00	570	560	570	570	620
3	3,00	25,00	570	570	570	580	620
4	5,00	25,00	570	570	580	570	570
5	4,00	20,00	560	570	570	580	610
6	4,00	20,00	560	560	560	570	590
7	4,00	20,00	570	570	570	580	580
8	2,58	20,00	570	570	570	580	610
9	5,42	20,00	570	560	580	580	590
10	4,00	12,93	570	560	570	570	610
11	4,00	27,07	580	570	580	580	610

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], e t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s].

Fonte: A autora (2024).

Figura 23 – Condutividade ao longo do tempo.



Fonte: A autora (2024).

Registrou-se que a temperatura da emulsão modelo anteriormente ao início do processo de EC estava na faixa de 23,5 a 24,54 °C. A variação de temperatura da emulsão (antes e após o tratamento), dentro do reator, está disposta na Tabela 17. Pode-se observar valor mínimo de 1,8 °C e máximo de 2,7 °C, constatando-se que as variações são sempre positivas. Associa-se o aumento de temperatura ao processo eletrolítico, visto que a passagem de corrente elétrica culmina em calor. O aumento da temperatura pelos motivos supracitados está de acordo com o observado por Mao, Zhao e Cotterill (2023).

Esta análise afirma-se necessária visto que a temperatura afeta o processo de EC, positiva e negativamente (MOUSAZADEH *et al.*, 2021). Além de evitar que o processo fosse afetado negativamente, a temperatura não foi adotada como variável de entrada a ser estudada, sendo assim, mesmo sua influência positiva no processo de EC não fora desejada. Ao observar as pequenas variações de temperatura ao longo de todo o processo, pode-se afirmar que esta não variou o suficiente a ponto de interferir significativamente no processo, e nem ao ponto do sistema entrar em ignição.

Tabela 17 – Dados de variação de temperatura.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	ΔT (°C)
1	3,00	15,00	2,3
2	5,00	15,00	1,7
3	3,00	25,00	2,5
4	5,00	25,00	2,4
5	4,00	20,00	1,8
6	4,00	20,00	2,1
7	4,00	20,00	2,2
8	2,58	20,00	2,7
9	5,42	20,00	1,9
10	4,00	12,93	2,0
11	4,00	27,07	2,4

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], e ΔT é a variação da temperatura [°C].

Fonte: A autora (2024).

Evidenciou-se a estabilidade do processo, reduzindo a possibilidade de ignição do sistema e minimizando impactos de uma eventual liberação do efluente tratado ao meio ambiente. Com base nas temperaturas iniciais e nestas poucas variações com o tempo, sabe-se que, em todos os experimentos, o efluente tratado manteve-se com a temperatura necessária (<40°C) para ser descartado no meio ambiente segundo a Resolução 430 do CONAMA (2011).

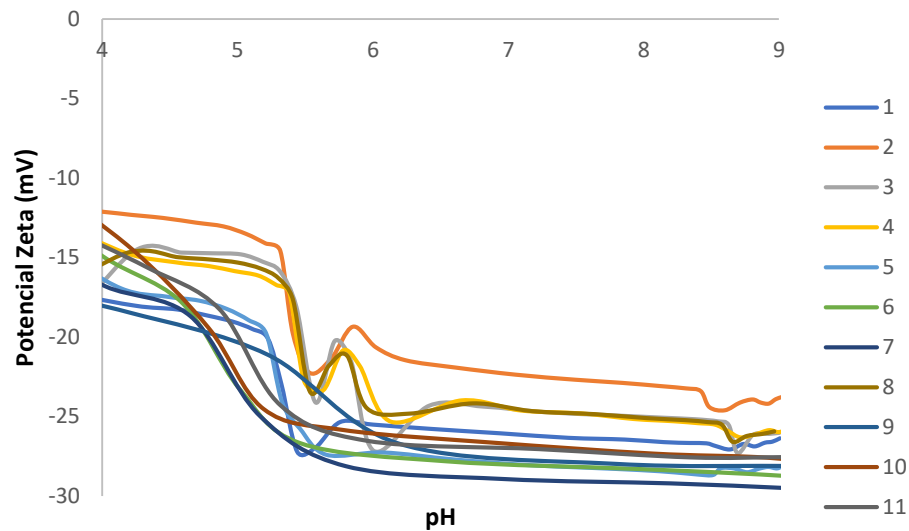
4.8. ANÁLISE DO POTENCIAL ZETA

Na Figura 24 observa-se o gráfico do potencial zeta em uma titulação de pH para a emulsão modelo antes do processo de EC, considerando diferentes ensaios. Potenciais zeta distantes de zero indicam maior estabilidade das partículas, o que reflete a estabilidade da emulsão apresentada no gráfico. Isso sugere que não há evidências de separação espontânea do óleo e da água.

Em pH mais ácidos, o potencial zeta tende a se aproximar de 0 mV, indicando uma diminuição da estabilidade em comparação com valores mais altos de pH. No

entanto, não foram observados pontos isoelétricos, nem proximidade significativa de 0 mV para que alguma amostra seja considerada instável. Portanto, todas as amostras se mantiveram estáveis.

Figura 24 – Potencial zeta em titulação de pH das amostras iniciais (0 min) em casa ensaio.

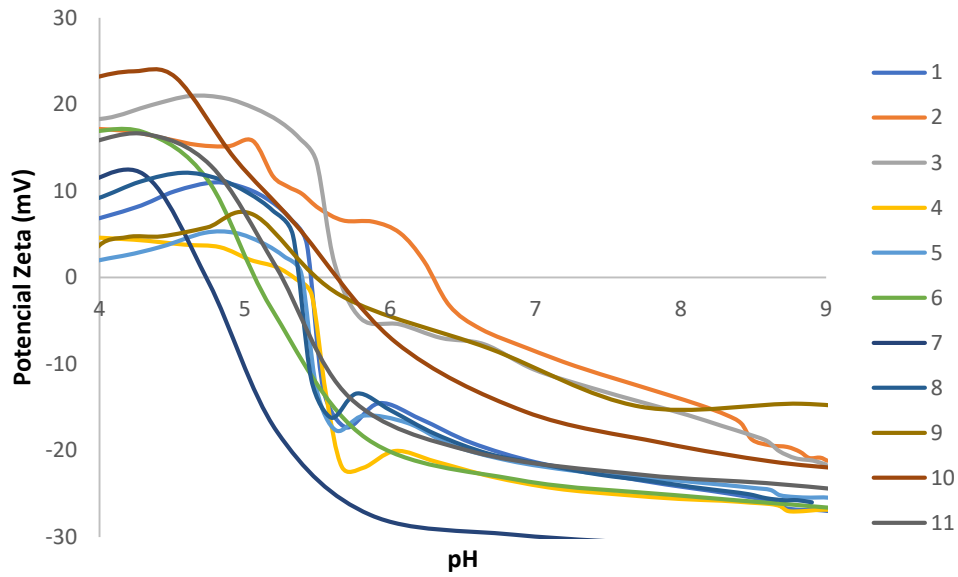


Fonte: A autora (2024).

O gráfico da Figura 25 apresenta o potencial zeta em titulação de pH da emulsão modelo após o tratamento por EC. Diferente do comportamento mais estável observado antes do tratamento, este gráfico exibe um ponto isoelétrico na faixa de pH de 4,5 a 6,5, sugerindo que o processo de eletrocoagulação afeta a carga superficial das partículas, desestabilizando a emulsão. Vale ressaltar que o efluente após 30 min de EC contém uma concentração reduzida de óleo quando comparado ao efluente inicial, além de ser rico em íons de alumínio.

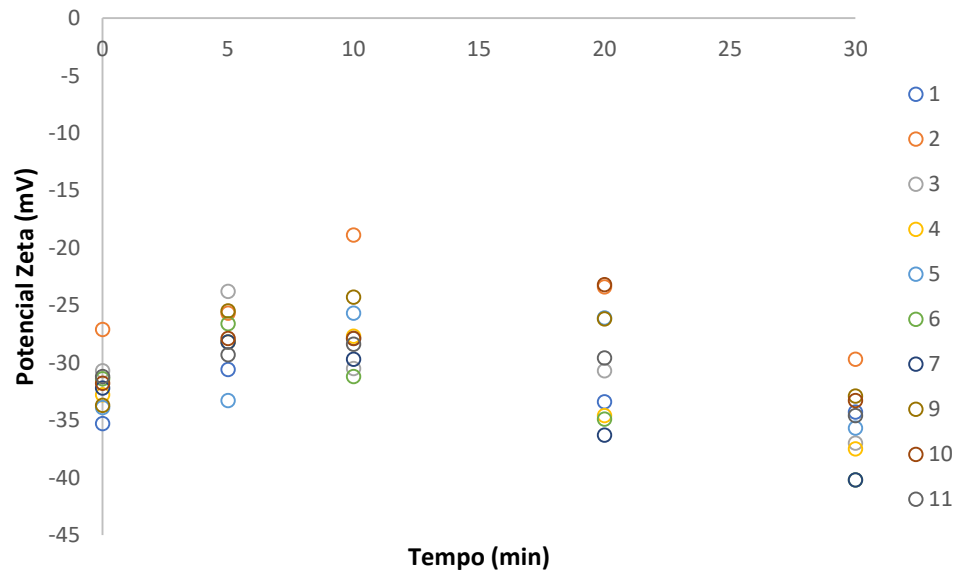
Os resultados indicam que o processo de EC foi eficaz na modificação do potencial zeta das amostras, levando valores próximos de zero em determinados intervalos de pH. A redução indica que a estabilidade da emulsão foi comprometida, facilitando a separação das fases. Comportamento similar foi observado por Chen *et al.* (2020). Khalifa *et al.* (2020), que também relataram que a eletrocoagulação reduz a estabilidade de emulsões oleosas, especialmente em faixas de pH ácidos, onde o comportamento de desestabilização se torna mais pronunciado.

Figura 25 – Potencial zeta em titulação de pH das amostras finais (30 min) em casa ensaio.



Fonte: A autora (2024).

Figura 26 – Medição simples do potencial zeta de todas as amostra em casa ensaio.



Fonte: A autora (2024).

Na Figura 26 estão dispostos os resultados de uma medição simples do potencial zeta para todas as amostras em todos os ensaios. Todos os pontos estão afastados do 0 mV, evidenciando que, mesmo após o processo de EC, as amostras se permaneceram estáveis nas faixas de pH entre 6,5 a 8. Isso confirma a estabilidade observada nas titulações de pH anteriores. Observa-se ainda que, de 0 a 10 min, os potenciais zeta tenderam-se a se aproximar de 0 mV. Enquanto de 10 a 30 min, os

potenciais afastaram-se de 0 mV, indicando que o meio se tornou cada vez mais estável. Tal comportamento pode estar atrelado a liberação íons de alumínio ao meio, aumentando a estabilidade do efluente à medida que o processo ocorre (KALININA, 2022).

Vale inferir ainda que, observa-se que em 10 min de EC, a eficiência do processo (inclusive nos demais parâmetros) é inferior quando comparado aos tempos de 5, 20 e 30 min. Tal desempenho pode ser associado a uma camada protetora que estas placas metálicas recebem em suas fabricações, a fim de aumentar sua durabilidade e resistir a corrosão. Um pré tratamento dos eletrodos possivelmente anularia tal situação. Após 10 min, entende-se que a camada protetora foi vencida, e o processo de EC pôde ocorrer sem este interferente.

4.9. EFICIÊNCIA ENERGÉTICA

Nesta seção encontram-se as análises estatísticas do Consumo de energia e da Eficiência energética na forma de %TOG/Cen.

4.9.1. Análise estatística do Consumo de Energia

Os resultados quanto consumo de energia durante o processo de EC estão dispostos na Tabela 18. Por meio destes, realizou-se uma análise estatística dos dados, e obteve-se os fatores significativos por meio do gráfico de Pareto (Figura 27). Neste gráfico, a linha vermelha representa o nível de significância de 5%. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e o p-valor de cada fator estudado em relação ao Cen estão expressos no Apêndice L.

No modelo estatístico (Equação 17) para o Cen, apenas a vazão (linear e quadrática) foi significativa. A vazão na forma linear atuou inversamente proporcional ao Cen, enquanto a vazão na forma quadrática influenciou diretamente proporcional. Com R^2 (0,99) e R^2 – ajustado (0,99) dentro do esperado, a qualidade deste modelo pode ser atestada. Este modelo é válido para os intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa.

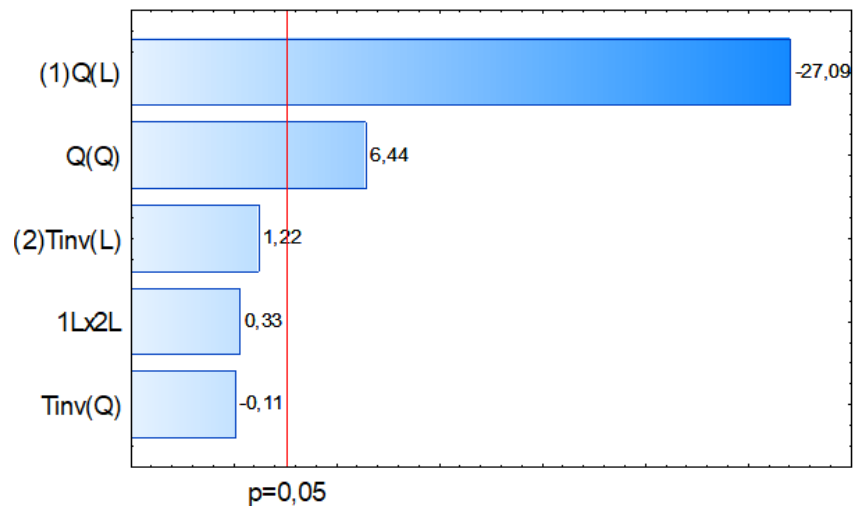
Tabela 18 – Cen para cada condição operacional.

Ensaio	Q	T_{inv}	Cen (kW.h/m ³)
1	3,00	15,00	2,86
2	5,00	15,00	1,72
3	3,00	25,00	2,87
4	5,00	25,00	1,78
5	4,00	20,00	2,19
6	4,00	20,00	2,10
7	4,00	20,00	2,08
8	2,58	20,00	3,32
9	5,42	20,00	1,56
10	4,00	12,93	2,05
11	4,00	27,07	2,15

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], e Cen é o consumo de energia elétrica [kW.h/m³].

Fonte: Autora (2024).

Figura 27 – Gráfico de Pareto padronizado para Cen.



Efeito estimado padronizado (valor absoluto)

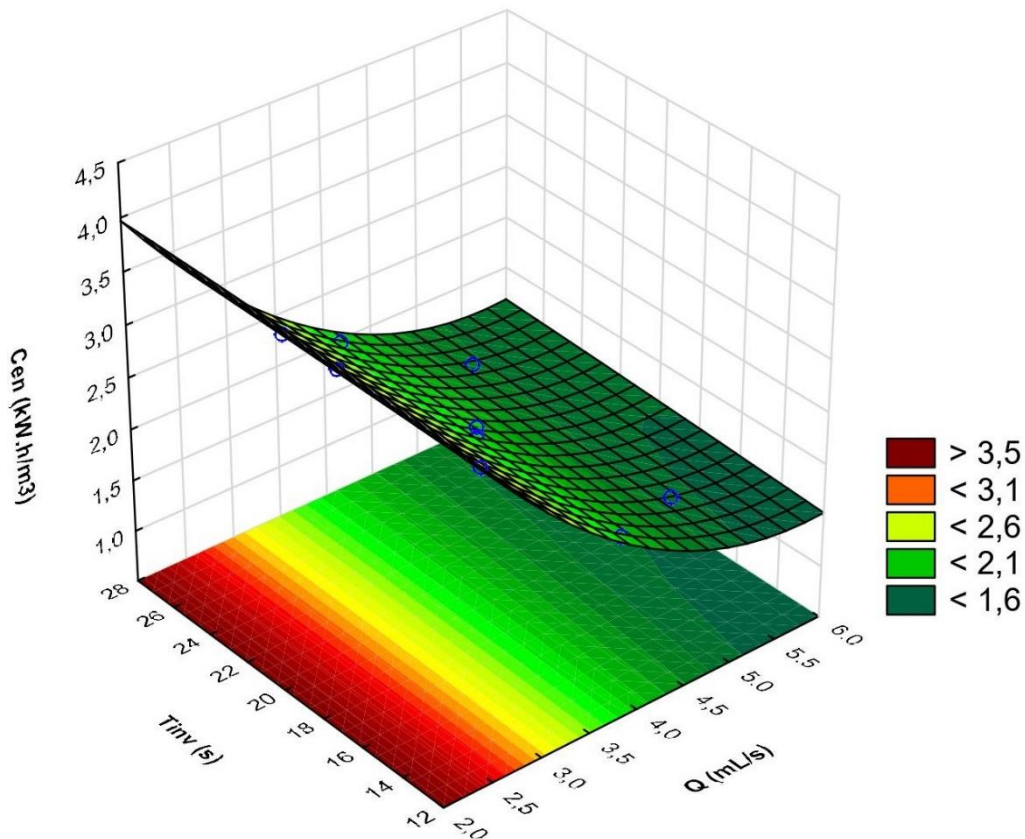
Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], (L) são fatores lineares e (Q) são fatores quadráticos.

Fonte: A autora (2024).

$$C_{EN} = 2,12 - 0,59 * Q + 0,17 * Q^2 \quad (17)$$

A superfície de resposta do consumo de energia está disposta na Figura 28. A região ótima encontra-se na menor vazão e ao longo de toda a faixa de tempo de inversão de polaridade. Indicando mais uma vez que a vazão é o fator que de fato influencia na variável resposta de análise. Estudos recentes, como o de Mao, Zhao e Cotterill (2023), apontam que maiores vazões geralmente reduzem o consumo energético devido à diminuição do tempo de residência das partículas no reator.

Figura 28 – Superfícies de resposta para Cen em 30 min.

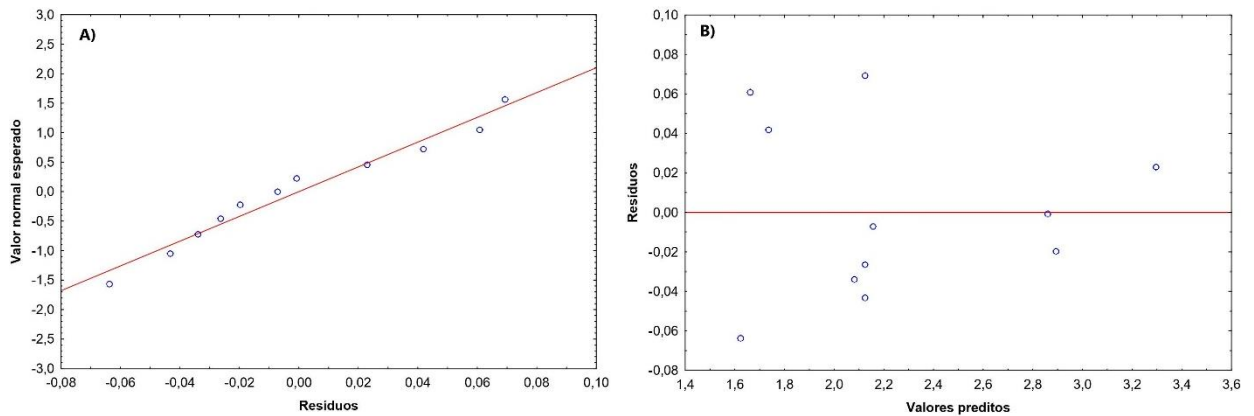


Fonte: A autora (2024).

A análise dos resíduos, em relação ao Cen está evidenciada na Figura 29. Compreende-se, ao analisar os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos (Figura 29a), que o percentual de remoção de turbidez segue uma distribuição normal, já que os pontos estão próximos a linha de referência. Ao avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos (Figura 29b), notam-se mais pontos distribuídos entre os valores preditos de 2 e 2,0. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, aferindo independência dos erros.

Ao observar os dados referente a, nota-se o menor consumo de energia ($1,56 \text{ kW.h/m}^3$) ocorreu na maior condição axial de Q ($5,42 \text{ mL/s}$) e na condição central do T_{inv} (20 s). Quanto a segunda ($1,72 \text{ kW.h/m}^3$) e terceira ($1,78 \text{ kW.h/m}^3$) melhores respostas, ambas ocorreram na maior condição da vazão (5 mL/s), porém a segunda na menor condição do tempo de inversão de polaridade (15 s) e a terceira na maior (25 s). Essas respostas fortalecem que, das condições avaliadas, a vazão é a que mais influencia a variável resposta estudada neste tópico.

Figura 29 – Gráficos dos Resíduos para Cen em 30 min.



Legenda: A: Valor normal esperado *versus* Resíduos. B: Resíduos *versus* Valores preditos.
 Fonte: A autora (2024).

Do ponto de vista energético, buscaram-se processos eficazes que consumam a menor quantidade de energia possível. Com os dados analisados, pode-se aferir que maiores vazões garantem o menor consumo de energia. Em contrapartida, como visto em análises estatísticas anteriores, maiores vazões não favorecem o tratamento de emulsões modelo. O trabalho de Jasim e Aljaberi (2023) ressaltou que em fluxos muito altos, a eficiência do tratamento pode ser prejudicada devido à redução do tempo de contato entre as partículas oleosas e os coagulantes eletrogerados. Com isso, tornou-se necessário avaliar a região que garante maior eficiência energética no processo estudado neste trabalho.

4.9.2. Análise estatística do %TOG pelo Cen

Sobretudo, a resposta que melhor representa o sucesso no tratamento de emulsões O/A é o %TOG. Sendo assim, para avaliar a eficiência energética neste estudo, obteve-se a relação %TOG/Cen para cada condição operacional, que pode ser avaliada na Tabela 19.

Por meio destes, realizou-se uma análise estatística dos dados, e obteve-se os fatores significativos por meio do gráfico de Pareto (Figura 30). Neste gráfico, a linha vermelha representa o nível de significância de 5%. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e o p-valor de cada fator estudado em relação ao %TOG/Cen estão expressos no Apêndice L.

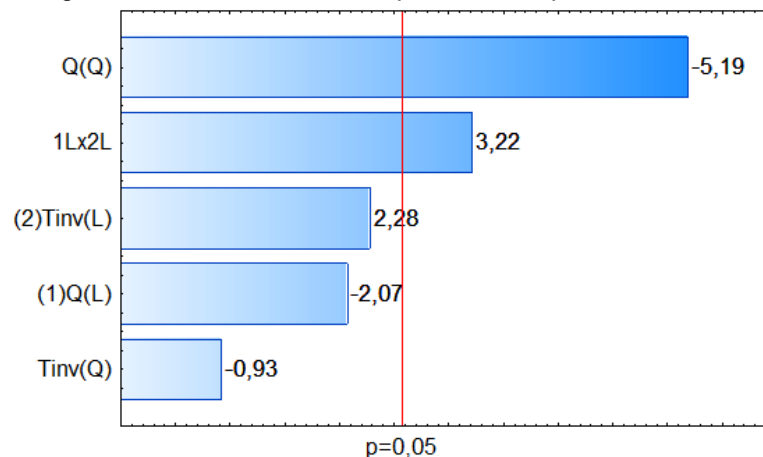
Tabela 19 – %TOG/Cen para cada condição operacional.

Ensaio	Q	T_{inv}	%TOG / Cen (%/kW.h/m ³)
1	3,00	15,00	32,61
2	5,00	15,00	14,41
3	3,00	25,00	31,67
4	5,00	25,00	39,18
5	4,00	20,00	38,25
6	4,00	20,00	42,82
7	4,00	20,00	41,23
8	2,58	20,00	28,81
9	5,42	20,00	19,80
10	4,00	12,93	38,01
11	4,00	27,07	39,40

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], %TOG é o percentual de remoção do teor de óleos e graxas, e Cen é o consumo de energia elétrica [kW.h/m³].

Fonte: Autora (2024).

Figura 30 – Gráfico de Pareto padronizado para %TOG/Cen.



Efeito estimado padronizado (valor absoluto)

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], (L) são fatores lineares e (Q) são fatores quadráticos.

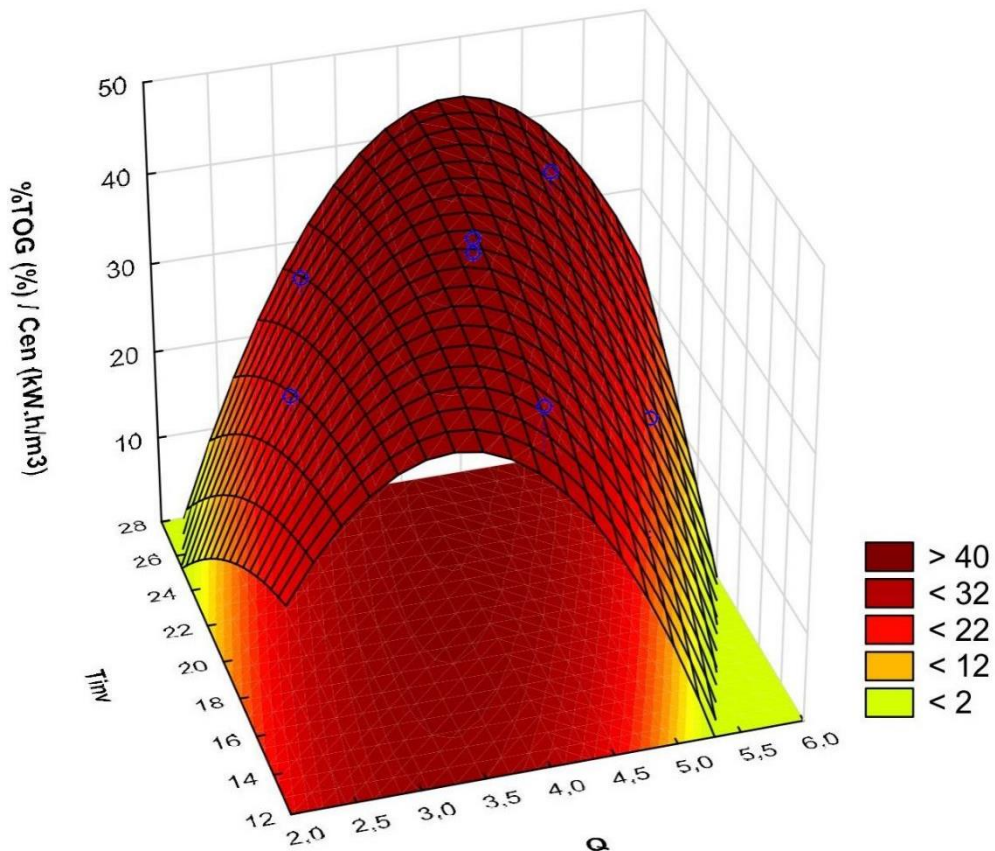
Fonte: A autora (2024).

No modelo estatístico apresentado na equação 18, referente à %TOG/Cen, apenas os termos de vazão quadrática e a interação entre os dois fatores foram significativos. A interação entre os dois fatores apresentou uma influência diretamente proporcional sobre a variável resposta. Com um R^2 de 0,90, considerado dentro do esperado, e um R^2 – ajustado de 0,80, abaixo do desejado, a qualidade deste modelo pode ser contestada. No entanto, ele ainda oferece percepções úteis para análise. Ressalta-se ainda que este modelo é válido apenas dentro dos intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa.

$$\%TOG/C_{EN} = 40,76 - 8,68 * Q^2 + 6,43 * Q * T_{inv} \quad (18)$$

A superfície de resposta da eficiência energética (%TOG/C_{EN}) está disposta na Figura 31. A região ótima encontra-se na condição central da vazão e ao longo de toda a faixa de tempo de inversão de polaridade, com destaque para a condição de maior t_{inv} . Uma vez analisados tais resultado, infere-se mais uma vez que a vazão é o fator que de fato mais influencia a variável resposta de análise.

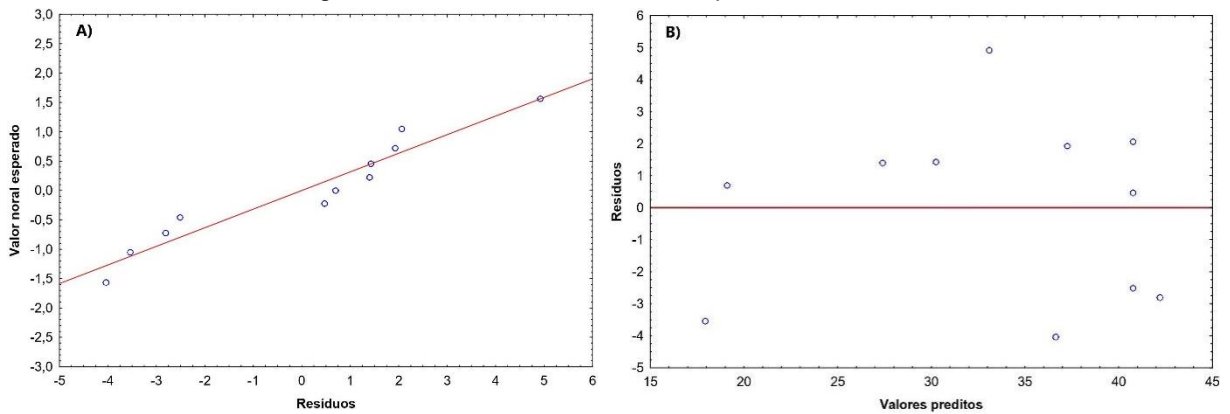
Figura 31 – Superfícies de resposta para %TOG/C_{EN}.



Fonte: A autora (2024).

A análise dos resíduos, em relação a %TOG/C_{EN} está evidenciada na Figura 32. Compreende-se, ao analisar os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos (Figura 32a), que a razão segue uma distribuição normal, já que os pontos estão próximos a linha de referência. Ao avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos (Figura 32b), notam-se que os pontos se distribuem aleatoriamente, aferindo independência dos erros.

Figura 32 – Gráficos dos Resíduos para %TOG/Cen.



Legenda: A: Valor normal esperado *versus* Resíduos. B: Resíduos *versus* Valores preditos.

Fonte: A autora (2024).

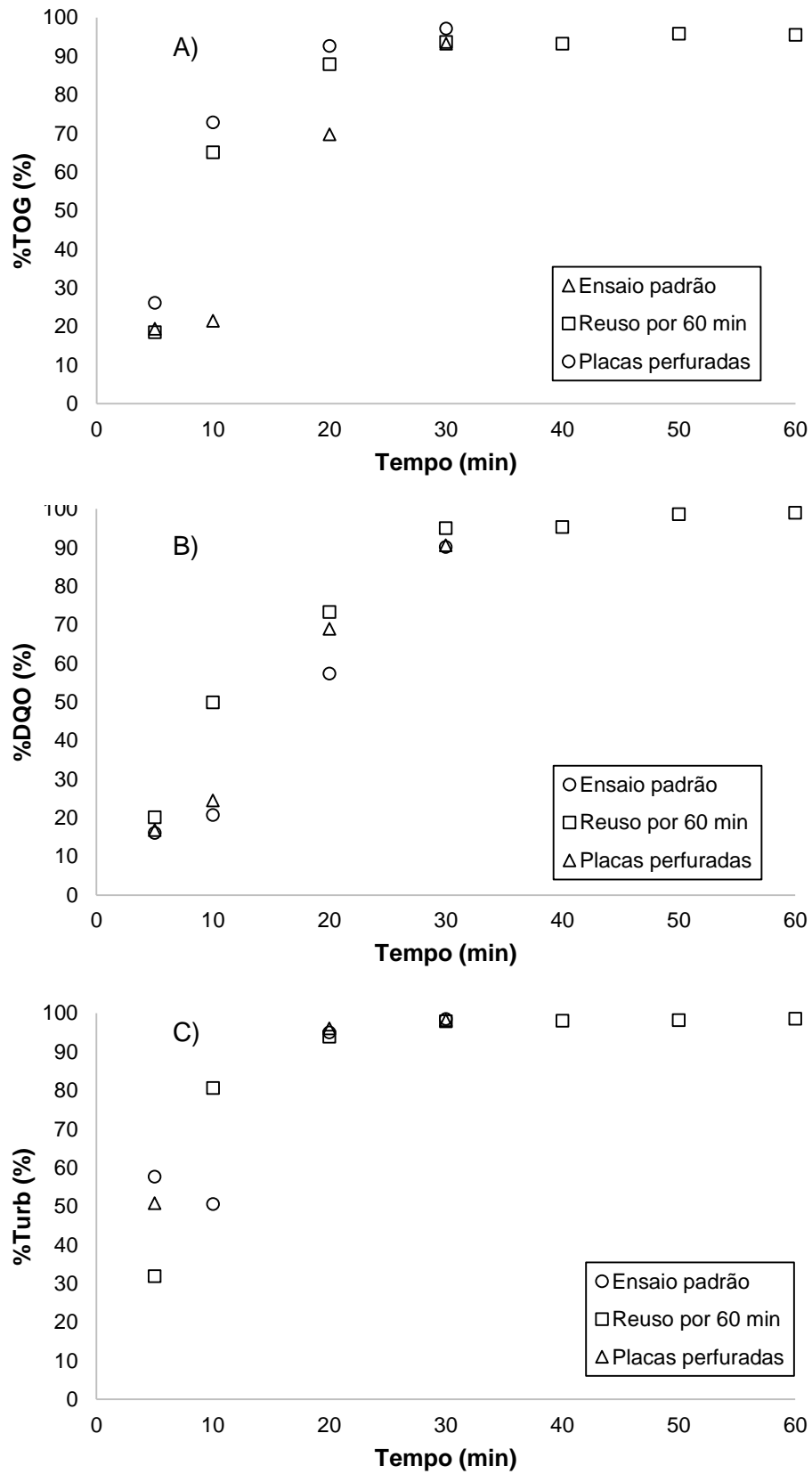
Ao observar os dados referente a %TOG/Cen, nota-se que os ensaios que obtiveram maior razão (42,82 e 41,23 $\% \cdot \text{m}^3/\text{kW} \cdot \text{h}$) ocorreram nos pontos centrais. Então, considera-se este como o melhor ponto no que tange à eficiência energética. Estudos como o de López-Guzmán, Flores-Hidalgo e Reynoso-Cuevas (2021) sugerem que a otimização de processos de eletrocoagulação em escala industrial pode levar a uma redução significativa nos custos operacionais. Ressaltam ainda que a otimização das condições operacionais é essencial para atingir altos níveis de eficiência.

4.10. ANÁLISE DOS ENSAIOS COMPLEMENTARES

Para os ensaios complementares, a condição experimental ideal foi determinada como sendo a menor vazão (3 mL/s) e o menor tempo de inversão (15 s) de acordo com os resultados apresentados no tópico 4.2. Foi realizado um experimento com reuso de eletrodos por 60 min de EC, e utilizando placas perfuradas, possibilitando a comparação desses ensaios com o ensaio padrão.

Na Figura 33 pode-se observar os gráficos de remoção de TOG, DQO e Turbidez (%TOG, %DQO e %Turb) ao longo do tempo. Nota-se um comportamento semelhante entre os ensaios, especialmente em momentos específicos. Em relação à remoção de TOG e turbidez, eletrodos perfurados obtiveram maiores percentuais de remoção, enquanto o reuso foi mais eficaz na remoção de DQO.

Figura 33 – Gráficos dos percentuais de remoção de TOG, DQO e Turb em função do tempo para ensaios complementares.



Legenda: A: %TOG versus tempo. B: %DQO versus tempo. C: %Turb versus tempo.
Fonte: A autora (2024).

Os resultados reforçam a ideia de que a remoção da camada de proteção dos eletrodos contribui para o aumento da eficiência da EC. Nos gráficos, observa-se um comportamento linear nos resultados de reuso das placas após 30 min de EC, sinalizando que a partir desse momento o reator atingiu regime permanente, com uma estabilização dos processos de coagulação e separação. Esse comportamento também foi observado por Al-qodah e Al-shannag (2017), que discutiram a influência do tempo de operação prolongado na eficiência da eletrocoagulação.

A Tabela 20 dispõe a variação total de massa dos eletrodos nos três ensaios. O experimento com placas perfuradas apresentou uma perda de massa semelhante ao ensaio padrão (uma diferença de 0,02%), enquanto o reuso dos eletrodos por 60 min resultou em uma perda de massa quase duas vezes maior. Esse aumento na corrosão do metal está relacionado com o tempo prolongado de reação eletrolítica. Essa relação foi corroborada por Ingelsson, Yasri e Roberts (2020), que apontaram que o tempo de eletrocoagulação pode causar maior corrosão, influenciando a eficiência geral do processo.

Tabela 20 – Variação da massa do conjunto de eletrodos para ensaios complementares.

Experimento	Massa total dos eletrodos (g)		Variação (g)	% perda
	Antes da EC	Depois da EC		
Padrão	75,87	75,44	0,43	0,57
Reuso por 60 min	75,44	74,62	0,82	1,09
Placas perfuradas	73,87	73,44	0,43	0,58

Fonte: A autora (2024).

A concentração de alumínio ao final dos três experimentos está listada na Tabela 21. O experimento com placas perfuradas apresentou resultados semelhantes ao padrão, com uma diferença de 0,12 mg/L. Já o ensaio com reuso de placas resultou uma diminuição da concentração de alumínio na saída do reator após 60 min, com uma diferença de 1,28 mg/L, indicando uma possível tendência a diminuição da concentração de alumínio após os 30 min de reação. Essa tendência pode ser atrelada a incorporação dos íons de alumínio à lama, bem como a decantação destes; sendo ambos são favorecidos com o aumento do tempo de experimento. Apesar da concentração de alumínio se manter acima do permitido pelas normas

ambientais, esta foi uma diminuição significativa e pode ser melhor explorada em trabalhos futuros.

Tabela 21 – Concentração de alumínio ao final da EC para ensaios complementares.

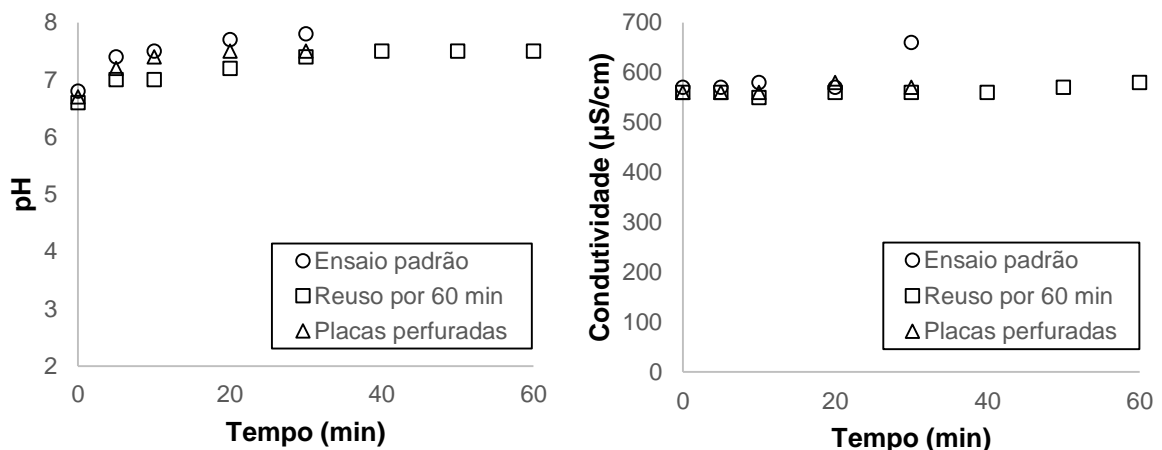
Experimento	C _{Alumínio} (mg/L)
Padrão	3,96
Reuso por 60 min	2,68
Placas perfuradas	3,84

Legenda: C_{Alumínio} é a concentração de alumínio [mg/L].

Fonte: A autora (2024).

A Figura 34 exibe os gráficos de variação de pH e condutividade ao longo do tempo. Os ensaios complementares obtiveram resultados mais amenos quando comparados ao padrão, com pH mantendo-se distante dos limites estabelecidos pela legislação. No experimento com reuso de placas, o pH máximo foi de 7,5 após 60 min de reação, destacando-se como um resultado positivo. Estudos como o de Liu *et al.* (2019) destacam a relevância de manter o pH neutro durante o processo de EC para minimizar impactos ambientais e garantir a eficiência do tratamento.

Figura 34 – pH e condutividade pelo tempo para ensaios complementares.



Legenda: A: pH versus tempo. B: Condutividade versus tempo.

Fonte: A autora (2024).

Quanto à variação de temperatura, o ensaio com placas perfuradas obteve ΔT de $2,4^\circ\text{C}$, semelhante ao ensaio padrão. Já o experimento com reuso de placas por

60 min, apresentou uma variação ΔT de 3,7°C, indicando uma relação entre o tempo de EC e o aumento de temperatura.

Não se realizaram análises de potencial zeta nos ensaios complementares.

Por fim, a Tabela 22 disponibiliza o consumo energético e a relação entre %TOG e o consumo de energia. Os ensaios complementares apresentam melhores resultados em termos de consumo e eficiência energética, com destaque para o reuso de placas por 60 min, que evidenciou o menor consumo de energia, e o uso de eletrodos perfurados, que se destacou com maior eficiência energética. Zhang *et al.* (2021) relataram que o aumento no tempo de operação pode favorecer a eficiência energética do processo de EC.

Tabela 22 – Cen e %TOG/Cen para ensaios complementares.

Ensaio	Cen (kW.h/m³)	%TOG / Cen (kW.h/m³)
Padrão	2,86	32,61
Reuso por 60 min	2,76	34,67
Placas perfuradas	2,78	34,91

Legenda: Cen é o consumo de energia elétrica [kW.h/m³], e %TOG é o percentual de remoção do teor de óleos e graxas.

Fonte: A autora (2024).

5. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos, conclui-se que a eletrocoagulação utilizando eletrodos em formato de chicanas é uma técnica promissora para o tratamento de efluentes oleosos, demonstrando elevado eficiência na remoção de contaminantes e consumo energético. A partir do planejamento de experimentos definiram-se os modelos estatísticos para a modelagem estatística das variáveis respostas (%TOG, %DQO, %Turb e consumo energético) resultou em coeficientes de determinação ajustados (R^2 – ajustado) variando entre 0,93 e 0,99. Isso comprova a qualidade dos modelos por meio da análise dos resíduos.

Nas condições experimentais que proporcionaram a maior remoção de contaminantes ($Q = 2,58$ mL/s e $t_{inv} = 20$ s), alcançaram-se 95,62% para %TOG, 96,91% para %DOQ, 97,87% para % Turb, com um consumo energético de $3,32$ kW.h/m³ e pH variando entre 6,6 e 7,8. Em relação à maior eficiência energética, nas condições de vazão de 4 mL/s e tempo de inversão de polaridade de 20 s, obtiveram-se 89,86% para %TOG, 81,77% para %DOQ, 95,70% para % Turb, com um consumo energético de $2,10$ kW.h/m³ e pH variando entre 6,5 e 7,9.

A análise do potencial zeta indicou que o processo de EC reduz significativamente a estabilidade de emulsões oleosas, especialmente em faixas de pH mais ácidas. Observou-se que o pH do sistema apresentou um comportamento favorável alcançando um valor máximo de 8, mantendo-se dentro dos limites estabelecidos pelas normas ambientais. Esse resultado é promissor em comparação a estudos que frequentemente ultrapassam esse limite. Além disso, o reuso dos eletrodos relevou-se uma estratégia eficiente com desgaste mínimo das placas e o sistema atingindo regime permanente em 30 min. A utilização de eletrodos perfurados também contribuiu para melhorar o desempenho na remoção de contaminantes, indicando uma oportunidade para otimização adicional dos resultados.

Embora os resultados tenham sido satisfatórios, as concentrações residuais de alumínio excederam os limites permitidos, indicando a necessidade de etapas adicionais de tratamento. No geral, este estudo demonstra que, com ajustes e otimizações, a eletrocoagulação combinada ao *design* de eletrodos pode ser uma solução viável para o tratamento de efluentes oleosos em escala industrial.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos e nas lacunas identificadas, algumas sugestões para trabalhos futuros incluem:

- Exploração de Técnicas Híbridas: Investigar o uso de técnicas híbridas que combinem a eletrocoagulação com outros processos afim de reduzir as concentrações residuais de metais como alumínio.
- Utilização de placas perfuradas: Explorar o comportamento de um reator com eletrodos perfurados em formato de chicanas atuando na EC.
- Pré-tratamento dos eletrodos: Analisar a influência da remoção da camada protetora na eficiência do processo.
- Variação de Concentrações de Eletrólitos: Avaliar o impacto de diferentes concentrações de eletrólitos atrelada a esse novo design de eletrodos.
- Análise de Potencial Zeta: Ampliar os estudos sobre o potencial zeta, especialmente em diferentes condições de pH.
- Escalonamento do Processo: Realizar estudos de escalonamento do processo para validar a aplicação da EC em sistemas maiores, visando a implementação industrial.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AHANGARNOKOLAEI, M. A.; AYATI, B.; GANJIDOUST, H. Novel baffled configuration of electro-coagulation–flotation process for treatment and fate of Direct Blue 71: Sludge characteristics and process optimization. **Environmental Technology and Innovation**, v. 22, 1 maio 2021.

AHMED, M. B. *et al.* Microplastic particles in the aquatic environment: A systematic review. **Science of The Total Environment**, v. 775, p. 145793, 25 jun. 2021.

AL-QODAH, Z.; AL-SHANNAG, M. **Heavy metal ions removal from wastewater using electrocoagulation processes: A comprehensive review**. **Separation Science and Technology (Philadelphia)**Taylor and Francis Inc., , 22 nov. 2017.

AN, C. *et al.* Emerging usage of electrocoagulation technology for oil removal from wastewater: A review. **Science of The Total Environment**, v. 579, p. 537–556, 1 fev. 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. 43, n. 23, p. 3559–3569, 2022.

APHA. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**. 21. ed. Washington: American Public Health Association, 2005.

ASAITHAMBI, P. *et al.* Removal of color, COD and determination of power consumption from landfill leachate wastewater using an electrochemical advanced oxidation processes. **Separation and Purification Technology**, v. 233, p. 115935, 15 fev. 2020.

AZERRAD, S. P.; ISAACS, M.; DOSORETZ, C. G. Integrated treatment of reverse osmosis brines coupling electrocoagulation with advanced oxidation processes. **Chemical Engineering Journal**, v. 356, p. 771–780, 15 jan. 2019.

BENER, S. *et al.* Electrocoagulation process for the treatment of real textile wastewater: Effect of operative conditions on the organic carbon removal and kinetic study. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 129, p. 47–54, 1 set. 2019.

BOX, G. E. *et al.* **Statistics for Experimenters: Design, Innovation, and Discovery**. 2nd. ed. [s.l.] Wiley, 2005.

BOX, G. E. W. K. B. **On the experimental attainment of optimum conditions**. New York: Breakthroughs in statistics: methodology and distribution, 1992.

BRUNO, P.; DI BELLA, G.; DE MARCHIS, M. Perforated baffles for the optimization of disinfection treatment. **Water (Switzerland)**, v. 12, n. 12, p. 1–14, 2020.

CHEN, M. *et al.* Boron removal by electrocoagulation: Removal mechanism, adsorption models and factors influencing removal. **Water Research**, v. 170, p. 115362, 1 mar. 2020.

CHOW, H.; PHAM, A. L. T. Effective removal of silica and sulfide from oil sands thermal in-situ produced water by electrocoagulation. **Journal of Hazardous Materials**, v. 380, 15 dez. 2019.

CONAMA. **Resolução no 357. Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, 17 mar. 2005.

CONAMA. **Resolução no 430. Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, 13 maio 2011.

CRINI, G.; LICHTFOUSE, E. **Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment. Environmental Chemistry Letters** Springer Verlag, , 1 mar. 2019.

DA SILVA, S. Â. D. *et al.* Microencapsulation of Probiotics by Oil-in-Water Emulsification Technique Improves Cell Viability under Different Storage Conditions. **Foods**, v. 12, n. 2, 1 jan. 2023.

DEMIRBAS, E.; KOBAYASHI, M. Operating cost and treatment of metalworking fluid wastewater by chemical coagulation and electrocoagulation processes. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 105, p. 79–90, 1 jan. 2017.

DIAS, O. A.; MUNIZ, E. P.; PORTO, P. S. DA S. Electrocoagulation using perforated electrodes: An increase in metalworking fluid removal from wastewater. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, v. 139, p. 113–120, 1 maio 2019.

DIZGE, N. *et al.* Sono-assisted electrocoagulation and cross-flow membrane processes for brewery wastewater treatment. **Journal of Water Process Engineering**, v. 21, p. 52–60, 1 fev. 2018.

EPE. **Balanco Energético Nacional: Relatório Síntese, Ano Base 2021**. Rio de Janeiro: [s.n.].

EPE. **Balanco Energético Nacional: Relatório Síntese, Ano Base 2022**. Rio de Janeiro: [s.n.].

FAVERO, A. C. *et al.* Treatment of re-refining effluent from lubricating oils by combining electrocoagulation and coagulation-flocculation processes. **Journal of Environmental Science and Health - Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering**, v. 55, n. 4, p. 402–410, 20 mar. 2020.

FENG, T. *et al.* Spatial spillover effects of environmental regulations on air pollution: Evidence from urban agglomerations in China. **Journal of Environmental Management**, v. 272, p. 110998, 15 out. 2020.

GARCIA-SEGURA, S. *et al.* Electrocoagulation and advanced electrocoagulation processes: A general review about the fundamentals, emerging applications and its association with other technologies. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 801, p. 267–299, 15 set. 2017.

GAUTAM, P. *et al.* Synergistic optimization of electrocoagulation process parameters using response surface methodology for treatment of hazardous waste landfill leachate. **Chemosphere**, v. 290, p. 133255, 1 mar. 2022.

GHERNAOUT, D. Electrocoagulation Process: A Mechanistic Review at the Dawn of its Modeling. **Journal of Environmental Science and Allied Research**, v. 2, n. 1, p. 22–38, 15 fev. 2019.

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. 119–125, 1 maio 2018.

GOREN, A. Y.; KOBYA, M. Arsenic removal from groundwater using an aerated electrocoagulation reactor with 3D Al electrodes in the presence of anions. **Chemosphere**, v. 263, 1 jan. 2021.

GRAÇA, N. S.; RODRIGUES, A. E. **The Combined Implementation of Electrocoagulation and Adsorption Processes for the Treatment of Wastewaters.** **Clean TechnologiesMDPI**, , 1 dez. 2022.

HAKIZIMANA, J. N. *et al.* Electrocoagulation process in water treatment: A review of electrocoagulation modeling approaches. **Desalination**, v. 404, p. 1–21, 17 fev. 2017.

HASHIM, K. S. *et al.* Defluoridation of drinking water using a new flow column-electrocoagulation reactor (FCER) - Experimental, statistical, and economic approach. **Journal of Environmental Management**, v. 197, p. 80–88, 15 jul. 2017.

HASHIM, K. S. *et al.* Electrocoagulation as a green technology for phosphate removal from river water. **Separation and Purification Technology**, v. 210, p. 135–144, 8 fev. 2019.

HASHIM, K. S. *et al.* Energy efficient electrocoagulation using baffle-plates electrodes for efficient *Escherichia coli* removal from wastewater. **Journal of Water Process Engineering**, v. 33, 1 fev. 2020.

HUANG, Y. *et al.* Forecast of Fossil Fuel Demand Based On Low Carbon Emissions from the Perspective of Energy Security. **Chemistry and Technology of Fuels and Oils**, v. 58, n. 6, p. 1075–1082, 1 jan. 2023.

INGELSSON, M.; YASRI, N.; ROBERTS, E. P. L. Electrode passivation, faradaic efficiency, and performance enhancement strategies in electrocoagulation—a review. **Water Research**, v. 187, p. 116433, 15 dez. 2020.

JASIM, M. A.; ALJABERI, F. Y. Removal of COD from real oily wastewater by electrocoagulation using a new configuration of electrodes. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 195, n. 6, 1 jun. 2023.

JIANG, W. MING *et al.* Removal of emulsified oil from polymer-flooding sewage by an integrated apparatus including EC and separation process. **Separation and Purification Technology**, v. 211, p. 259–268, 18 mar. 2019.

KALININA, E. G. Electrokinetic Properties of Nanopowder Suspensions Based on Aluminum Oxide, Obtained via the Electric Explosion of a Wire. **Russian Journal of Physical Chemistry A**, v. 96, n. 9, p. 2032–2037, 1 set. 2022.

KAMBUYI, T. N. *et al.* Design of a continuous-flow single-channel reactor using optimal experimental data from batch reactor for turbidity removal by electrocoagulation. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 1, p. 104651, 1 fev. 2021.

KHALIFA, O. *et al.* Performance tests and removal mechanisms of aerated electrocoagulation in the treatment of oily wastewater. **Journal of Water Process Engineering**, v. 36, p. 101290, 1 ago. 2020.

KHALIFA, O. *et al.* Ozonation-assisted electro-membrane hybrid reactor for oily wastewater treatment: A methodological approach and synergy effects. **Journal of Cleaner Production**, v. 289, 20 mar. 2021.

KHOSRAVANIPOUR MOSTAFAZADEH, A. *et al.* Development of combined membrane filtration, electrochemical technologies, and adsorption processes for treatment and reuse of laundry wastewater and removal of nonylphenol ethoxylates as surfactants. **Journal of Water Process Engineering**, v. 28, p. 277–292, 1 abr. 2019.

KOBYA, M. *et al.* A review on decontamination of arsenic-contained water by electrocoagulation: Reactor configurations and operating cost along with removal mechanisms. **Environmental Technology & Innovation**, v. 17, p. 100519, 1 fev. 2020.

KOBYA, M.; OMWENE, P. I.; UKUNDIMANA, Z. Treatment and operating cost analysis of metalworking wastewaters by a continuous electrocoagulation reactor. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 8, n. 2, p. 103526, 1 abr. 2020.

LACASA, E. *et al.* Environmental applications of electrochemical technology. What is needed to enable full-scale applications? **Current Opinion in Electrochemistry**, v. 16, p. 149–156, 1 ago. 2019.

LIU, B. *et al.* Development of advanced oil/water separation technologies to enhance the effectiveness of mechanical oil recovery operations at sea: Potential and challenges. **Journal of Hazardous Materials**, v. 437, p. 129340, 5 set. 2022.

LIU, F. *et al.* Experimental study on treatment of tertiary oil recovery wastewater by electrocoagulation. **Chemical Engineering and Processing - Process Intensification**, v. 144, p. 107640, 1 out. 2019.

LÓPEZ-GUZMÁN, M.; FLORES-HIDALGO, M. A.; REYNOSO-CUEVAS, L. **Electrocoagulation process: An approach to continuous processes, reactors design, pharmaceuticals removal, and hybrid systems—a review.** **Processes**MDPI, , 1 out. 2021.

MANILAL, A. M.; SOLOMAN, P. A.; BASHA, C. A. Removal of Oil and Grease from Produced Water Using Electrocoagulation. **Journal of Hazardous, Toxic, and Radioactive Waste**, v. 24, n. 1, jan. 2020.

MAO, Y.; ZHAO, Y.; COTTERILL, S. **Examining Current and Future Applications of Electrocoagulation in Wastewater Treatment.** **Water (Switzerland)**MDPI, , 1 abr. 2023.

MEDINA-COLLANA, J. T. *et al.* Evaluation of the Performance of the Electrocoagulation Process for the Removal of Water Hardness. **Sustainability (Switzerland)**, v. 15, n. 1, 1 jan. 2023.

MERMA, A. G. *et al.* Treatment of oily wastewater from mining industry using electrocoagulation: Fundamentals and process optimization. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 6, p. 15164–15176, 2020.

MOHAMMED, T. J.; AL-ZUHERI, H. A. **Application of Response Surface Methodology for analysis and optimization of the operational parameters for turbidity removal from oily wastewater by electrocoagulation process.** IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. **Anais...**Institute of Physics Publishing, 18 dez. 2018.

MONEER, A. A. *et al.* Electrocoagulation process for oily wastewater treatment and optimization using response surface methodology. **International Journal of Environmental Science and Technology**, v. 20, n. 12, p. 13859–13872, 1 dez. 2023.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments.** [s.l.] John wiley & sons, 2017.

MORADI, M. *et al.* Various wastewaters treatment by sono-electrocoagulation process: A comprehensive review of operational parameters and future outlook. **Chemosphere**, v. 263, p. 128314, 1 jan. 2021.

MOUSAZADEH, M. *et al.* **Electrocoagulation as a promising defluoridation technology from water: A review of state of the art of removal mechanisms and performance trends.** **Water (Switzerland)**MDPI AG, , 1 mar. 2021.

MOUSSA, D. T. *et al.* A comprehensive review of electrocoagulation for water treatment: Potentials and challenges. **Journal of Environmental Management**, v. 186, p. 24–41, 15 jan. 2017.

MUSA, M. A.; IDRUS, S. **Physical and biological treatment technologies of slaughterhouse wastewater: A review. Sustainability (Switzerland)**MDPI AG, , 1 maio 2021.

NASCIMENTO, B. Z. *et al.* Oily wastewater treatment by a continuous flow electrocoagulation reactor with polarity switch: Assessment of the relation between process variables and the aluminum released to the environment. **Journal of Environmental Management**, v. 347, p. 119072, 1 dez. 2023.

NETO, B. B. S. I. S. B. R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria.** [s.l.] Bookman Editora, 2010.

OMWENE, P. I. *et al.* Arsenic removal from naturally arsenic contaminated ground water by packed-bed electrocoagulator using Al and Fe scrap anodes. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 121, p. 20–31, 1 jan. 2019.

ONU. **Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS).** Disponível em: <<https://sdgs.un.org/>>. Acesso em: 2 out. 2023.

PETROBRAS DISTRIBUIDORA S.A. **Folheto Técnico LUBRAX TECNO.** Disponível em: <<https://www.lubrax.com.br/sites/lubrax/files/2021-06/pt-lubrax-tecno.pdf>>. Acesso em: 30 jun. 2023.

PETROBRAS DISTRIBUIDORA S.A. **Ficha de Informações de Segurança de Produto Químico (FISPQ): Lubrax Tecno 15W40.** Disponível em: <https://www.lubrax.com.br/sites/lubrax/files/fichas-de-seguranca/FISPQ_BR_PT_LUBRAX_TECNO_15W40.pdf>. Acesso em: 30 jun. 2023.

QI, Z. *et al.* Performance and mechanistic study on electrocoagulation process for municipal wastewater treatment based on horizontal bipolar electrodes. **Frontiers of Environmental Science and Engineering**, v. 14, n. 3, 1 jun. 2020.

RODRIGUES, M. I. I. A. F. **Experimental design and process optimization.** [s.l.] Crc Press, 2014.

SATIRO, A. R. G. **Estudo do tratamento de fluido de corte utilizando um reator de eletrofloculação chicanado operando em regime contínuo.** Dissertação (Mestrado em Energia)—São Mateus: Programa de Pós-Graduação em Energia, Universidade Federal do Espírito Santo, 2017.

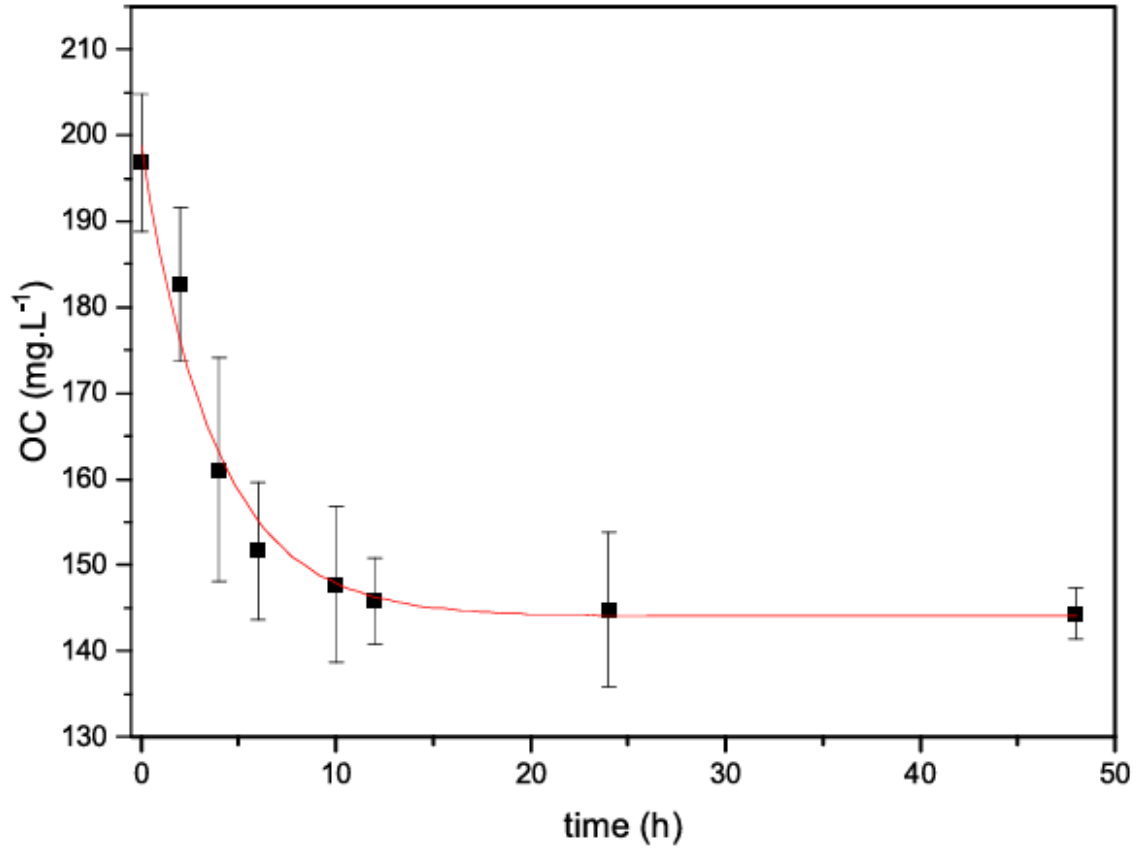
SHAHEDI, A. *et al.* **An overview of the application of electrocoagulation for mine wastewater treatment. Environmental Monitoring and Assessment**Springer Science and Business Media Deutschland GmbH, , 1 abr. 2023.

SHONZA, N. S. *et al.* Crude oil wastewater treatment by electrocoagulation in a continuous process with polarity switch. **Environmental Technology (United Kingdom)**, v. 43, n. 11, p. 1700–1708, 2022.

- TAHREEN, A.; JAMI, M. S.; ALI, F. Role of electrocoagulation in wastewater treatment: A developmental review. **Journal of Water Process Engineering**, v. 37, p. 101440, 1 out. 2020.
- UBALE, M. A.; SALKAR, V. D. Experimental study on electrocoagulation of textile wastewater by continuous horizontal flow through aluminum baffles. **Korean Journal of Chemical Engineering**, v. 34, n. 4, p. 1044–1050, 1 abr. 2017.
- ZHANG, J. *et al.* High-efficiency and energy-saving alternating pulse current electrocoagulation to remove polyvinyl alcohol in wastewater. **RSC Advances**, v. 11, n. 63, p. 40085–40099, 16 dez. 2021a.
- ZHANG, R. *et al.* Preparation of nickel@polyvinyl alcohol (PVA) conductive membranes to couple a novel electrocoagulation-membrane separation system for efficient oil-water separation. **Journal of Membrane Science**, v. 653, 5 jul. 2022.
- ZHANG, Y. *et al.* Demulsification treatment of spent metalworking fluids by metal cations: The synergistic effect and efficiency evaluation. **Processes**, v. 9, n. 10, 1 out. 2021b.
- ZHAO, C. *et al.* Application of coagulation/flocculation in oily wastewater treatment: A review. **Science of The Total Environment**, v. 765, p. 142795, 15 abr. 2021.

Anexo A: Cinética de separação de óleo

Figura Anexo 1 – Cinética de separação de óleo na emulsão.



Fonte: Nascimento *et al.* (2023).

APÊNDICE A: Reator de acrílico

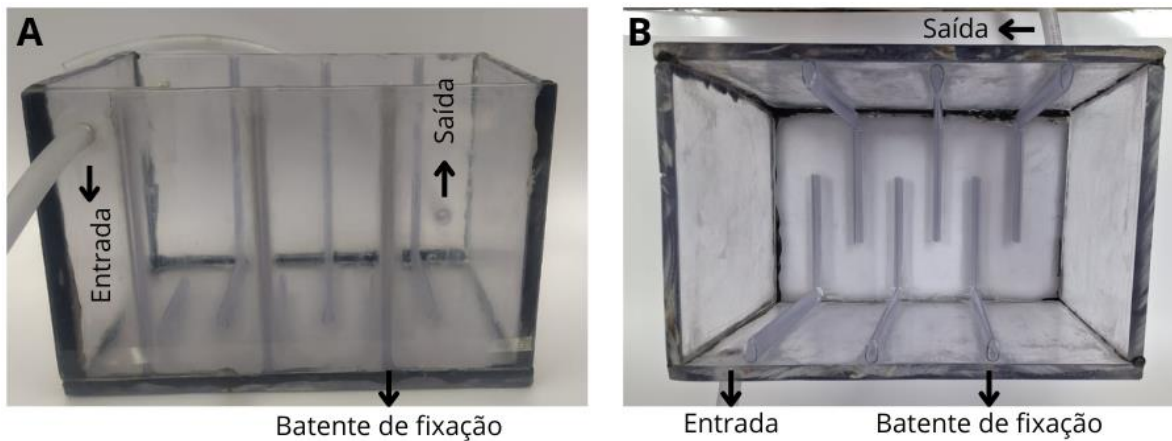
Tabela A1 - Dimensões dos parâmetros do reator.

Parâmetro	Valor de dimensão (mm)
Comprimento interno do reator	215
Largura interna do reator	142
Altura interna do reator	140
Altura interna de entrada do reator	32
Altura interna de saída do reator	123
Espessura do eletrodo	1
Comprimento do eletrodo	95
Altura do eletrodo	150
DEE	30

Legenda: DEE é a distância entre eletrodos [mm].

Fonte: Autora (2024).

Figura A1 – Fotografia do reator de acrílico.



Legenda: A = vista lateral. B = vista superior.

Fonte: A autora (2024).

APÊNDICE B: Calibração da bomba peristáltica

Realizou-se a alimentação do sistema de EC por uma bomba peristáltica acoplada ao tanque de armazenamento da emulsão sintática. Para garantir que a vazão correta seja aplicada em cada experimento, realizou-se a calibração da bomba. Para este procedimento utilizou-se efluente modelo oleoso, ajustou-se diferentes valores de tensão na fonte DC, ao passo que a corrente foi mantida em 2A. A mangueira de sucção da bomba foi interligada a um recipiente contendo emulsão modelo oleosa e a direcionou-se a mangueira de saída à uma proveta de 100 mL vazia. Em seguida, a fonte de alimentação foi acionada e marcou-se o tempo até que a proveta fosse preenchida; após, a fonte foi desligada. Por fim, verificou-se e registrou-se o tempo decorrido. Todo o procedimento foi realizado em triplicata.

Dessa forma, para cada valor de tensão ajustado, observou-se o tempo em que a bomba transferiu 100 mL para a proveta. Indiretamente, obteve-se a vazão volumétrica. Na Tabela B1 estão dispostos os dados experimentais que relacionam a vazão volumétrica do efluente modelo e a tensão aplicada.

Tabela B1 - Vazão volumétrica em diferentes valores de tensão.

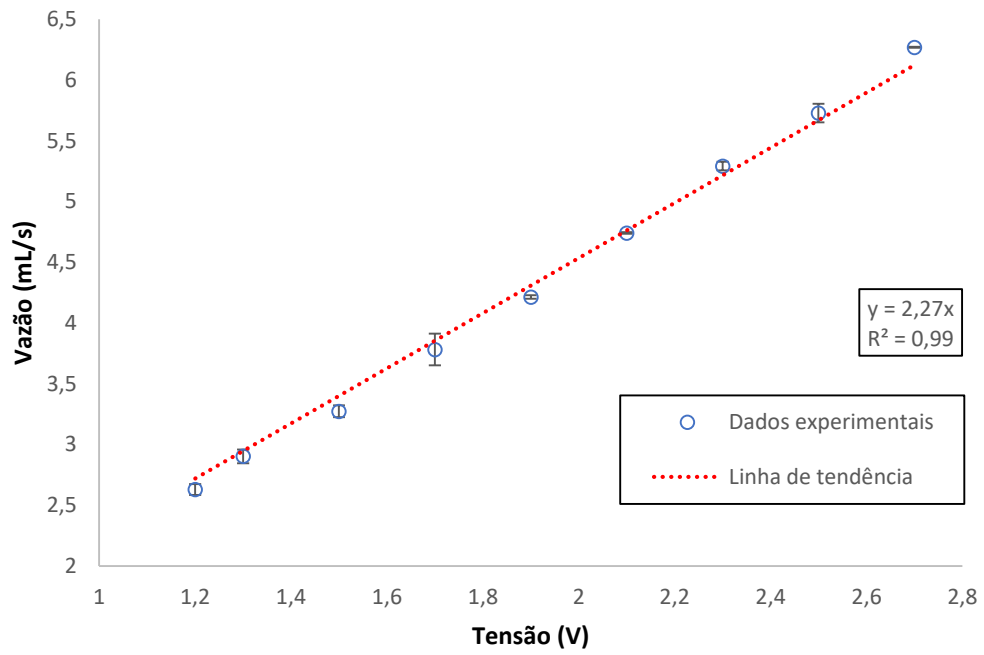
Tensão (V)	Q_1 (mL/s)	Q_2 (mL/s)	Q_3 (mL/s)	$Q_{média}$ (mL/s)	Desvio Padrão amostral (mL/s)
1,2	2,59	2,68	2,62	2,63	0,04
1,3	2,86	2,97	2,88	2,90	0,06
1,5	3,23	3,33	3,26	3,27	0,05
1,7	3,68	3,93	3,74	3,78	0,13
1,9	4,22	4,20	4,22	4,21	0,01
2,1	4,73	4,75	4,74	4,74	0,01
2,3	5,26	5,33	5,28	5,29	0,04
2,5	5,67	5,81	5,70	5,73	0,08
2,7	6,27	6,27	6,27	6,27	0,00

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s].

Fonte: A autora (2024).

Plotou-se o gráfico da curva de calibração para a bomba (Figura B1), em que se pode notar um ajuste linear adequado com coeficiente de correlação (R^2) de 0,99. Calculou-se, então, um modelo de regressão linear utilizando uma ferramenta computacional, resultando na Equação B1. Assim, tornou-se possível calcular a vazão volumétrica a partir da tensão aplicada.

Figura B1 - Curva de calibração para a bomba peristáltica.



Fonte: A autora (2024).

$$Q = 2,27 * tensão \quad (B1)$$

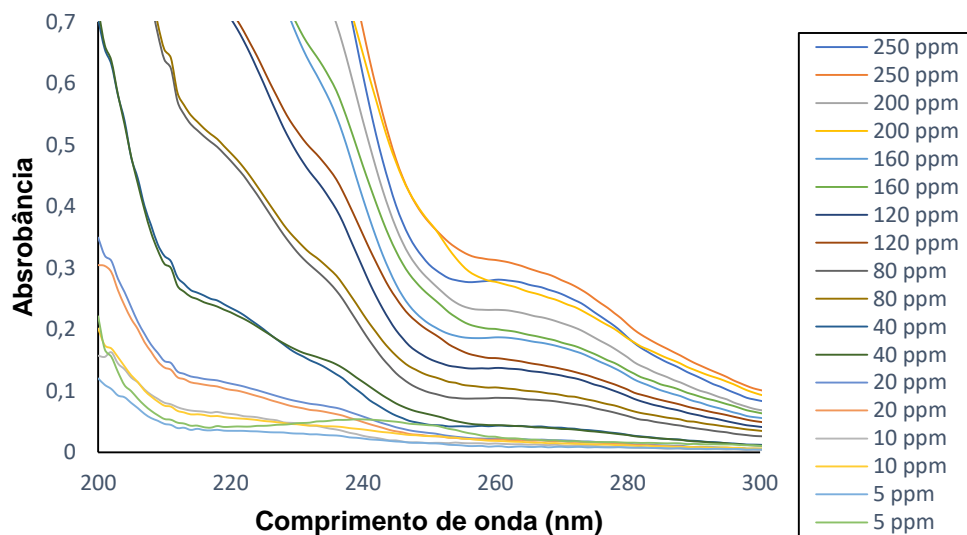
APÊNDICE C: Metodologia para estimar TOG

Curva de calibração:

Inicialmente realizou-se a curva de calibração da concentração de óleo por meio da absorbância de soluções diluídas de óleo lubrificante 15W-40 em hexano. Para isso, preparou-se uma solução contendo 250 mg/L de óleo, e uma parte dela foi diluída para se obter soluções contendo 5, 10, 20, 40, 80, 120, 160 e 200 mg/L; resultando em 9 pontos distintos com concentração de óleo de 5 a 250 mg/L. Todo o procedimento foi realizado em duplicata.

Mediu-se a absorbância dessas amostras por um espectrofotômetro QUIMIS®, modelo 4802 UV/VIS *Double Beam Spectrophotometer* com faixa de varredura de comprimento de onda de 200 a 300 nm e passo de 1 nm. Na Figura C1 observa-se o gráfico da varredura de soluções de diferentes concentrações do óleo de motor semissintético 15W-40 da marca Lubrax®, utilizando o solvente hexano. Observou-se a maior banda de absorbância, livre de ruídos, em 260 nm; a partir disso, este foi escolhido como base para a curva de calibração.

Figura C1 - Gráfico da varredura do óleo de motor 15W40 em hexano.



Fonte: A autora (2024).

Na Tabela C1 estão dispostas as absorbâncias referentes a cada concentração de óleo trabalhada, bem como sua média e desvio padrão no comprimento de onda adotado.

Tabela C1 - Absorbâncias em 260 nm para TOG.

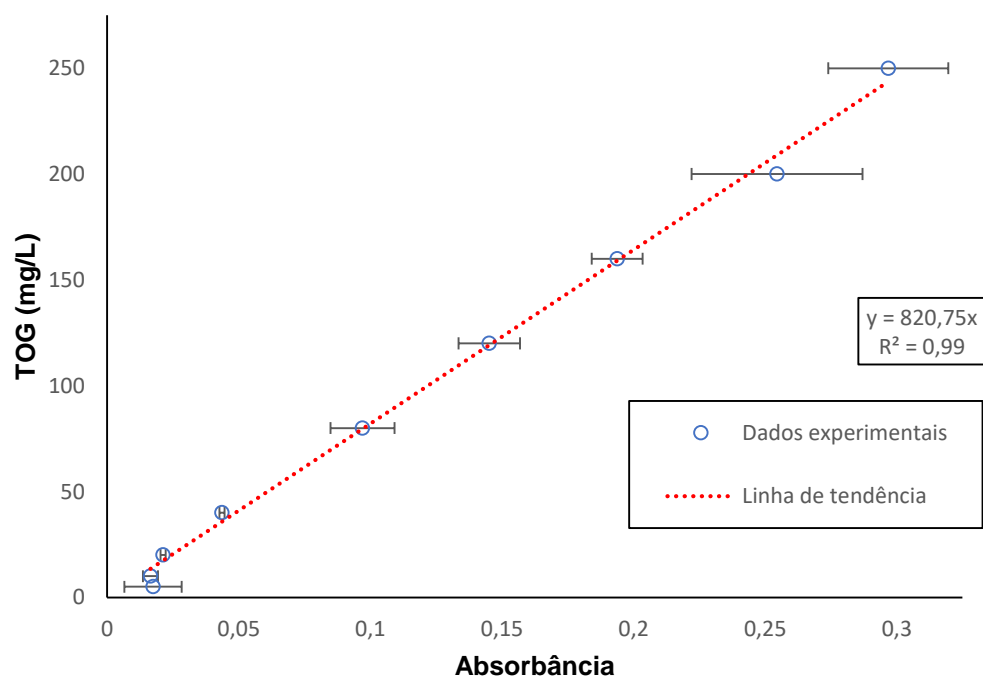
TOG (mg/L)	Absorbância 1	Absorbância 2	Absorbância Média	Desvio Padrão Amostral
5	0,01	0,03	0,02	0,01
10	0,01	0,02	0,02	0,00
20	0,02	0,02	0,02	0,00
40	0,04	0,04	0,04	0,00
80	0,09	0,11	0,10	0,01
120	0,14	0,15	0,15	0,01
160	0,19	0,20	0,19	0,01
200	0,23	0,28	0,25	0,03
250	0,28	0,31	0,30	0,02

Legenda: TOG é o teor de óleos e graxas [mg/L].

Fonte: A autora (2024).

Dessa forma, plotou-se o gráfico da curva de calibração para o TOG (Figura C2), em que se pode notar um ajuste linear adequado com coeficiente de correlação (R^2) de 0,99.

Figura C2 - Curva de calibração para o TOG em 260 nm.



Fonte: A autora (2024).

Calculou-se, então, um modelo de regressão linear utilizando uma ferramenta computacional, tornando possível calcular a concentração de TOG a partir da leitura de absorbância de amostras experimentais pela Equação C1.

$$TOG = 820,75 * Absorbância \quad (C1)$$

Procedimento experimental para análise:

Para realizar as análises nas amostras tratadas por eletrocoagulação, realizou-se a extração de óleo com hexano. Para isso, transferem-se 50 mL da amostra para um funil de separação de 125 mL, com adição de 5 mL de hexano e 2 gotas de ácido sulfúrico. Agita-se o funil por 2 min, com alívios periódicos de pressão interna através da abertura da válvula. Após a agitação, o funil é deixado em repouso em um suporte universal por 10 min para permitir a separação de fases. A fase aquosa, localizada na parte inferior, é removida e descartada, enquanto a fase orgânica, composta de óleo e hexano, é filtrada em papel de filtro contendo 1 grama de sulfato de sódio anidro a fim de remover eventuais gotículas de água. Transfere-se a fase orgânica filtrada para um balão volumétrico de 25 mL, completando-o com hexano até o menisco. Por fim, o conteúdo do balão é homogeneizado.

Para quantificação do TOG, realiza-se a leitura das absorbâncias por um espectrofotômetro QUIMIS®, modelo 4802 UV/VIS *Double Beam Spectrophotometer* com faixa de varredura de comprimento de onda de 200 a 300 nm e passo de 1 nm. O comprimento de onda alvo deve ser de 260 nm, para que a partir da Equação C1, determina-se o TOG para as amostras colhidas.

APÊNDICE D: Metodologia para estimar DQO

Inicialmente preparou-se três soluções. Para o preparo da solução de digestão, dissolveu-se 10,12 g de dicromato de potássio (previamente seco a 150 °C por 2 h) em 500 mL de água destilada. Em seguida, adicionou-se lentamente 167 mL de ácido sulfúrico concentrado e 33,3 g de sulfato de mercúrio. Após completa homogeneização, realizou-se a diluição com água destilada, até a solução atingir o volume de 1 L. Por fim, armazenou-se adequadamente.

No preparo da solução de biftalato de potássio, dissolveu-se 0,17 g de biftalato de potássio (previamente seco a 120 °C em estufa até atingir peso constante) em água destilada até atingir volume de 200 mL. Assim, resultou-se em uma solução com concentração de 850 mg/L, equivalente a DQO de 1000 mgO₂/L. Além disso, preparou-se 1 L de solução catalisadora de ácido argênico dissolvendo 10,065g de sulfato de prata em ácido sulfúrico concentrado, armazenou-a, e tornou-se útil para uso após 2 dias de repouso.

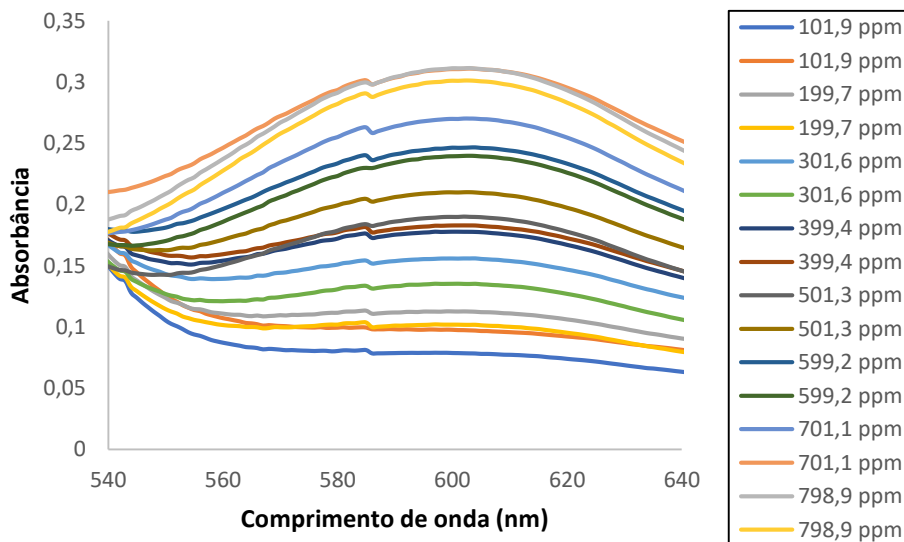
Curva de calibração:

Para a construção da curva de calibração, realizou-se dissoluções da solução de biftalato de potássio para obter valores próximos a 100, 200, 400, 500, 600, 700 e 800 mgO₂/L de DQO, resultando em 8 pontos na faixa de aproximadamente 100 a 800 mgO₂/L. Em tubos de digestão adicionou-se 2,5 mL das diluições preparadas, 3,5 mL da solução catalisadora e 1,5 mL da solução digestão. Para a análise do branco adicionou-se 2,5 mL de água destilada ao invés das diluições. Os tubos foram submetidos a temperatura de 150 °C por 2 h em um termo reator o modelo *Dry Block* MA4004 da marca MARCONI®. Todo o procedimento foi realizado em duplicata.

Após a agitação, resfriou-se os tubos em banho de água na temperatura ambiente. Realizou-se as leituras de absorvância por um espectrofotômetro QUIMIS®, modelo 4802 UV/VIS *Double Beam Spectrophotometer* com faixa de varredura de comprimento de onda de 540 a 650 nm e passo de 1 nm. Na Figura D1 observa-se o gráfico da varredura das soluções padrão de biftalato de potássio após a digestão com DQO variando de aproximadamente 100 a 800 mgO₂/L. Observou-se a maior banda de absorvância, livre de ruídos, em 600 nm, conforme indicado no *Standard*

Methods for the Examination of Water and Wastewater (APHA, 2005). A partir disso, este foi o comprimento de onda utilizado para a construção curva de calibração.

Figura D1 - Gráfico da varredura de soluções padrão de DQO.



Fonte: A autora (2024).

Na Tabela D1 estão dispostas as absorbâncias referentes a cada concentração de DQO trabalhada, bem como sua média e desvio padrão no comprimento de onda adotado.

Tabela D1 - Absorbâncias em 600 nm para DQO.

DQO (mgO ₂ /L)	Absorbância 1	Absorbância 2	Absorbância Média	Desvio Padrão amostral
101,9	0,01	0,04	0,03	0,02
199,7	0,08	0,07	0,07	0,01
301,6	0,12	0,10	0,11	0,01
399,4	0,14	0,15	0,15	0,00
501,3	0,16	0,18	0,17	0,01
599,2	0,21	0,20	0,21	0,01
701,1	0,24	0,28	0,26	0,03
798,9	0,28	0,27	0,27	0,01

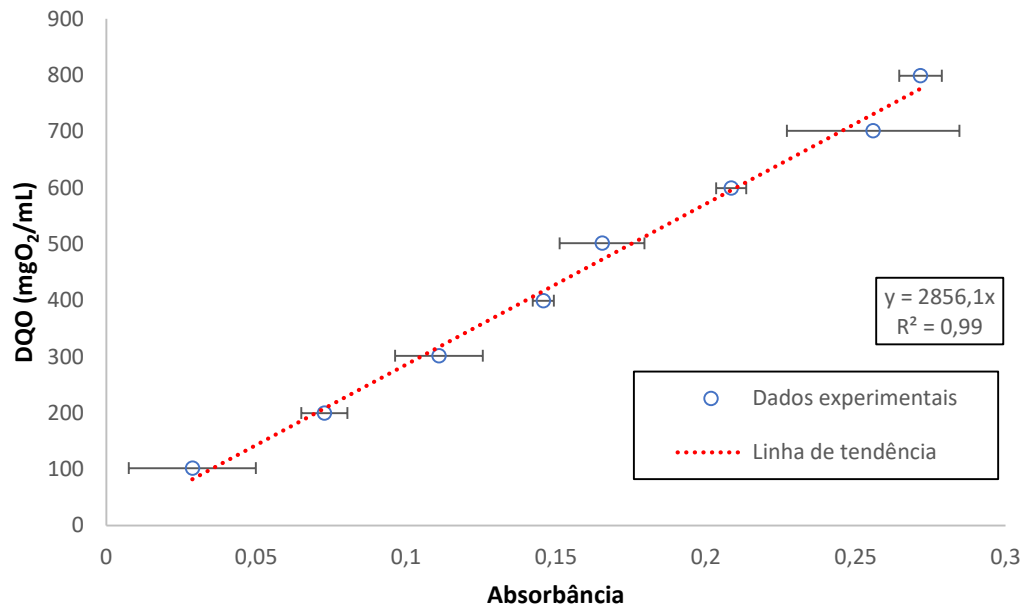
Legenda: DQO é a demanda química de oxigênio [mgO₂/L].

Fonte: A autora (2024).

Dessa forma, plotou-se o gráfico da curva de calibração para a DQO (Figura D2), em que se pode notar um ajuste linear adequado com coeficiente de correlação (R^2) de 0,99. Calculou-se, então, um modelo de regressão linear utilizando uma ferramenta

computacional, tornando possível calcular a concentração de DQO a partir da leitura de absorbância de amostras experimentais pela Equação D1.

Figura D2 - Curva de calibração para a DQO em 600 nm.



Fonte: A autora (2024).

$$DQO = 2856,1 * Absorbância \quad (D1)$$

Procedimento experimental para análise:

A quantificação de DQO se dará pela adição, aos tubos de digestão, de 2,5 mL da amostra de fluente tratado, 3,5 mL da solução catalisadora, e 1,5 mL da solução digestora. Para a análise do branco serão adicionados 2,5 mL de água destilada ao invés das amostras. Os tubos serão submetidos a agitação por 2 h a 150 °C em um agitador do modelo *Dry Block* MA4004 da marca MARCONI®. Após a agitação, os tubos serão resfriados em banho em água na temperatura ambiente.

As leituras de absorbância serão realizadas por um espectrofotômetro QUIMIS®, modelo 4802 UV/VIS *Double Beam Spectrophotometer* com faixa de varredura de comprimento de onda de 540 a 650 nm e passo de 1 nm. O comprimento de onda alvo deve ser de 600 nm, para que a partir da Equação D1, determina-se a DQO para as amostras colhidas.

APÊNDICE E: Metodologia para estimar concentração de Alumínio a partir de uma adaptação do método colorimétrico 3500-AI

Inicialmente preparam-se as sete soluções a seguir. Como não há presença de fluoretos e fosfatos no meio a ser analisado, não se preparam outras soluções que seriam necessárias para remoção e correção nesses compostos.

Solução estoque de alumínio: Dissolvem-se 2,1978 de alúmen de potássio ($\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) em água destilada até o volume de 250 mL. Obtém-se uma solução com concentração de 8,791 gramas de alúmen de potássio por litro, que corresponde, em termos de alumínio, a 500 mg/L.

Solução padrão de alumínio: Dilui-se 1 mL da solução estoque de alumínio com água destilada até o volume de 100 mL. Obtém-se uma solução com concentração, em termos de alumínio, de 5000 µg/L. Prepara-se novamente a cada dia de uso.

Solução de ácido sulfúrico: Dilui-se ácido sulfúrico em água até que se atinja 0,02N.

Solução de ácido ascórbico: Dissolve-se 0,1 g de ácido ascórbico em água destilada até o volume de 100 mL, obtendo-se uma solução com concentração de 1 g/L. Prepara-se novamente a cada dia de uso.

Solução tampão: Dissolve-se 34 g de acetato de sódio ($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) em água destilada e adiciona-se 40 mL de ácido acético 1N. Dilui-se, em água destilada, até o volume de 1 L.

Solução estoque de corante: Dissolvem-se 150 mg de eriocromo cianina em cerca de 50 mL de água destilada, e corrige-se o pH até cerca de 2,9 com aproximadamente 2 mL de ácido. Dilui-se com água destilada até o volume de 100 mL. Obtém-se uma solução com concentração de 1500 mg/L. Por sua excelente estabilidade, pode ser guardada por até mais de um ano.

Solução padrão de corante: Diluem-se 10 mL da solução estoque de corante, com água destilada, até o volume de 100 mL. Obtém-se uma solução com concentração de 150 mg/L. Esta é estável por até mais de 6 meses.

Curva de calibração:

Para a construção da curva de calibração, adicionam-se volumes da solução padrão de alumínio para balões volumétrico de 25 mL, a fim de se obter, ao final, equivalentes a 0 (branco), 24, 50, 74, 100, 150, 200, 226 e 250 µg/L. A cada balão

volumétrico, adiciona-se 0,5 mL da solução de ácido sulfúrico e agita-se. Após, adiciona-se 0,5 mL da solução de ácido ascórbico, e mistura-se. Posteriormente, adicionam-se 5 mL da solução tampão, e novamente agita-se. Com o auxílio de uma pipeta volumétrica, adicionam-se 2,5 mL da solução padrão de corante e mistura-se. Preenche-se os balões volumétricos até o menisco, mistura-se novamente, e deixam-se descansar de 5 a 10 min.

Entre 5 a 10 min de descanso, realiza-se a leitura de absorvância do conteúdo de cada balão volumétrico, visto que após 15 min a cor pode desbotar. O equipamento utilizado neste processo foi um espectrofotômetro Thermo Scientific®, modelo GENESYS 10S Series UV-Visible Spectrophotometers com faixa de varredura de comprimento de onda de 490 a 650 nm e passo de 1 nm. A banda de absorvância, livre de ruídos, ocorre em 535 nm, conforme indicado no *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA, 2005). A partir disso, este foi o comprimento de onda como base para a curva de calibração.

Na Tabela E1 dispõem-se as absorvâncias referentes a cada concentração de alumínio trabalhada no comprimento de onda adotado. Dessa forma, plotou-se o gráfico da curva de calibração para a alumínio (Figura E1), em que se pode notar um ajuste linear adequado com R^2 de 0,99. Calculou-se, então, um modelo de regressão linear, tornando possível calcular a concentração de alumínio a partir da leitura de absorvância de amostras experimentais pela Equação E1.

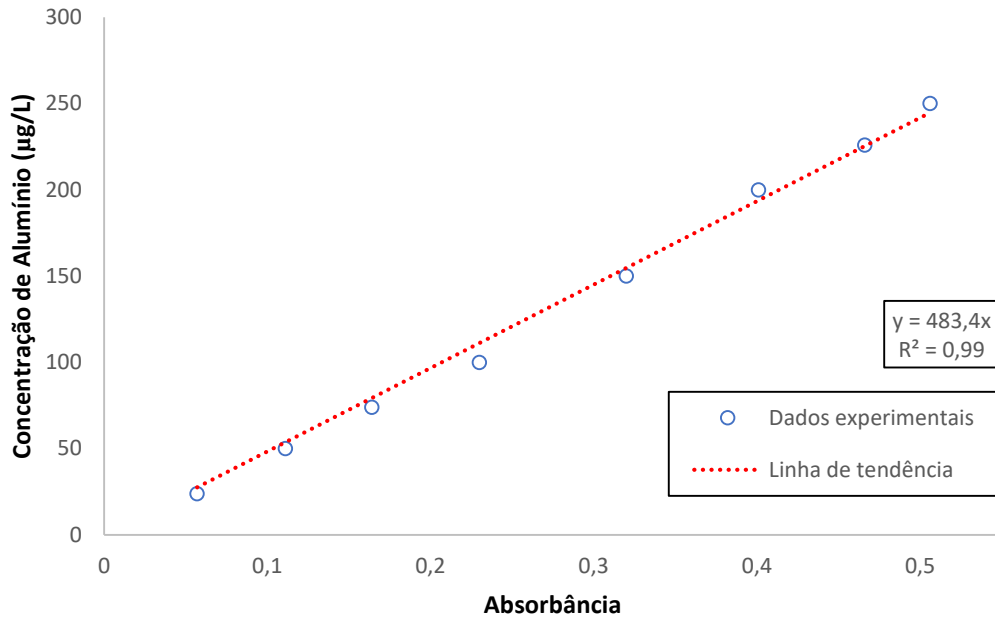
Tabela E1 - Absorvâncias em 535 nm para determinação de alumínio.

C_{Alumínio} (µg/L)	Absorvância
24	0,06
50	0,11
74	0,17
100	0,23
150	0,32
200	0,40
226	0,47
250	0,51

Legenda: C_{Alumínio} é a concentração de alumínio [µg/L].

Fonte: A autora (2024).

Figura E1 - Curva de calibração para o cálculo de alumínio em 535 nm.



Fonte: A autora (2024).

$$C_{\text{Alumínio}} = 483,4 * \text{absorbância} \quad (\text{E1})$$

Procedimento experimental para análise:

A quantificação de alumínio se dá pela adição, a balões volumétricos de 25 mL para cada alíquota, de 10 mL da amostra ou de água destilada (para o branco). Em seguida, adiciona-se 0,5 mL da solução de ácido sulfúrico e agita-se. Semelhantemente, adiciona-se 0,5 mL da solução de ácido ascórbico, e mistura-se. Posteriormente, adicionam-se 5mL da solução tampão, e novamente agita-se. Com o auxílio de uma pipeta volumétrica, adicionam-se 2,5 mL da solução padrão de corante e mistura-se. Preenche-se os balões volumétricos até o menisco, mistura-se novamente, e deixam-se descansar de 5 a 10 min.

Entre 5 a 10 min de descanso, realiza-se a leitura de absorbância do conteúdo de cada balão volumétrico. Realizam-se as leituras por um espectrofotômetro Thermo Scientific®, modelo GENESYS 10S Series UV-Visible Spectrophotometers com faixa de varredura de comprimento de onda de 490 a 650 nm e passo de 1 nm. O comprimento de onda alvo deve ser de 535 nm, para que a partir da Equação E1, determina-se a concentração de alumínio para as amostras colhidas.

APÊNDICE F: Breve descrição da metodologia para estimar concentração de Alumínio pelo método 3111

A detecção de alumínio pelo método 3111 de absorção atômica em chama é um processo que envolve várias etapas, desde a preparação da amostra até a análise final. A amostra a ser analisada deve ser cuidadosamente preparada. A amostra deve ser diluída adequadamente para que a concentração de alumínio esteja dentro da faixa de detecção do método (5 a 100 mg/L). Se a amostra contiver uma alta concentração de sólidos dissolvidos, como em amostras de água do mar ou salinas, a diluição também diminui o acúmulo de sólidos no bico do queimador (o que poderia causar interrupções na análise) e possíveis interferentes.

A amostra diluída é aspirada para dentro do sistema de espectrometria de absorção atômica. O sistema utiliza uma chama de ar-acetileno, que é adequada para a atomização do alumínio. A chama é gerada pela mistura de ar e acetileno, proporcionando a temperatura necessária para dissociar as moléculas da amostra e atomizar o alumínio presente. Na chama, a amostra aspirada é atomizada, ou seja, os átomos de alumínio são liberados de suas ligações moleculares e se tornam átomos livres. Este processo é crucial, pois a absorção de luz pelo alumínio só pode ser medida quando ele está na forma atômica.

Um feixe de luz, emitido por uma lâmpada de cátodo oco específica para alumínio, é direcionado através da chama. O comprimento de onda de absorção característico do alumínio é de 309,3 nm. A luz passa pela chama, onde os átomos de alumínio atomizados podem absorver a radiação. Um detector mede a intensidade da luz que passa pela chama, sendo que a quantidade de luz absorvida pelos átomos de alumínio é proporcional à concentração de alumínio na amostra. O sistema registra a diminuição da intensidade da luz, que é convertida em um sinal elétrico.

Para quantificar a concentração de alumínio, é necessário realizar uma calibração utilizando padrões de alumínio em concentrações conhecidas. A comparação entre a absorção medida da amostra e os padrões de calibração permite determinar a concentração de alumínio na amostra. Após a calibração e a medição, os dados são analisados. Os resultados são expressos em mg/L e devem ser interpretados considerando as condições da amostra e as possíveis interferências.

APÊNDICE G: Metodologia para leitura do Potencial Zeta

Realiza-se a leitura do Potencial Zeta no equipamento da marca Stabino®, e por isso a metodologia aplicada seguiu o manual do próprio equipamento.

A priori realiza-se a calibração do sistema, etapa que é fundamental para garantir a confiabilidade dos resultados. Para a calibração do Potencial Zeta utiliza-se uma dispersão padrão de + 50 mV, fornecida pelo fabricante. Enquanto, para o pH, utilizam-se soluções de calibração com pH 4, 7 e 10. Verifica-se a existência de bolha nos tubos, visto que isso pode comprometer a eficácia da titulação. Caso haja, aciona-se a correção no próprio software do sistema.

O preparo da amostra consiste, inicialmente, em um processo de sedimentação por 2 h após a EC. Após, uma alíquota de 10 ml é coletada, na superfície da amostra, na região livre de lama e transferida para o copo medidor que foi reservado apenas para amostras oleosas. Realiza-se, então, a inserção do pistão de 0,4 nm no copo, e acoplam-se ambos no equipamento. Verifica-se o estado da amostra a partir da medição simples em todas as amostras coletadas.

No preparo para a titulação, as soluções titulantes são preparadas e acopladas ao equipamento. Estas são: um ácido forte (HCl 0,1 M) e uma base forte (NaOH 0,025 M). No *software* do equipamento, criam-se métodos operacionais que serão selecionados no momento da titulação. Neste, determinou-se a faixa de pH de 4 a 9, visto que o comportamento da emulsão no processo de EC também é de aumentar o pH com o tempo. A faixa de pH, as soluções titulantes e suas concentrações foram escolhidas e adaptadas a partir do trabalho de Da Silva *et al.* (2023).

Após a medição simples das amostras, realizasse a titulação de pH (apenas nas amostras iniciais e finais). Após a leitura, pode-se analisar e salvar os resultados obtidos. Finaliza-se então com a limpeza adequada do copo medidor, do sensor de pH e do pistão, afim de evitar quaisquer contaminações em futuras medições.

APÊNDICE H: Dados estatísticos para os experimentos preliminares

Os elementos estatísticos para %TOG, %DQO e %Turb em 30 min estão dispostos na Tabela H1. As superfícies de resposta referente aos dados dessa tabela estão dispostas na Figura H1, H2 e H3.

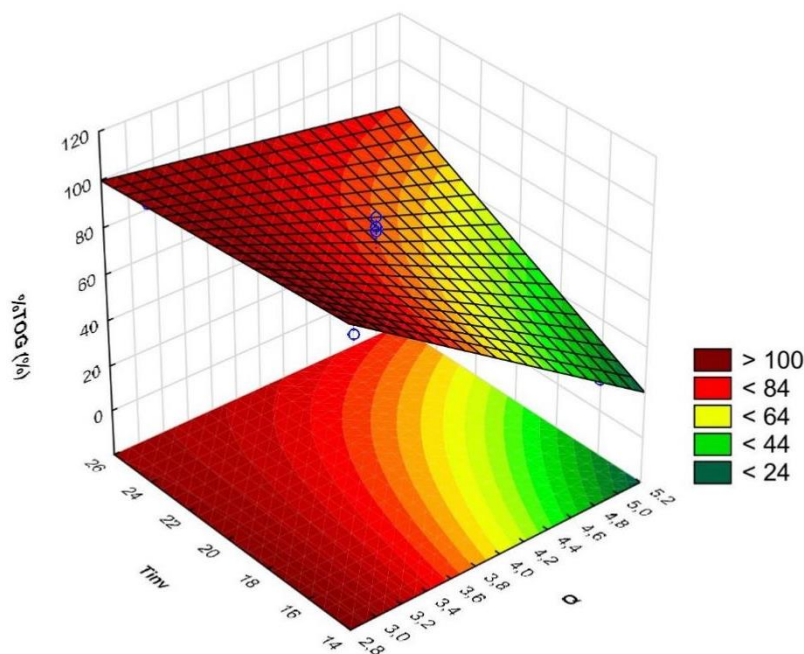
Tabela H1 – %TOG₃₀, %DQO₃₀ e %Turb₃₀ para cada condição operacional do planejamento preliminar.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	%TOG ₃₀	%DQO ₃₀	%Turb ₃₀
1	3,00	15,00	93,26	90,16	98,48
2	5,00	15,00	24,82	13,25	44,08
3	3,00	25,00	91,01	88,79	97,29
4	5,00	25,00	69,63	48,93	85,60
5	4,00	20,00	83,91	77,91	97,58
6	4,00	20,00	89,86	81,77	95,70
7	4,00	20,00	85,81	83,36	94,92

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], %TOG₃₀ é o percentual de remoção do teor de óleos e graxas em 30 min de EC, %DQO₃₀ é o percentual de remoção da demanda química de oxigênio em 30 min de EC, e %Turb₃₀ é o percentual de remoção de turbidez em 30 min de EC.

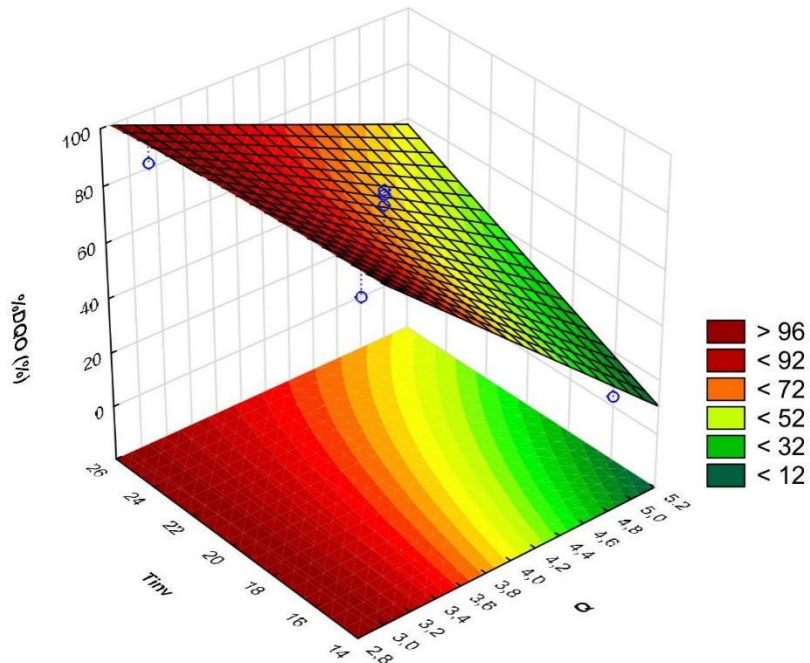
Fonte: Autora (2024).

Figura H1 – Superfícies de resposta para %TOG em 30min de EC.



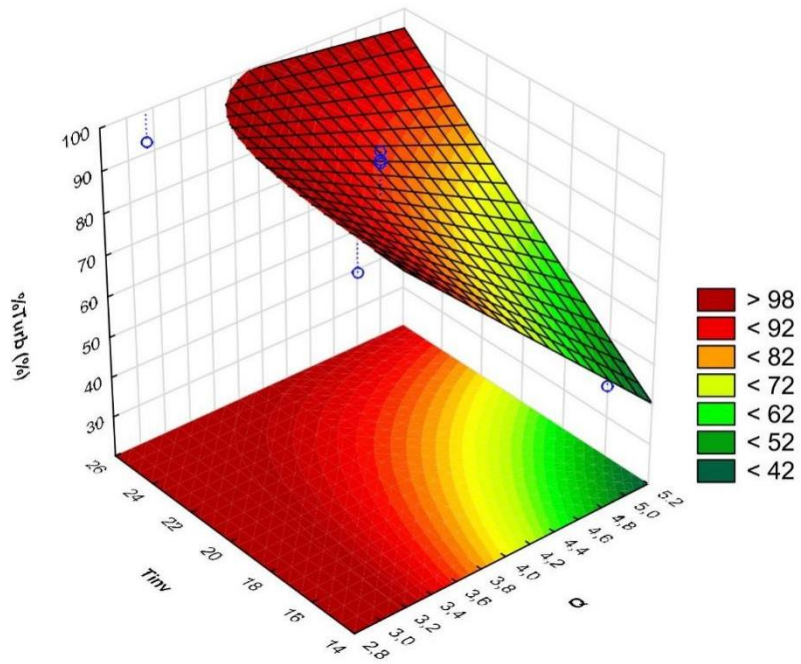
Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Figura H2 – Superfícies de resposta para %DQO em 30min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Figura H3 – Superfícies de resposta para %Turb em 30min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

APÊNDICE I: Dados estatísticos para %TOG

Os elementos estatísticos para %TOG em 30 min estão dispostos na Tabela I1.

Tabela I1 – Elementos estatísticos para %TOG em 30 min.

Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficiente	Desvio padrão dos coeficientes
Média	86,52	1,75	0,00*	86,52	1,75
Q (L)	-45,25	2,14	0,00*	-22,63	1,07
Q (Q)	-24,40	2,54	0,01*	-12,20	1,27
T_{inv} (L)	13,08	2,15	0,03*	6,54	1,07
T_{inv} (Q)	-6,60	2,56	0,12	-3,30	1,28
Q (L) e T_{inv} (L)	23,53	3,03	0,02*	11,77	1,52

Legenda: $R^2 = 0,97$; R^2 – ajustado = 0,94. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Os resultados quanto a remoção do teor de óleos e graxas, em 5, 10 e 20 min de EC, estão dispostos na Tabela I2. Por meio destes, realizou-se uma análise estatística dos dados. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e o p-valor de cada fator estudado em relação ao %TOG nos diferentes tempos estão expressos na Tabela I3.

Tabela I2 – %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	%TOG nos tempos de (min)		
			5	10	20
1	3	15	19,42	21,52	69,79
2	5	15	31,82	2,87	13,71
3	3	25	28,26	55,60	80,71
4	5	25	50,34	12,26	37,25
5	4	20	33,65	21,16	49,145
6	4	20	32,35	10,40	44,56
7	4	20	29,18	3,77	53,59
8	2,58	20	0,09	65,43	92,92
9	5,42	20	27,63	7,32	23,32
10	4	12,93	62,6601	23,09	29,32
11	4	27,07	51,2680	10,66	55,84

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], %TOG é o percentual de remoção do teor de óleos e graxas.

Fonte: Autora (2024).

Tabela I3 – Elementos estatísticos para %TOG.

t (min)	Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficiente	Desvio padrão dos coeficientes
5	Média	31,72	1,33	0,00*	31,72	1,33
	Q (L)	18,32	1,62	0,01*	9,16	0,81
	Q (Q)	-19,21	1,92	0,01*	-9,61	0,96
	T_{inv} (L)	2,81	1,62	0,23	1,41	0,81
	T_{inv} (Q)	23,73	1,94	0,01*	11,87	0,97
	Q (L) e T_{inv} (L)	4,84	2,30	0,17	2,42	1,15
10	Média	11,77	5,07	0,15	11,77	5,07
	Q (L)	-35,98	6,19	0,03*	-17,99	3,10
	Q (Q)	22,70	7,34	0,09	11,35	3,67
	T_{inv} (L)	6,48	6,21	0,41	3,24	3,10
	T_{inv} (Q)	3,37	7,39	0,69	1,68	3,70
	Q (L) e T_{inv} (L)	-12,34	8,78	0,29	-6,17	4,39
20	Média	49,10	2,60	0,00*	49,10	2,61
	Q (L)	-49,39	3,19	0,00*	-24,69	1,59
	Q (Q)	8,98	3,78	0,14	4,49	1,89
	T_{inv} (L)	17,99	3,19	0,03*	9,00	1,60
	T_{inv} (Q)	-6,50	3,80	0,23	-3,25	1,90
	Q (L) e T_{inv} (L)	6,30	4,51	0,30	3,15	2,26

Legenda: Em 5 min: $R^2 = 0,91$; R^2 – ajustado = 0,81. Em 10 min: $R^2 = 0,84$; R^2 – ajustado = 0,68. Em 20 min: $R^2 = 0,99$; R^2 – ajustado = 0,99. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Na análise do tempo de 5 min, nota-se que o tempo de inversão linear e a interação dos dois fatores não foram significativas, obtendo p-valor > 0,05, portanto não são representados no modelo matemático do %TOG para o tempo de 5 min (% TOG_5) presente na Equação I1. Em contra partida, os demais fatores foram significativos, sendo a Q (L) e o T_{inv} (Q) diretamente proporcional a variável resposta, enquanto a Q (Q) é inversamente proporcional. Apesar deste modelo possuir um R^2 (0,91) regular, a qualidade deste pode ser contestada visto que possui R^2 – ajustado de 0,81, menor do que o valor desejável (acima de 0,90).

$$\%TOG_5 = 31,7177 + 9,1603 * Q - 9,6057 * Q^2 + 11,8671 * T_{inv}^2 \quad (I1)$$

Em relação ao percentual de remoção do teor de óleos e graxas no tempo de 10 min (% TOG_{10}), apenas a Q (L) foi significativa, com um efeito inversamente proporcional, evidenciada na Equação I2. Este modelo não indica confiabilidade, visto que tanto o R^2 (0,84) como o R^2 – ajustado (0,68) estão abaixo do desejável.

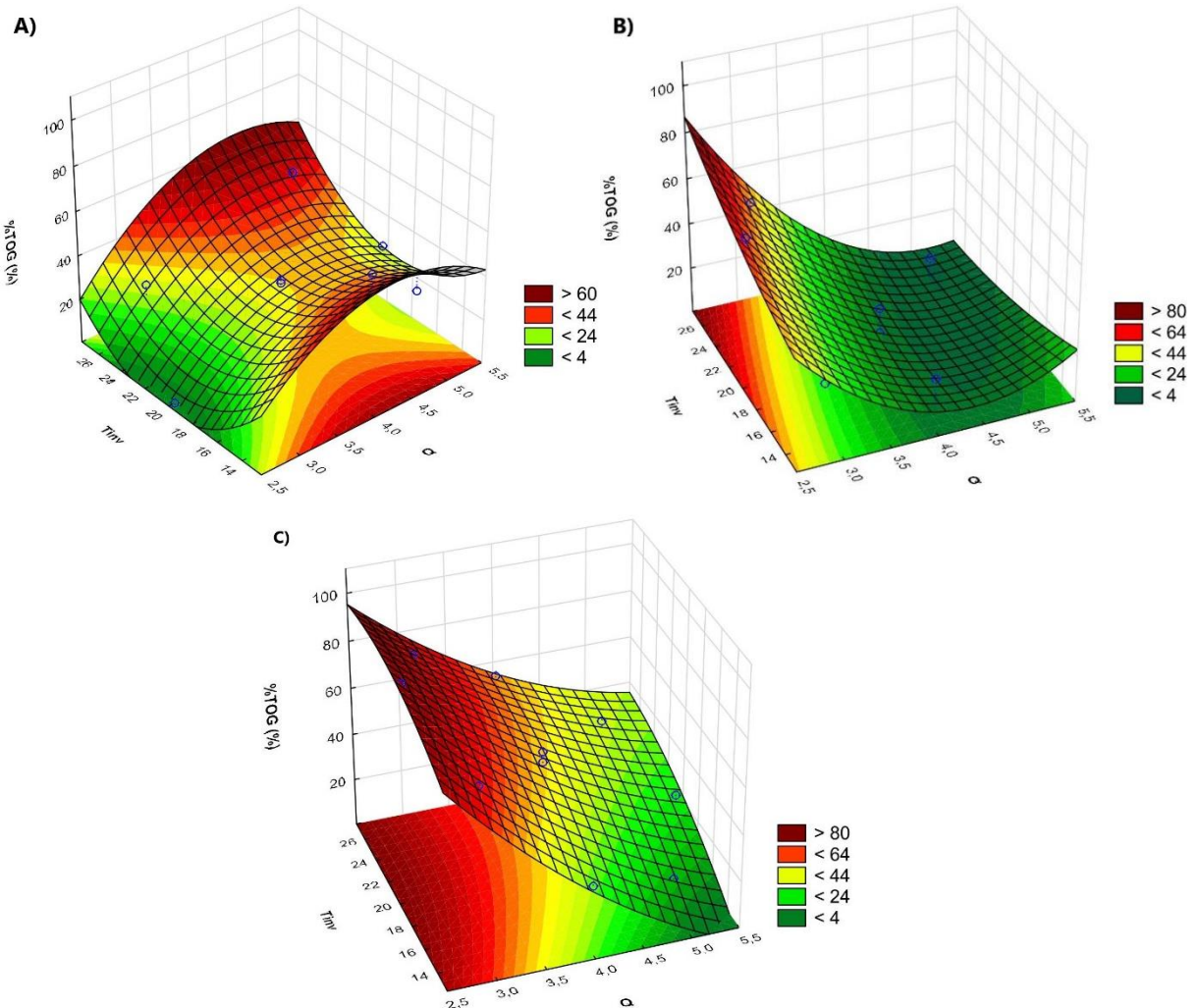
$$\%TOG_{10} = -17,99 * Q \quad (12)$$

Na análise do tempo de 20 min, nota-se que a Q (L) interage inversamente proporcional a %TOG, enquanto o T_{inv} (L) é diretamente proporcional. Estas foram os únicos fatores significativos para o modelo matemático do %TOG para o tempo de 20 min ($\%TOG_{20}$) presente na Equação I3. Com R^2 (0,99) e R^2 – ajustado (0,99) acima de 0,90, a qualidade deste modelo pode ser atestada.

$$\%TOG_{20} = 49,10 - 24,69 * Q + 9,00 * T_{inv} \quad (13)$$

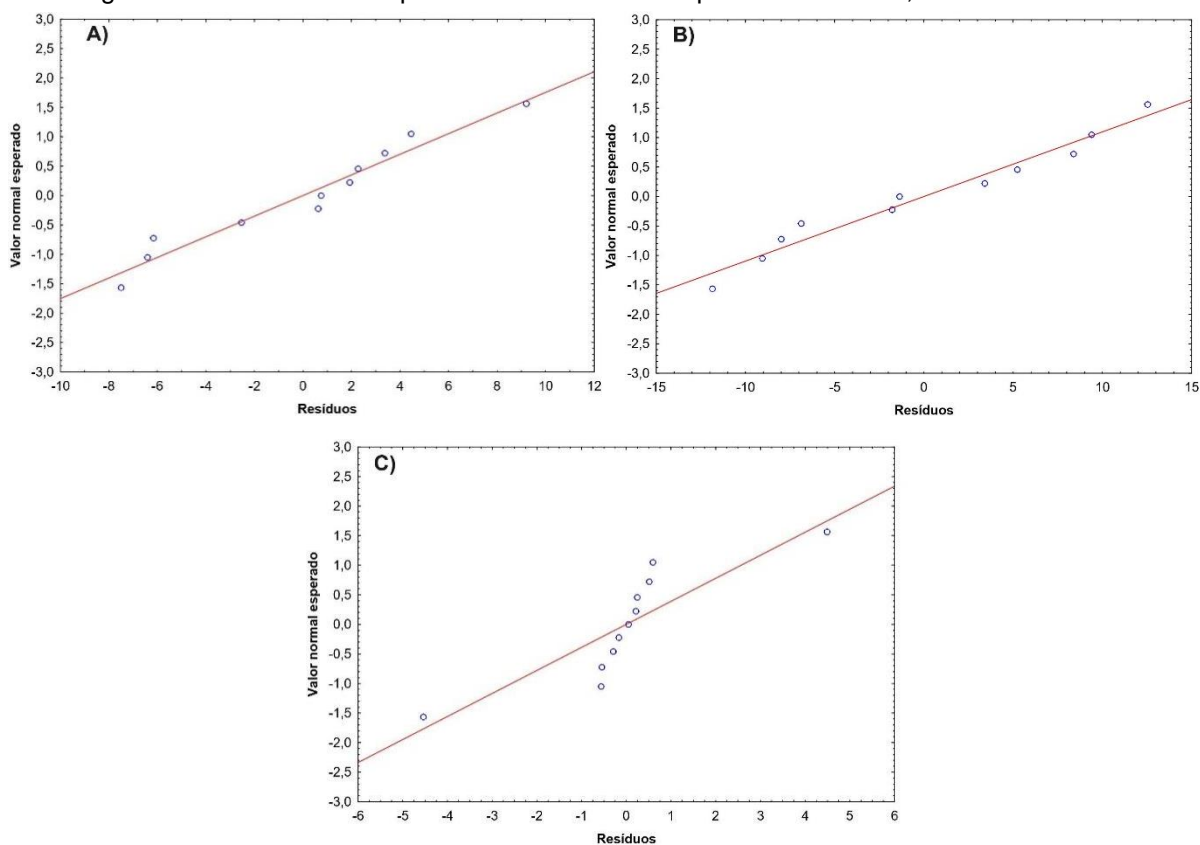
As equações I1-I3 são válidas para os intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa. A superfícies de resposta da remoção do teor de óleos e graxas nos diferentes tempos estão dispostas na Figura I1. Em 5 min, pontos ótimos são encontrados na região central de Q e nos extremos de T_{inv} . Aos 10 min a região ótima encontra-se na menor vazão e maior tempo de inversão de polaridade. Em 20 min a região se mantém na menor Q , porém se estende por toda faixa de T_{inv} estudada.

Figura I1 – Superfícies de resposta para %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.
Fonte: A autora (2024).

Os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos, em relação a %TOG para todos os tempos avaliados, estão evidenciados na Figura I2. Compreende-se que, para os tempos de 5 e 10 min, o percentual de remoção do teor de óleos e graxas segue uma distribuição normal já que os pontos estão aleatoriamente próximos a linha de referência. Já no tempo de 20 min, não se pode aferir distribuição normal visto que os pontos não estão dispostos aleatoriamente.

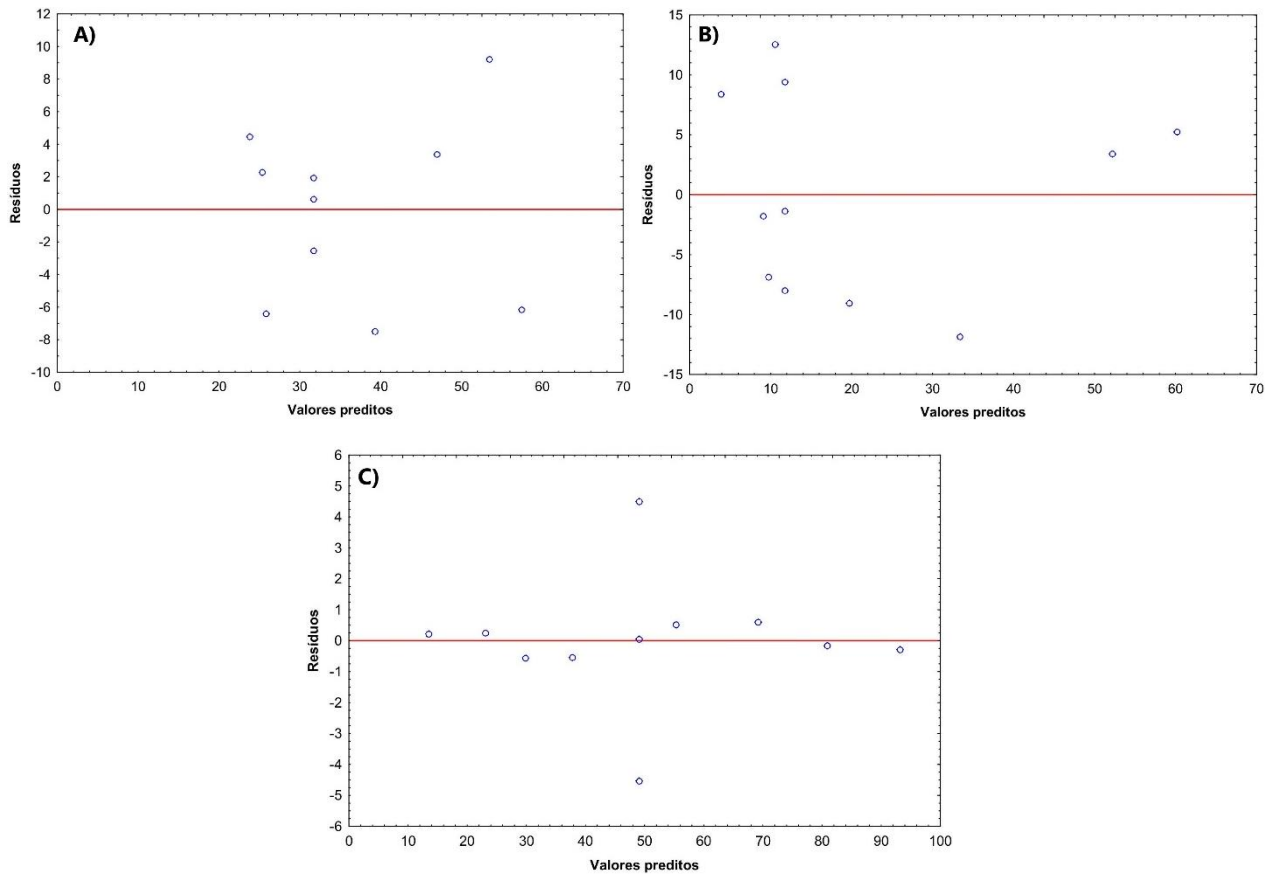
Figura I2 – Valor normal esperado *versus* Resíduos para %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.

Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Fonte: A autora (2024).

Na Figura I3 pode-se avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos, notando-se regiões mais densas de pontos. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, sem padrão, indicando certa independência dos erros.

Figura I3 – Resíduos versus Valores preditos para %TOG em 5, 10 e 20 min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.
Fonte: A autora (2024).

APÊNDICE J: Dados estatísticos para %DQO

Os elementos estatísticos para %DQO em 30 min estão dispostos na Tabela J1.

Tabela J1 – Elementos estatísticos para %DQO em 30 min.

Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficiente	Desvio padrão dos coeficientes
Média	81,02	1,62	0,00*	81,02	1,62
Q (L)	-51,75	1,98	0,00*	-25,88	0,99
Q (Q)	-16,11	2,34	0,02*	-8,05	1,17
T_{inv} (L)	24,74	1,98	0,01*	12,37	0,99
T_{inv} (Q)	-25,23	2,36	0,01*	-12,62	1,18
Q (L) e T_{inv} (L)	18,52	2,80	0,02*	9,26	1,40

Legenda: $R^2 = 0,97$; R^2 – ajustado = 0,95. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Os resultados quanto a remoção da demanda química de oxigênio nos tempos de 5, 10 e 20 min estão dispostos na Tabela J2.

Tabela J2 – %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	%DQO nos tempos de (min)		
			5	10	20
1	3	15	16,06	20,73	57,32
2	5	15	19,60	16,09	18,85
3	3	25	25,97	33,51	74,91
4	5	25	26,84	10,38	26,10
5	4	20	10,85	4,04	17,35
6	4	20	15,61	4,28	21,36
7	4	20	12,23	2,10	34,85
8	2,58	20	10,04	62,20	85,10
9	5,42	20	7,45	7,73	22,04
10	4	12,93	26,65	20,62	29,06
11	4	27,07	34,82	7,70	42,60

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], %DQO é o percentual de remoção da demanda química de oxigênio.

Fonte: A autora (2024).

Por meio destes, realizou-se uma análise estatística dos dados. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e o p-valor de cada fator estudado em relação ao %DQO nos diferentes tempos estão expressos na Tabela J3.

Ao analisar os elementos estatísticos nota-se que apenas o T_{inv} (Q) evidenciou-se significativo para o modelo estatístico (Equação J1) do percentual de remoção da demanda química de oxigênio em 5 min ($\%DQO_5$), tendo um efeito diretamente proporcional. A qualidade desse modelo é atestada, visto que possui R^2 (0,95) e R^2 – ajustado (0,91) acima do desejado.

$$\%DQO_5 = 12,90 + 9,51 * T_{inv}^2 \quad (J1)$$

Tabela J3 – Elementos estatísticos para %DQO.

t (min)	Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficiente	Desvio padrão dos coeficientes
5	Média	12,90	1,42	0,01*	12,90	1,42
	Q (L)	0,18	1,73	0,93	0,09	0,87
	Q (Q)	-2,96	2,05	0,29	-1,48	1,03
	T_{inv} (L)	7,18	1,73	0,05	3,59	0,87
	T_{inv} (Q)	19,02	2,07	0,01*	9,51	1,03
	Q (L) e T_{inv} (L)	-1,33	2,45	0,64	-0,67	1,23
10	Média	3,46	0,69	0,04*	3,46	0,69
	Q (L)	-26,17	0,85	0,00*	-13,09	0,42
	Q (Q)	29,14	1,00	0,00*	14,57	0,50
	T_{inv} (L)	-2,80	0,85	0,08	-1,40	0,42
	T_{inv} (Q)	8,56	1,01	0,01*	4,28	0,50
	Q (L) e T_{inv} (L)	-9,25	1,20	0,02*	-4,62	0,60
20	Média	24,52	5,29	0,04*	24,52	5,29
	Q (L)	-44,03	6,47	0,02*	-22,01	3,23
	Q (Q)	28,67	7,67	0,06	14,34	3,83
	T_{inv} (L)	11,00	6,48	0,23	5,50	3,24
	T_{inv} (Q)	11,17	7,72	0,29	5,58	3,86
	Q (L) e T_{inv} (L)	-5,17	9,17	0,63	-2,59	4,58

Legenda: Em 5 min: $R^2 = 0,95$; R^2 – ajustado = 0,91. Em 10 min: $R^2 = 0,86$; R^2 – ajustado = 0,73. Em 20 min: $R^2 = 0,97$; R^2 – ajustado = 0,94. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Em relação ao percentual de remoção da demanda química de oxigênio no tempo de 10 min ($\%DQO_{10}$), apenas o T_{inv} (L) não foi significativo. A Q (L) e a interação dos dois fatores atuaram inversamente proporcional a variável resposta, enquanto as demais atuaram diretamente proporcional (Equação J2). Este modelo não indica

confiabilidade, visto que tanto o R^2 (0,86) como o R^2 – ajustado (0,73) estão abaixo do desejável.

$$\%DQO_{10} = 3,46 - 13,09 * Q + 14,57 * Q^2 + 4,28 * T_{inv}^2 - 4,63 * Q * T_{inv} \quad (J2)$$

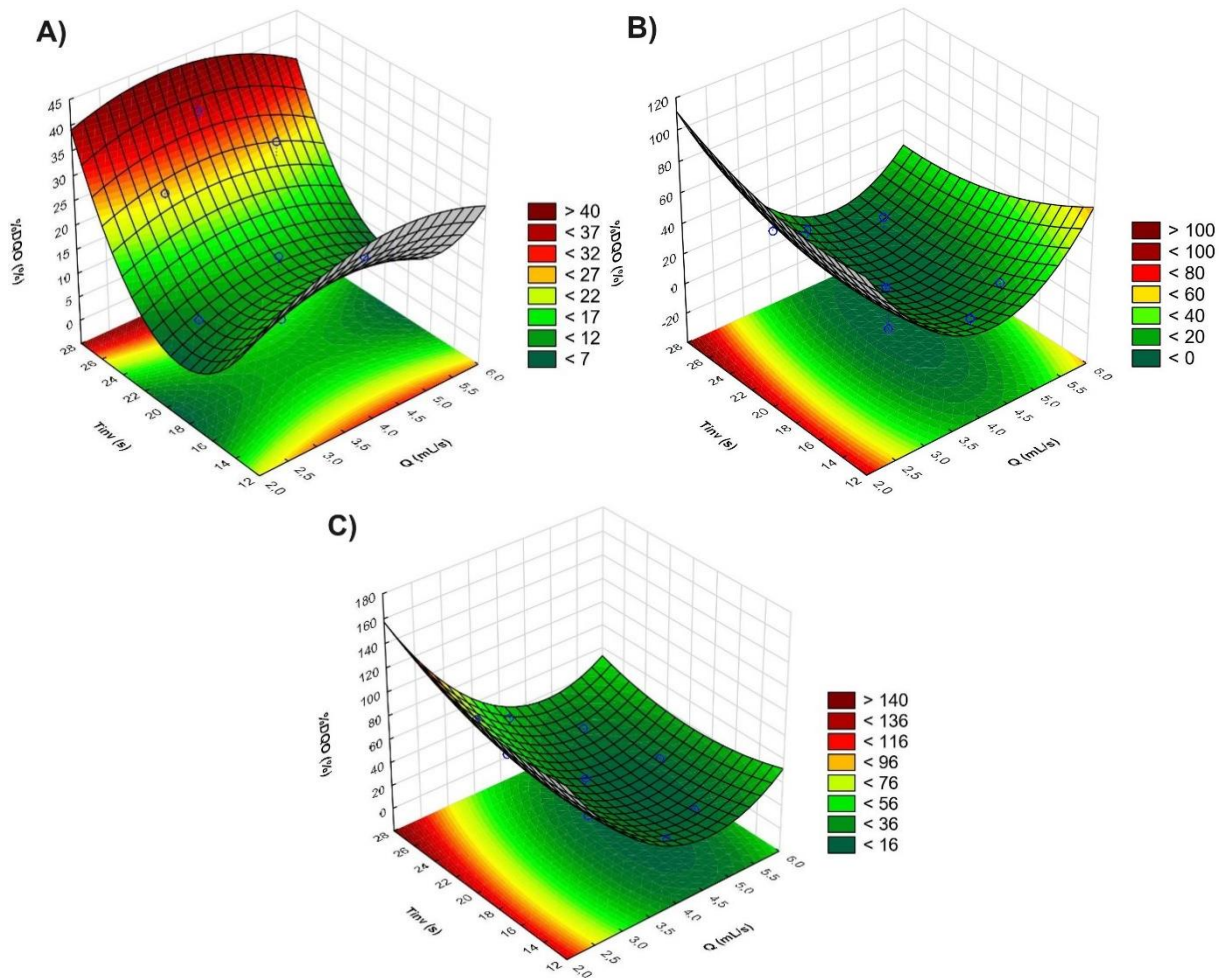
Na análise do tempo de 20 min, nota-se que apenas a Q (L) é significativa, e interage inversamente proporcional a %DQO (Equação J3). Com R^2 (0,97) e R^2 - ajustado (0,96) acima de 0,90, a qualidade deste modelo pode ser atestada.

$$\%DQO_{20} = 24,52 - 22,01 * Q \quad (J3)$$

As equações J1-J3 são válidas para os intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa.

A superfícies de resposta da remoção da demanda química de oxigênio nos diferentes tempos estão dispostas na Figura J1. Em 5 min, pontos ótimos são encontrados ao longo de toda faixa de Q e nos extremos de T_{inv} . Aos 10 min a região ótima encontra-se na menor vazão e ao longo de toda faixa de tempo de inversão de polaridade. Em 20 min a região ótima se mantém com os padrões do tempo de 10 min.

Figura J1 - Superfícies de resposta para %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.

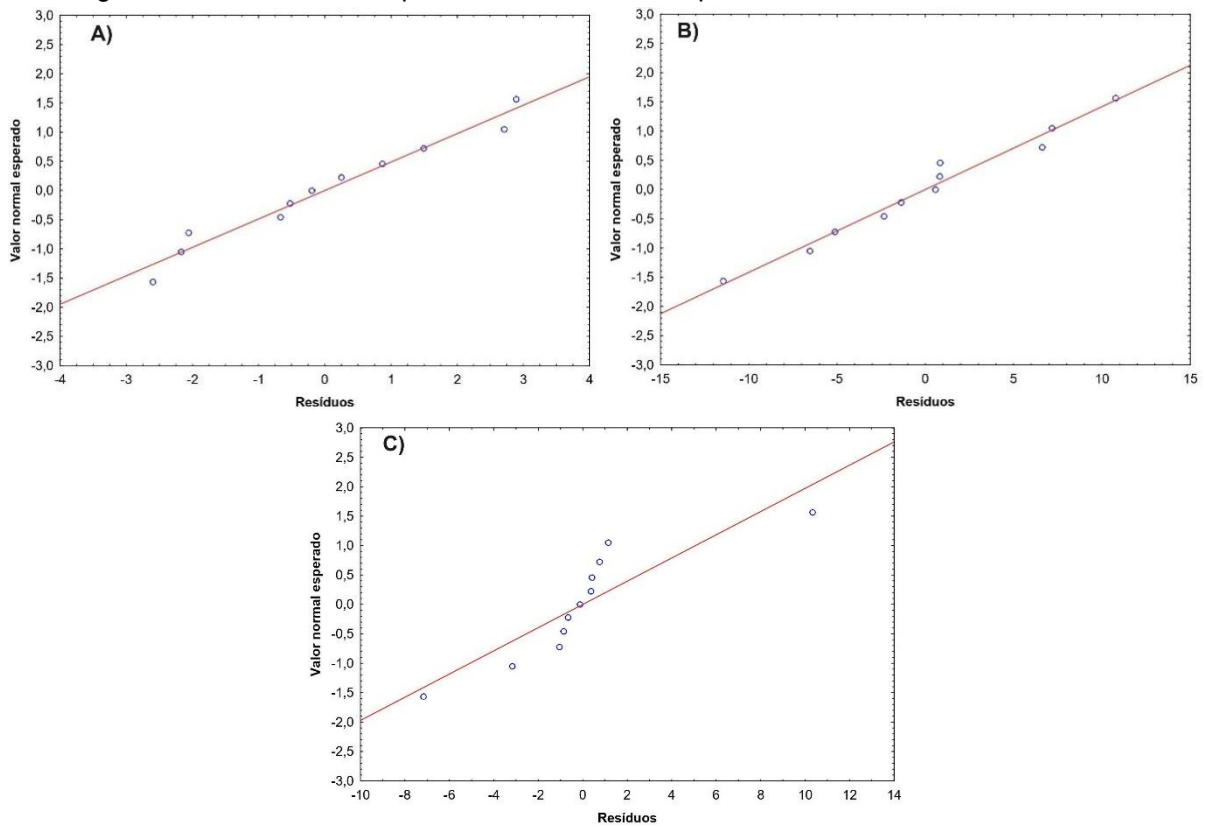


Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Fonte: A autora (2024).

Os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos, em relação a %DQO para todos os tempos avaliados, estão evidenciados na Figura J2. Compreende-se que, para os tempos de 5 e 10 min, o percentual de remoção da demanda química de oxigênio segue uma distribuição normal já que os pontos estão aleatoriamente próximos a linha de referência. Já no tempo de 20 min, não se pode aferir distribuição normal visto que os pontos não estão dispostos aleatoriamente.

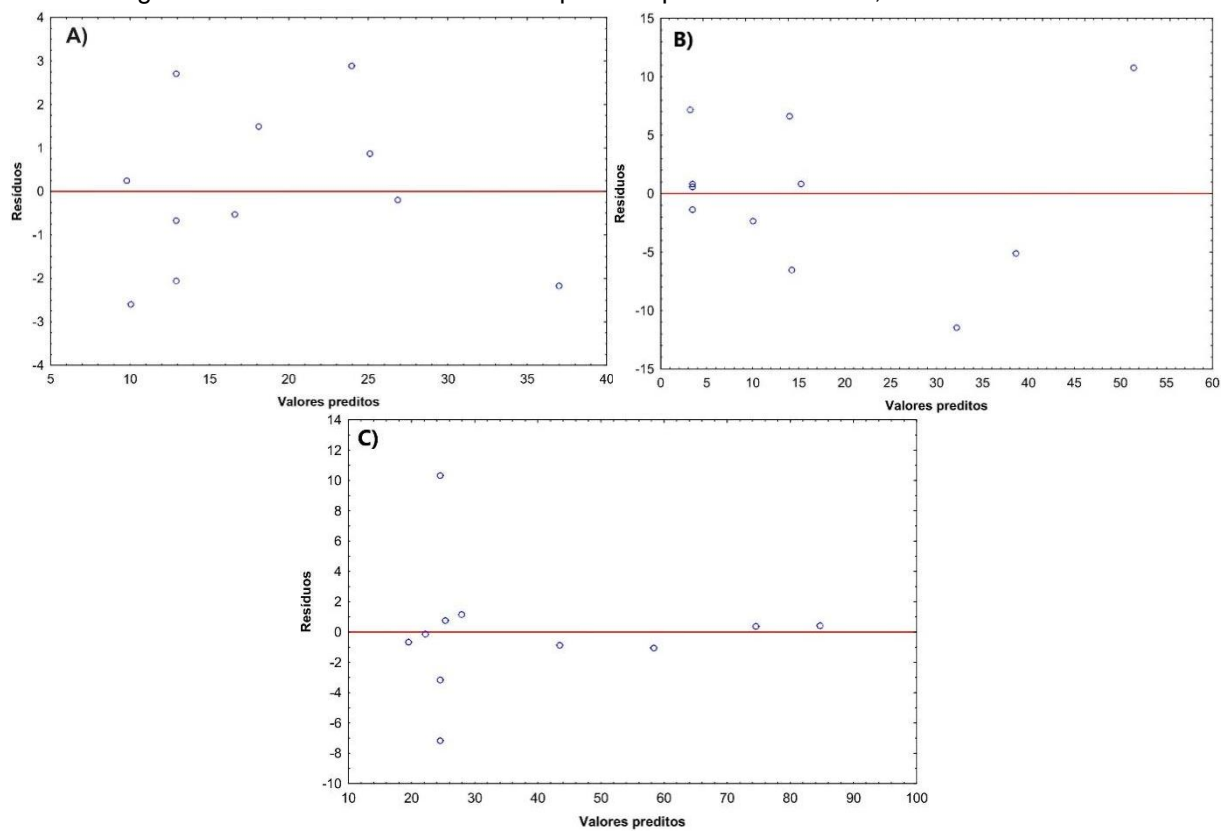
Figura J2 – Valor normal esperado versus Resíduos para %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.
Fonte: A autora (2024).

Na Figura J3 pode-se avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos, notando-se regiões mais densas de pontos. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, sem padrão, indicando certa independência dos erros.

Figura J3 – Resíduos versus Valores preditos para %DQO em 5, 10 e 20 min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Fonte: A autora (2024).

APÊNDICE K: Dados estatísticos para %Turb

Os elementos estatísticos para %Turb em 30 min estão dispostos na Tabela K1.

Tabela K1 – Elementos estatísticos para %Turb em 30 min.

Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficientes	Desvio padrão dos coeficientes
Média	96,07	0,79	0,00*	96,07	0,79
Q (L)	-34,96	0,97	0,00*	-17,48	0,48
Q (Q)	-24,42	1,15	0,00*	-12,21	0,57
Tinv (L)	12,17	0,97	0,01*	6,09	0,48
Tinv (Q)	-4,47	1,15	0,06	-2,23	0,58
Q (L) e Tinv (L)	21,36	1,37	0,00*	10,68	0,69

Legenda: $R^2 = 0,97$; R^2 – ajustado = 0,93. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Os resultados quanto a remoção de turbidez nos tempos de 5, 10 e 20 min estão dispostos na Tabela K2.

Tabela K2 – %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.

Experimento	Q (mL/s)	t_{inv} (s)	%Turb nos tempos de (min)		
			5	10	20
1	3	15	57,68	50,59	95,05
2	5	15	47,27	9,15	17,45
3	3	25	40,05	95,09	97,73
4	5	25	82,46	24,12	53,81
5	4	20	65,92	30,31	88,75
6	4	20	60,20	23,98	85,76
7	4	20	62,97	52,55	91,85
8	2,58	20	22,89	86,34	96,80
9	5,42	20	58,81	11,19	23,92
10	4	12,93	67,97	42,77	36,77
11	4	27,07	69,04	28,90	87,24

Legenda: Q é a vazão volumétrica [mL/s], t_{inv} é o tempo de inversão de polaridade [s], %Turb é o percentual de remoção da turbidez.

Fonte: A autora (2024).

Por meio destes, realizou-se uma análise estatística dos dados. Os efeitos, coeficientes, seus desvios padrão e o p-valor de cada fator estudado em relação ao %Turb nos diferentes tempos estão expressos na Tabela K3.

Ao analisar os elementos estatísticos nota-se que apenas o T_{inv} (L e Q) não foram significativos para o modelo estatístico (Equação K1) do percentual de remoção da demanda química de oxigênio em 5 min ($\%Turb_5$). Entre os fatores significativos, apenas a Q (Q) foi inversamente proporcional a variável resposta. A qualidade deste modelo é atestada, visto que possui R^2 (0,96) e R^2 – ajustado (0,92) acima do desejado.

$$\%Turb_5 = 63,04 + 10,33 * Q - 10,48 * Q^2 + 13,21 * Q * T_{inv} \quad (K1)$$

Tabela K3 – Elementos estatísticos para %Turb.

t (min)	Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coeficientes	Desvio padrão dos coeficientes
5	Média	63,04	1,65	0,00*	63,04	1,65
	Q (L)	20,67	2,02	0,01*	10,33	1,01
	Q (Q)	-20,97	2,40	0,01*	-10,48	1,20
	T _{inv} (L)	4,77	2,02	0,14	2,38	1,01
	T _{inv} (Q)	6,52	2,41	0,11	3,26	1,21
	Q (L) e T _{inv} (L)	26,41	2,86	0,01*	13,21	1,43
	Média	35,62	8,67	0,05	35,62	8,67
10	Q (L)	-54,55	10,59	0,04*	-27,28	5,30
	Q (Q)	14,27	12,55	0,37	7,13	6,28
	T _{inv} (L)	9,96	10,61	0,45	4,98	5,31
	T _{inv} (Q)	1,47	12,64	0,92	0,73	6,32
	Q (L) e T _{inv} (L)	-14,77	15,01	0,43	-7,38	7,50
	Média	88,80	1,76	0,00*	88,80	1,76
20	Q (L)	-56,02	2,15	0,00*	-28,01	1,07
	Q (Q)	-25,88	2,55	0,01*	-12,94	1,27
	T _{inv} (L)	27,61	2,15	0,01*	13,80	1,08
	T _{inv} (Q)	-24,44	2,56	0,01*	-12,22	1,28
	Q (L) e T _{inv} (L)	16,84	3,05	0,03*	8,42	1,52

Legenda: Em 5 min: $R^2 = 0,96$; R^2 – ajustado = 0,92. Em 10 min: $R^2 = 0,84$; R^2 – ajustado = 0,67. Em 20 min: $R^2 = 0,98$; R^2 – ajustado = 0,95. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Em relação ao percentual de remoção de turbidez no tempo de 10 min ($\%Turb_{10}$), apenas o Q (L) foi significativo (Equação K2), sendo inversamente proporcional a

variável resposta. Este modelo não indica confiabilidade, visto que tanto o R^2 (0,84) como o R^2 – ajustado (0,69) estão abaixo do desejável.

$$\%Turb_{10} = -27,28 * Q \quad (K2)$$

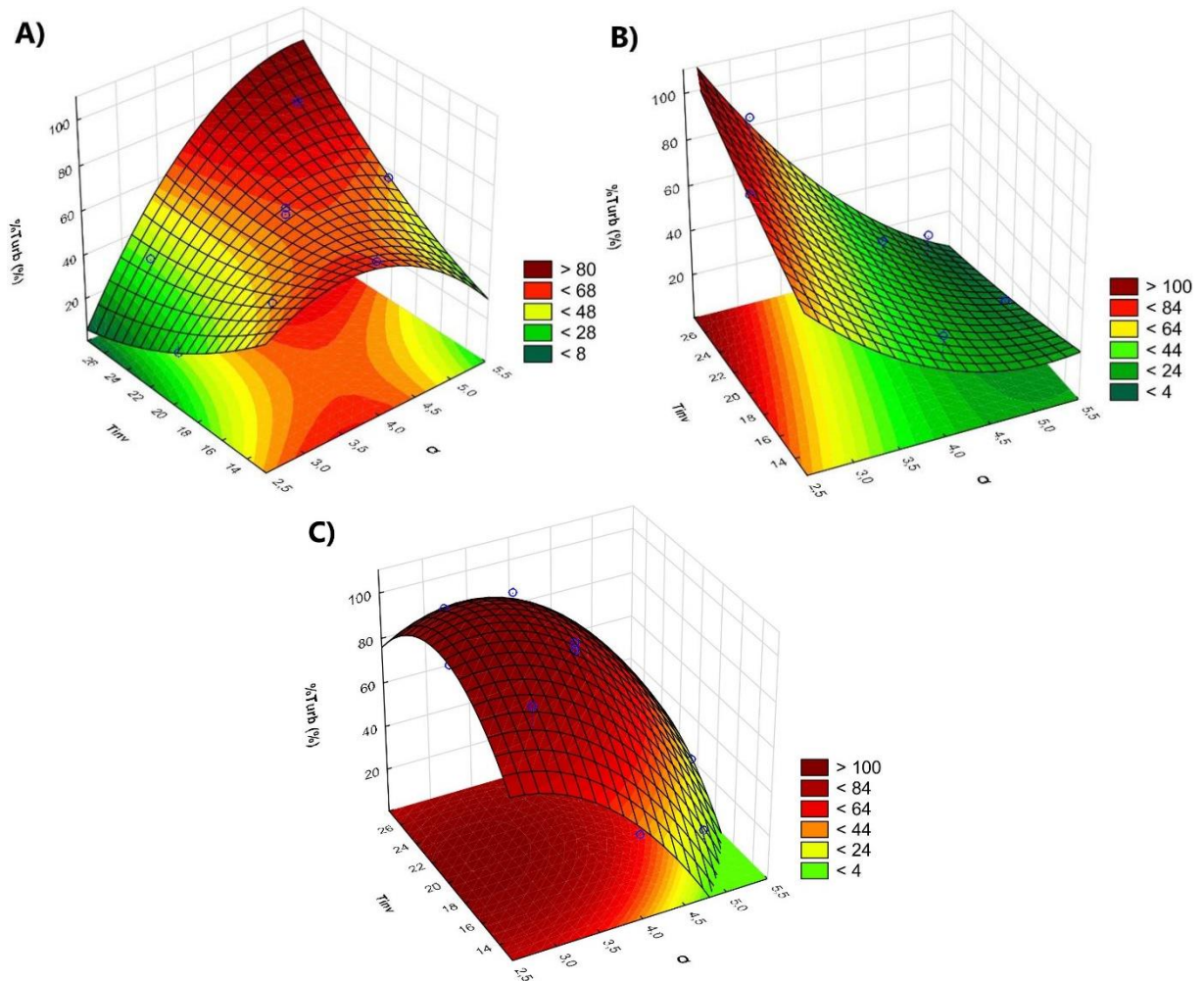
Na análise do tempo de 20 min, nota-se que todos os fatores foram significativos. A Q (L e Q) e o T_{inv} (Q) interagiram inversamente proporcional a %Turb (Equação K3), e os demais atuaram diretamente proporcional. Com R^2 (0,98) e R^2 – ajustado (0,95) acima de 0,90, a qualidade deste modelo pode ser atestada.

$$\begin{aligned} \%Turb_{20} = 88,80 - 28,01 * Q - 12,94 * Q^2 + 13,80 * T_{inv} - 12,22 \\ * T_{inv}^2 + 8,42 * Q * T_{inv} \end{aligned} \quad (K3)$$

As equações K1-K3 são válidas para os intervalos dos fatores estudados nessa pesquisa.

A superfícies de resposta da remoção de turbidez nos diferentes tempos estão dispostas na Figura K1. Em 5 min, pontos ótimos são encontrados nos extremos do T_{inv} e entre a região central e a extremidade superior da Q . Aos 10 min a região ótima encontra-se na menor vazão e no maior tempo de inversão de polaridade. Em 20 min a região ótima se expande na superfície, com destaque para a menor Q e para a região central do t_{inv} .

Figura K1 - Superfícies de resposta para %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.

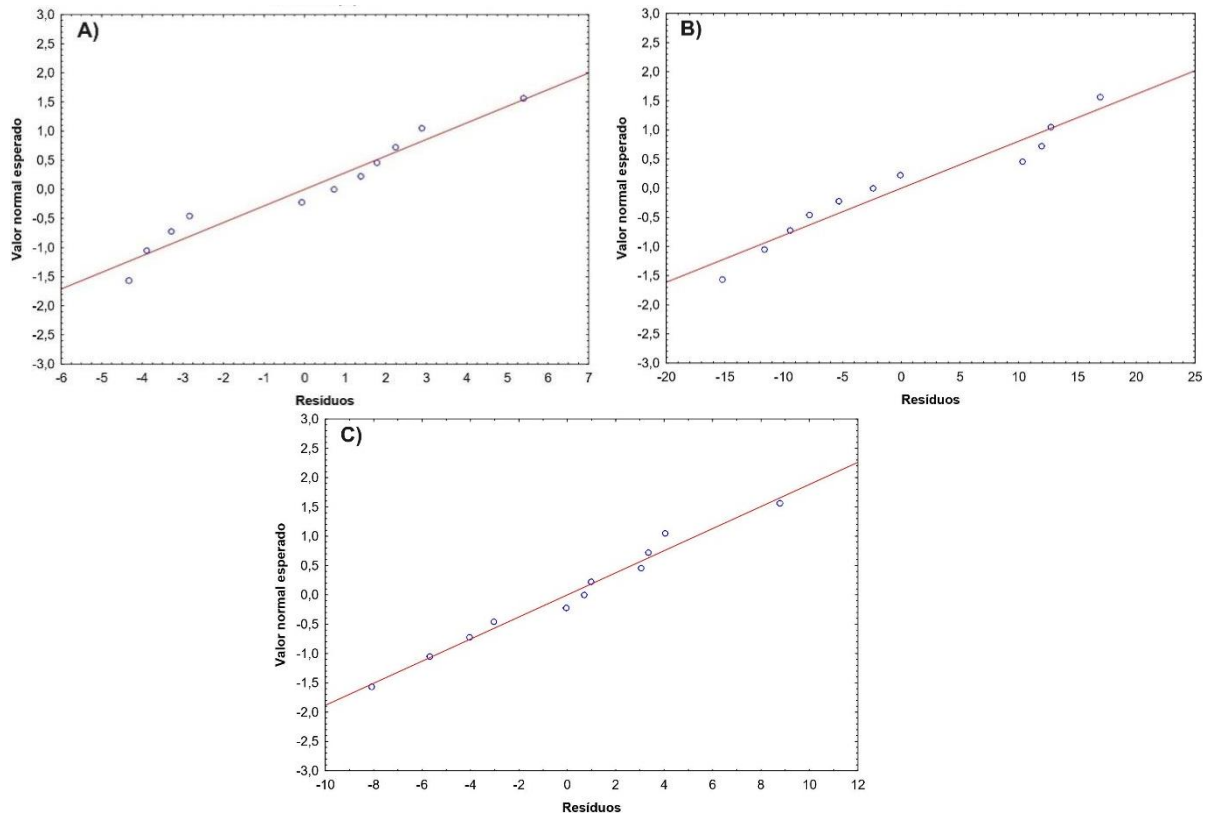


Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Fonte: A autora (2024).

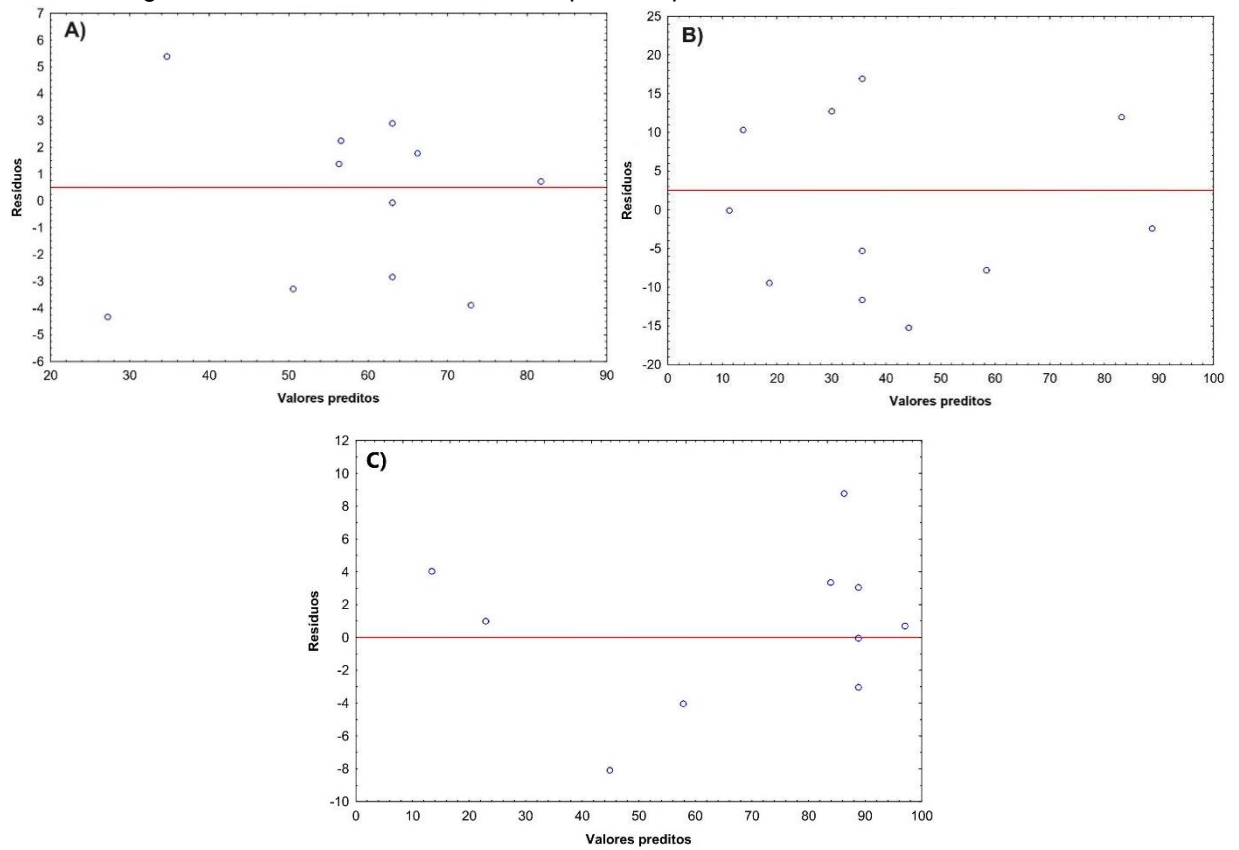
Os gráficos de Valor normal esperado *versus* Resíduos, em relação a %Turb para todos os tempos avaliados, estão evidenciados na Figura K2. Compreende-se que, para o tempo de 20 min, o percentual de remoção de turbidez segue uma distribuição normal já que os pontos estão aleatoriamente próximos a linha de referência. Já nos tempos de 5 e 10 min, não se pode aferir distribuição normal visto que os pontos não estão dispostos aleatoriamente.

Figura K2 – Valor normal esperado versus Resíduos para %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.



Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.
Fonte: A autora (2024).

Na Figura K3 pode-se avaliar a distribuição dos Resíduos em função dos valores preditos, notando-se regiões mais densas de pontos. Apesar disso, mesmo esses pontos distribuem-se aleatoriamente, sem padrão, indicando certa independência dos erros.

Figura K3 – Resíduos *versus* Valores preditos para %Turb em 5, 10 e 20 min de EC.

Legenda: A: 5 min; B: 10 min; C: 20 min.

Fonte: A autora (2024).

APÊNDICE L: Elementos estatísticos para Cen e %TOG/Cen

Os elementos estatísticos para Cen e %TOG/CEN em 30 min estão dispostos na Tabela L1 e L2.

Tabela L1 – Elementos estatísticos para o Cen.

Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficientes	Desvio padrão dos coeficientes
Média	2,12	0,04	0,00*	2,12	0,04
Q (L)	-1,18	0,04	0,00*	-0,59	0,02
Q (Q)	0,33	0,05	0,02*	0,17	0,03
Tinv (L)	0,05	0,04	0,34	0,03	0,02
Tinv (Q)	-0,01	0,05	0,92	-0,00	0,03
Q (L) e Tinv (L)	0,02	0,06	0,77	0,01	0,03

Legenda: $R^2 = 0,99$; R^2 – ajustado = 0,99. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

Tabela L2 – Elementos estatísticos para %TOG/Cen.

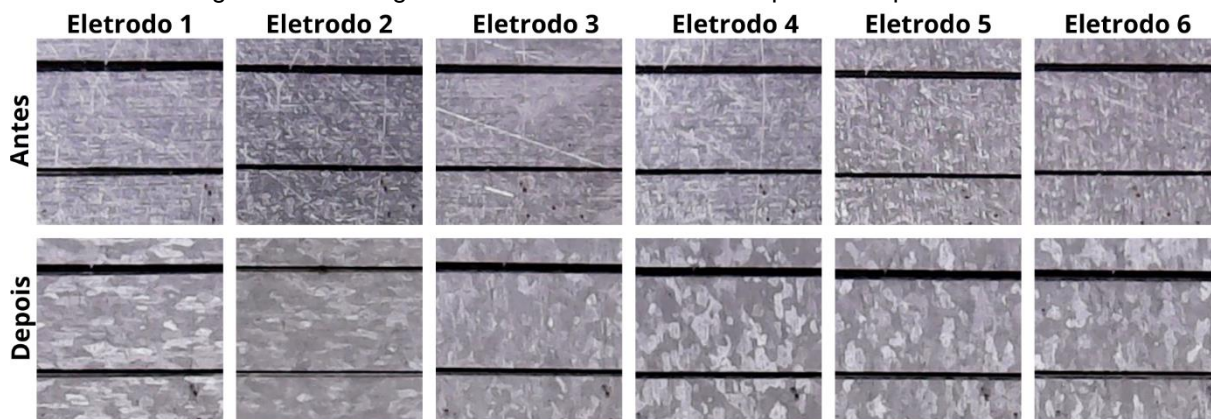
Fator	Efeito	Desvio padrão	p-valor	Coefficiente	Desvio padrão dos coeficientes
Média	40,76	1,34	0,00*	40,76	1,34
Q (L)	-5,85	1,64	0,07	-2,92	0,82
Q (Q)	-17,36	1,94	0,01*	-8,68	0,97
Tinv (L)	6,45	1,64	0,06	3,23	0,82
Tinv (Q)	-3,12	1,96	0,25	-1,56	0,98
Q (L) e Tinv (L)	12,86	2,32	0,03*	6,43	1,16

Legenda: $R^2 = 0,90$; R^2 – ajustado = 0,81. L = linear; Q = quadrático. *: p-valor < 0,05.

Fonte: Autora (2024).

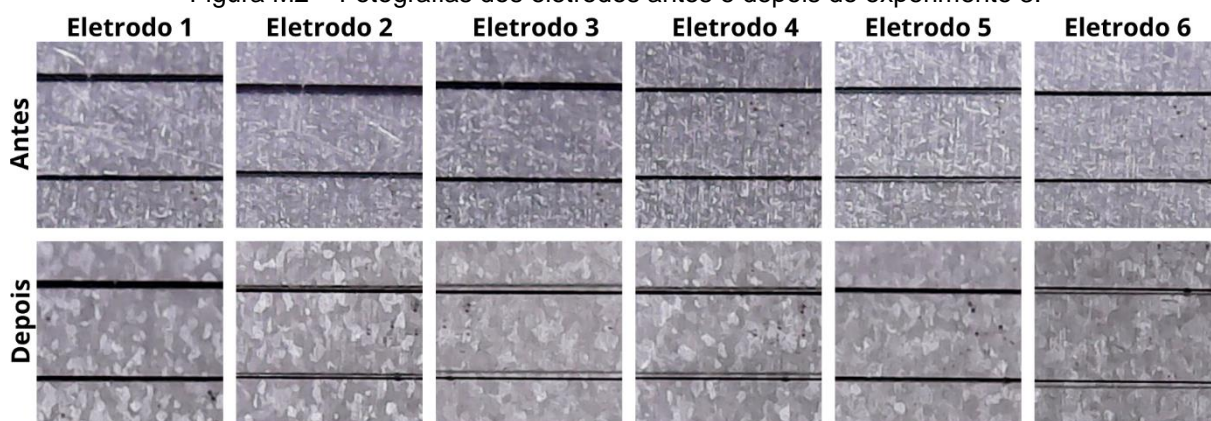
APÊNDICE M: Fotografias dos eletrodos antes e após a EC

Figura M1 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 2.



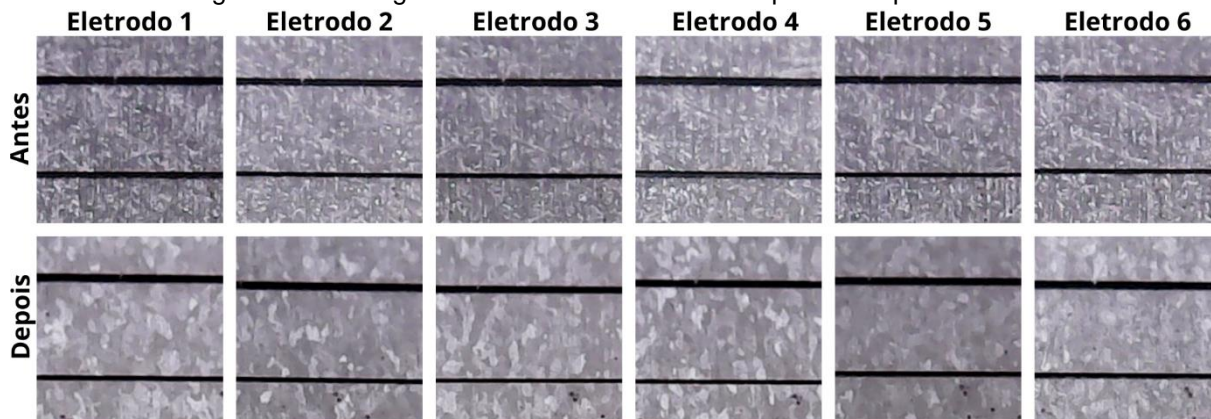
Fonte: A autora (2024).

Figura M2 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 3.



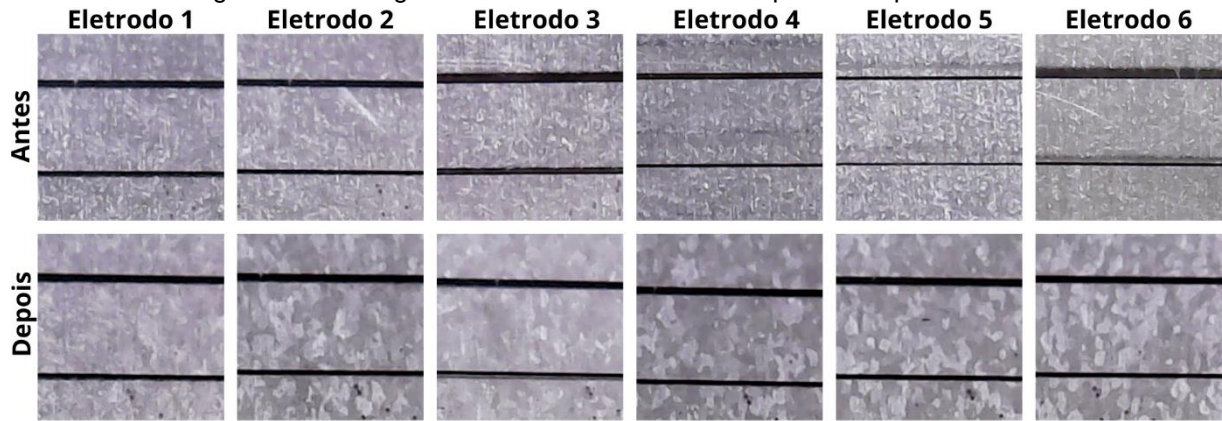
Fonte: A autora (2024).

Figura M3 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 4.



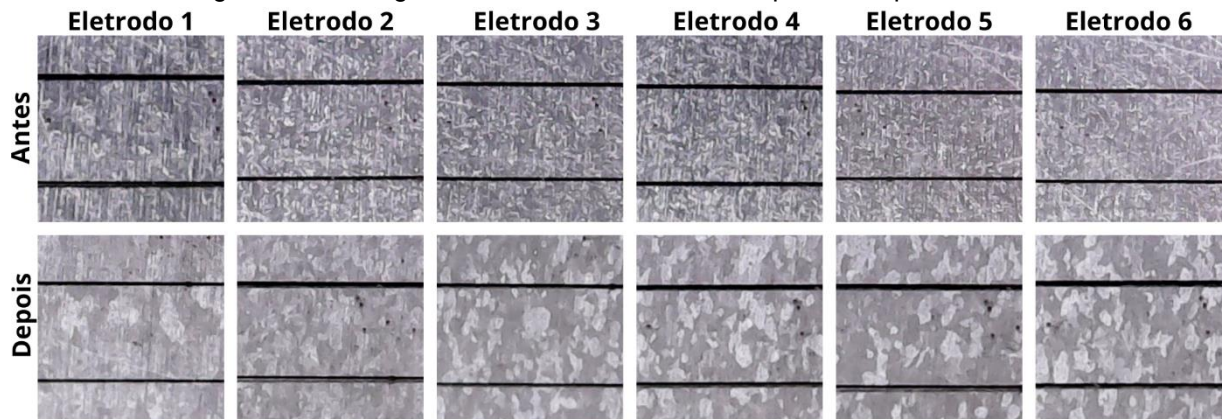
Fonte: A autora (2024).

Figura M4 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 5.



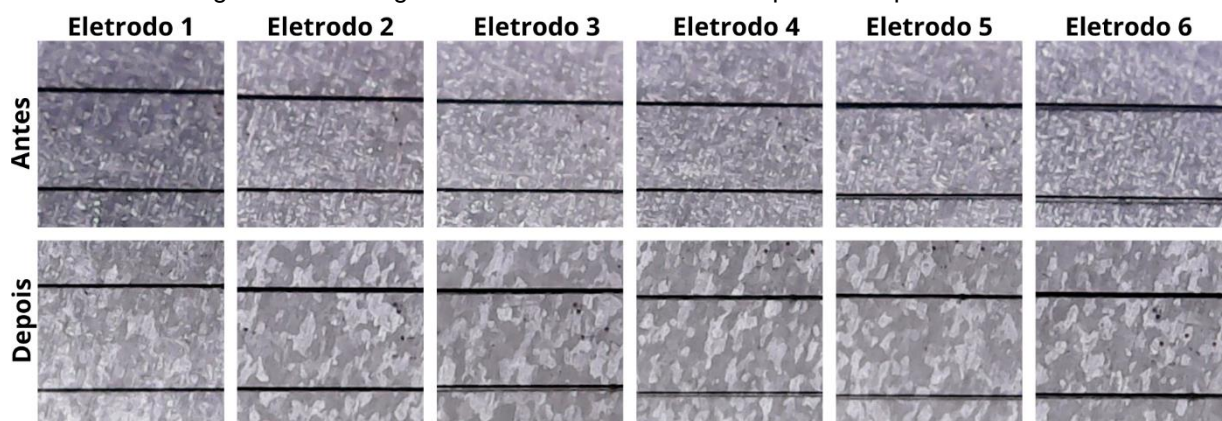
Fonte: A autora (2024).

Figura M5 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 6.



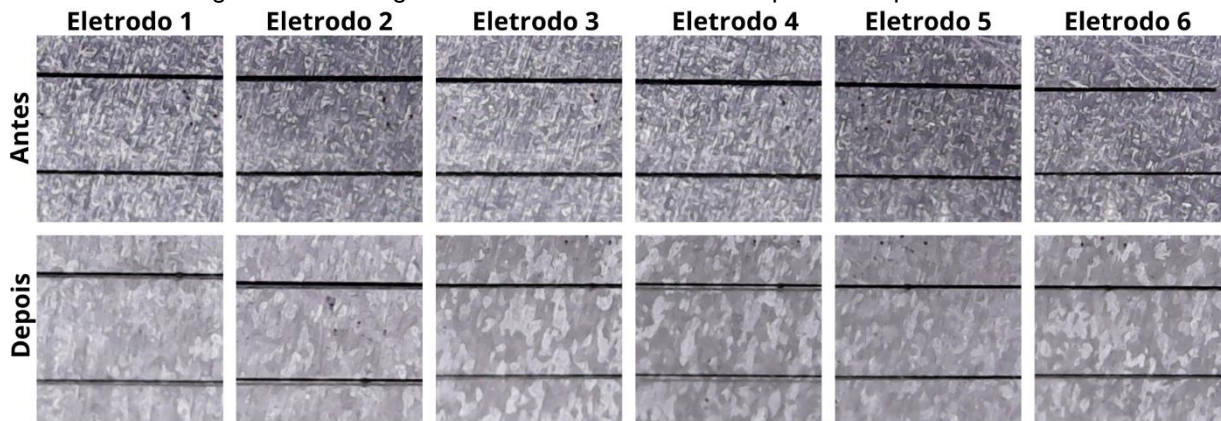
Fonte: A autora (2024).

Figura M6 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 7.



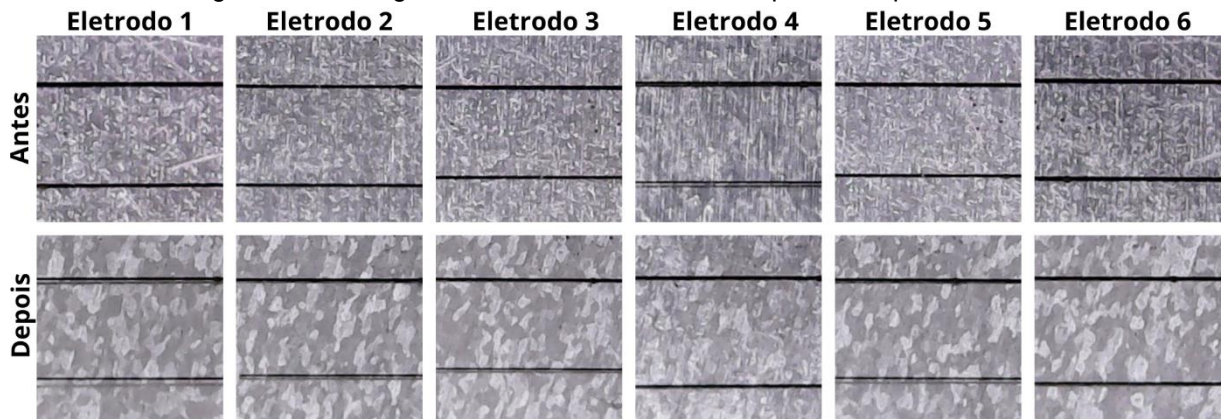
Fonte: A autora (2024).

Figura M7 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 8.



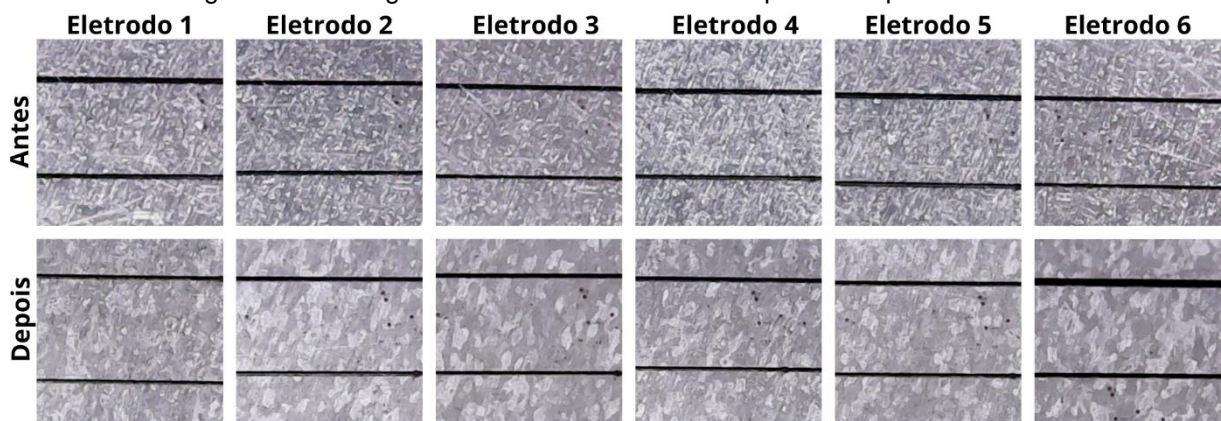
Fonte: A autora (2024).

Figura M8 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 9.



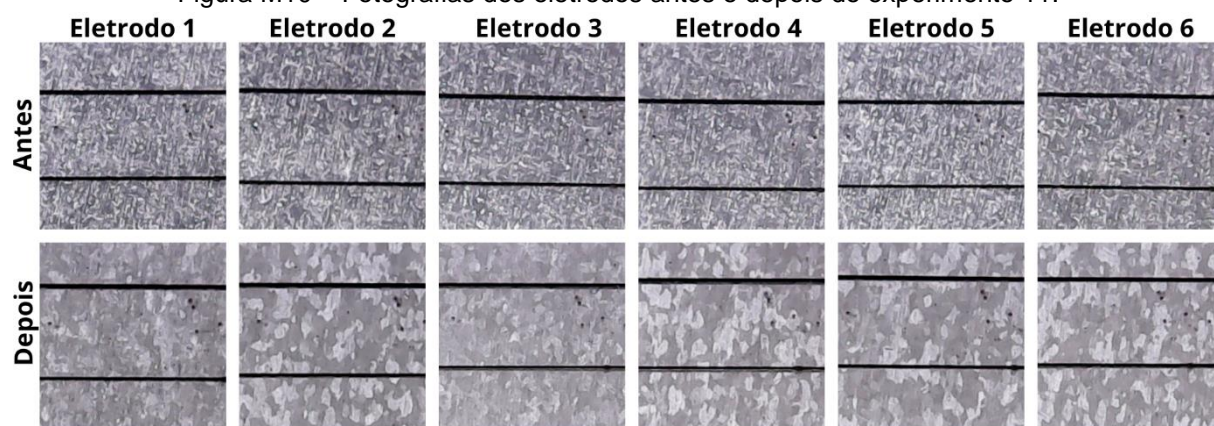
Fonte: A autora (2024).

Figura M9 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 10.



Fonte: A autora (2024).

Figura M10 – Fotografias dos eletrodos antes e depois do experimento 11.



Fonte: A autora (2024).