


Aproveitamento do Pó de Café (Pós-Filtração) em Aulas Práticas de Engenharia - uma Abordagem acerca da Sedimentação e Caracterização de Partículas

Use of Coffee Powder (Post-Filtration) in Practical Engineering Classes – An Approach about Sedimentation and Particle Characterization

Tarcísio M. F. S de Oliveira,^a Farley A. B. Caldeira,^a Eduardo C. Caldeira,^a Laise D. Ribeiro,^a Igor B. C. Amaral,^a Arlete B. dos Reis^{a,*} 

^aUniversidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Instituto de Ciência e Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Campus JK, CEP 39100-000, Diamantina-MG, Brasil.

*E-mail: arlete.reis@ict.ufvjm.edu.br

Recebido: 2 de Abril de 2020

Aceito: 8 de Fevereiro de 2021

Publicado online: 14 de Abril de 2021

Sedimentation is an unitary operation widely used in industrial chemical processes, being used in the removal of solid particles in suspension by separating the solid and liquid phases by difference in density and action of the gravitational field. This work aimed to analyze the physical-chemical parameters, such as pH and volume of flocculant agent in the sedimentation of coffee grounds, in a didactic module built in the laboratory, to apply equations related to sedimentation speed, in order to demonstrate the procedure that can be used in practical classes in the Engineering course. The sedimentation in the didactic module proved to be effective and compatible with the tests of sample of 24 mesh, in acid pH, addition of 2.0 mL of flocculant agent, in 30 minutes, obtaining a clarification of low turbidity, 15.43 NTU. In the evaluation of the module efficiency it was used the Stokes law, where, with SEM analysis it was proved the behavior of the particles in different pH, volume of flocculant agent in the phases of the clarified, intermediate and sludge, where the SEM images were treated with the aid of the software Fiji - ImageJ finding the average diameters of the particles, the experiments were suitable for application of the content of the sedimentation in practical classes of the Engineering course.

Keywords: Decantation; factorial planning; turbidity.

1. Introdução

A sedimentação de partículas suspensas de diferentes tamanhos e/ou em densidade, despertou nas últimas décadas um interesse crescente, dada a sua importância em muitas aplicações de engenharia e desafios de pesquisa acadêmica.¹

Conhecida também por decantação, esta operação unitária apresenta grande empregabilidade em diversos processos químicos industriais, seja para a remoção de partículas sólidas suspensas ou concentração das mesmas.

Considerada como uma das operações unitárias de baixo custo e operacionalmente simples,² a sedimentação ocorre através da separação das fases sólida e líquida, devido à ação do campo gravitacional. Durante esse processo de sedimentação as partículas presentes na amostra, podem ser caracterizadas a partir dos seguintes dados: densidade, viscosidade e velocidade terminal, possibilitando assim a obtenção de informações diversas do processo, tais como: tempo ótimo de remoção de contaminantes, separação de materiais com possibilidade de obtenção e geração de novos produtos de valor agregado, assim como o dimensionamento dos sedimentadores.

Os sedimentadores ou decantadores são equipamentos industriais utilizados no processo de sedimentação, podendo ser contínuo ou descontínuo (batelada).³ Na literatura, costuma-se classificar os sedimentadores em duas categorias: os clarificadores, que têm como produto de interesse a fase líquida e caracterizam-se pela produção de lamas com baixas concentrações, e os espessadores, que têm como produto de interesse a fase sólida, mais concentrada. Os sedimentadores são muito utilizados na indústria química, como por exemplo, em estações de tratamento de água e efluentes, nas indústrias de beneficiamento de minérios, alimentícia, dentre outros, seja para o descarte ou no aproveitamento de sólidos.⁴ Sendo assim, o reaproveitamento de resíduos industriais visando à possibilidade de obtenção de novos produtos e/ou adaptações de processos que minimizem o descarte vem sendo uma das grandes possibilidades na busca por alternativas sustentáveis. Essas alternativas, podem ter como embasamento a utilização da sedimentação para recuperar constituintes que apresentem algum valor econômico, assim como,

uma das formas mais atraentes de solução dos problemas de gerenciamento de resíduos, tanto do ponto de vista da proteção do meio ambiente quanto empresarial.⁵

No presente trabalho, optou-se pela utilização de materiais de fácil acesso, de modo a propiciar a junção de conceitos teóricos à prática sustentável, ampliando ainda o conhecimento acerca do tema “sedimentação de partículas”. No que tange à possibilidade de aplicação de conceitos teóricos sobre a operação unitária de sedimentação. Sendo assim, dentre os resíduos de fácil acesso, decidiu-se por trabalhar com a borra do café.

O grande consumo de café no Brasil, ocasiona um grande acúmulo de resíduos, principalmente pelo beneficiamento dos grãos pós-colheita, além disso, tem-se o grande consumo em residências, ambientes corporativos e no dia-a-dia das pessoas. Os resíduos de café são formados principalmente pela polpa, a casca e a mucilagem, além da água residual gerada.^{6,7}

A borra de café é gerada no processo de obtenção da bebida. Ela é um resíduo oriundo do processamento do café, rica em materiais orgânicos e inorgânicos. Na maioria das vezes, esse resíduo é descartado sem tratamento prévio, visto que, aplicações ou tratamentos mais apropriados não são conhecidos pela maioria, levando ao descarte direto desse resíduo no meio ambiente, constituindo um problema ambiental.^{7,8,9}

Logo, por se tratar de um resíduo comumente encontrado nos mais diversos ambientes familiares e de trabalho, foi então selecionado como matéria prima para ilustrar o processo de sedimentação e os conceitos teóricos acerca do comportamento das partículas. Outro fator que auxiliou na escolha desse material foi a possibilidade de caracterização de suas partículas no processo de sedimentação, dada a ação do campo gravitacional atuando sobre as partículas sólidas de maior densidade, elevando a deposição destes na base do sedimentador, o que propiciaria também o estudo da lei de Stokes.

Stokes apresentou a equação que descreve a sedimentação de uma esfera, em 1851, sendo essa o ponto de partida de todas as discussões do processo de sedimentação. A velocidade de sedimentação de uma esfera em um fluido é

diretamente proporcional ao quadrado do raio da partícula à força gravitacional e à diferença de densidade entre o sólido e o fluido e inversamente proporcional à viscosidade do fluido. Essa equação baseia-se em um equilíbrio de forças, válida apenas para movimentos lentos, em outros casos, expressões mais elaboradas devem ser utilizadas.¹⁰

Desta forma, o presente trabalho teve por objetivo, analisar os parâmetros físico-químicos, como pH e volume de agente flocculante na sedimentação da borra do café, em módulo didático construído em laboratório, aplicando equações relacionadas a velocidade de sedimentação, com intuito de demonstrar o procedimento que pode ser utilizado em aulas práticas do curso de Engenharia.

2. Materiais e Métodos

2.1. Materiais

Para os ensaios de sedimentação, foram utilizadas amostras de borra do café (comercial), pHmetro de bancada marca Lab1000, modelo mPA 210, turbidímetro marca PoliControl, modelo AP2000 e vidrarias em geral. Para construção do módulo didático de sedimentação: Cano circular transparente em acrílico, base com encaixe para o cano, registro tipo bola, presilha, canos siliconados, bico de torneira, escala métrica, plástico colante transparente e silicone.

2.1.1. Construção do módulo didático

O módulo didático de sedimentação foi projetado e construído no Laboratório de Engenharia, do departamento de Engenharia Química da Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri – UFVJM. Ele apresenta volume total de 1,21 L e é composto por um cilindro, seguido por um cone e uma válvula para coleta do lodo, todo material foi confeccionado em acrílico. Suas dimensões são: 38,5 cm de altura; 6,5 cm de diâmetro interno e 7,0 cm de diâmetro externo, enquanto a região cônica apresenta altura de 7,5 cm, conforme Figura 1.

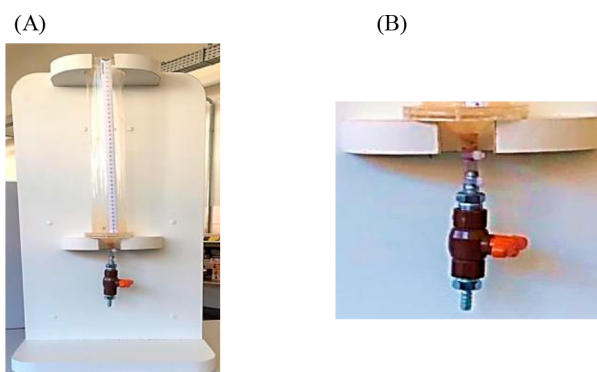


Figura 1. Módulo didático de sedimentação (A) Módulo didático, (B) Base cônica

2.2. Métodos

As amostras da borra do café foram secas em estufa por 24h, 105°C. Em seguida, foram submetidas ao peneiramento em jogo de peneiras Tyler sob agitação, durante 10 min. Após o peneiramento verificou-se que as peneiras de 24 mesh e 48 mesh retiveram maior quantidade da amostra, logo essas foram escolhidas para os ensaios de sedimentação em provetas de 250 mL, que possibilitou a continuidade dos experimentos embasados em planejamento fatorial do tipo DCCR 2² (Delineamento Composto Central Rotacional).

2.2.1. Tempo de sedimentação – Teste de proveta

No intuito de verificar a influência da concentração da suspensão na sedimentação foram realizados ensaios em proveta, em triplicata, com amostras de 2,5 g e 5,0 g de borra do café e, após os testes prévios em proveta, foi então realizado o planejamento fatorial com o ensaio de melhor concentração. Conforme Tabela 1, foram realizados 12 ensaios em provetas de 250 mL, alterando as quantidades do agente floculante e o pH em cada amostra. A cada 2 min anotava-se a altura da interface de sedimentação, até que toda amostra fosse de fato sedimentada.

Posteriormente, foram coletadas amostras do resíduo a fim de realizar ensaios para se determinar o pH, volume de floculante, altura da interface entre o sedimentado e o clarificado. Variou-se o pH, utilizando-se ácido sulfúrico 1,0 mol/L e hidróxido de sódio 1,0 mol/L. Como agente floculante, foi utilizando sulfato de alumínio ($Al_2(SO_4)_3$) comercial. Os testes foram realizados em tempos entre 15 min e 20 min. Após a realização dos primeiros ensaios, foi definida a concentração de 5,0 g de amostra da borra do café e, partir de então os testes foram projetados para o módulo didático construído, no qual foi definido o volume de 1000 mL de água para 100 g de amostra da borra do café, de modo a garantir um tempo de sedimentação igual a 30 min, com base em planejamento fatorial (Tabela 1).

2.2.2. Planejamento fatorial

O planejamento fatorial foi definido como uma avaliação mais precisa da influência de uma determinada variável sobre a sedimentação, utilizou-se o Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) e os resultados foram avaliados através da metodologia de superfície de resposta (MSR) e análise da turbidez do clarificado. As variáveis analisadas foram o pH da solução da borra do café e o volume do agente floculante ($Al_2(SO_4)_3$), no teste de sedimentação. Escolheu-se o método estático para o planejamento fatorial foi 2², incluindo 4 pontos axiais e 4 pontos centrais, para avaliação do erro puro, o que forneceu um total de 12, ensaios, conforme ilustra a Tabela 1.

Logo após os ensaios definidos via planejamento fatorial, foram realizadas análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), usando um microscópio HITACHI® TM 3000, com o qual foi possível inferir informações sobre a morfologia superficial das amostras das fases clarificado, intermediário e lodo de cada ensaio de sedimentação realizado, conforme definidos via planejamento fatorial (Tabela 1).

Como resposta ao planejamento fatorial, ao final de cada ensaio de sedimentação, avaliou-se a turbidez das amostras do clarificado. Com os resultados foi possível elencar dados referenciais para a o estudo dos ensaios de sedimentação, analisando-se os gráficos 3D obtidos como respostas ao planejamento fatorial, a fim de definir um pH ótimo de sedimentação e o volume ideal de floculante.

2.2.3. Caracterização das partículas

Para o estudo da caracterização das partículas, analisou-se a granulometria do material particulado. A escolha do método de análise de tamanho deste material particulado baseia-se na faixa de tamanho das partículas ali presentes. Dentre as técnicas utilizadas destacam-se aquelas relacionadas na análise da velocidade terminal de

Tabela 1. Matriz de planejamento para módulo de sedimentação, variando pH e volume do floculante para sedimentação da borra do café

Ensaio	X ₁ [*]	X ₂ ^{**}
1	5,50	2,00
2	8,50	2,00
3	5,50	12,00
4	8,50	12,00
5	4,90	7,00
6	9,12	7,00
7	7,00	0,00
8	7,00	14,50
9	7,00	7,00
10	7,00	7,00
11	7,00	7,00
12	7,00	7,00

X₁^{*} = pH; X₂^{**} = Volume do floculante (mL)

sedimentação, como é o caso do béquer de sedimentação, o qual no presente trabalho denominou-se como “teste de proveta”.¹¹

Além das informações referentes à distribuição granulométrica também foram considerados dados como a densidade do material particulado e a viscosidade do meio em que a amostra se encontra.

No presente trabalho, foi realizado um comparativo, utilizando-se duas formas de calcular a velocidade de sedimentação. Em ambos os métodos adotaram-se os valores de viscosidade como $\mu = 1,0 \text{ g/(cm.s)}$, sendo, portanto considerada a viscosidade da água e, a densidade foi determinada pelo método da picnometria, na temperatura de 24°C, sendo $1,014 \text{ g/cm}^3$.

No primeiro método utilizado para o cálculo da velocidade de sedimentação, foram utilizados os valores médios das diferenças entre as alturas do volume da solução composta pela amostra de borra de café, sendo assim, usou-se 2,69 cm (H_2), e 22,40 cm (H_1), nos tempos de 4 min (t_1) e 0 min (t_2), conforme ilustrado na Tabela 4, aplicando a equação 1. Na sequência, na equação 2, foi utilizado o diâmetro médio de partículas retidas nas peneiras.

Inicialmente considerou-se o diâmetro de acordo com a peneira em que foi coletada a amostra da borra do café. Após ser submetida à secagem (105°C), a amostra da borra do café foi peneirada, e recolhida em peneira de 24 mesh, o que implica em afirmar que todas as partículas, retidas na peneira de 24 mesh, possuíam diâmetro equivalente ao da abertura da peneira, ou seja, diâmetro médio igual a 0,071 cm.

A partir dos dados do diâmetro de partículas, densidade e viscosidade da solução composta por amostras da borra do café, e de acordo com a metodologia de Stokes, foram determinados os parâmetros: número de Reynolds, coeficiente de arraste e velocidade terminal das partículas. Utilizando-se béquer de sedimentação, as partículas sólidas são dispersas em meio aquoso e deixadas sedimentar em um béquer, contendo um sifão imerso no líquido até a uma altura a cerca de 90% da altura “H” do líquido, assim posteriormente determinou-se o tempo necessário para cada tamanho de partícula migrar-se da superfície do líquido (caso extremo) até o fundo do sifão.^{11,12}

No presente trabalho, através da equação (1) foi possível calcular a velocidade de sedimentação (V_s) da amostra com 5,0 g da borra do café, analisando o deslocamento em função do tempo, na melhor condição de pH e concentração de floculante, definidos via planejamento fatorial.

$$V_s = \frac{H_2 - H_1}{t_2 - t_1} \quad (1)$$

Em que,

H_1 = altura 1 (cm), região do clarificado

H_2 = altura 2 (cm), região de espessamento

t_1 = tempo de sedimentação na região 1 (min)

t_2 = tempo de sedimentação na região 2 (min)

Com o valor da velocidade de sedimentação da partícula da borra do café, foi possível calcular o número de Reynolds (Re) pela equação (2).

$$Re = \frac{\rho_p V_s d_p}{\mu} \quad (2)$$

Em que:

V_s – velocidade de sedimentação (m/s);

ρ_p – densidade da partícula (g/cm^3);

d_p – diâmetro da partícula (cm);

μ – viscosidade do fluido (m^2/s).

Em seguida, obteve-se o coeficiente de arraste (C_D) dado pela equação (3).

$$C_D = \frac{24}{Re} \quad (3)$$

De acordo com a lei de Stokes, a velocidade de sedimentação da partícula (V_p) e velocidade terminal (V_t) são dadas pelas equações (4) e (5), respectivamente. Ressalta-se que foi aplicada a fórmula utilizando o diâmetro da partícula relacionando-a ao diâmetro da peneira, em seguida, com o diâmetro médio obtido com MEV, os dados foram elencados e comparados.

$$V_p = \frac{2 \cdot r^2 \cdot g \cdot (\rho_p - \rho_f)}{9 \cdot \mu} \quad (4)$$

$$V_t = \sqrt{\frac{4 \cdot (\rho_p - \rho_f) \cdot g \cdot (2r)}{3 \cdot C_D \cdot \rho_f}} \quad (5)$$

Em que:

V_s – velocidade de sedimentação (m/s);

r – raio da partícula (cm);

g – gravidade (cm/s^2);

ρ_p – densidade da partícula (g/cm^3);

ρ_f – densidade do fluido (g/cm^3);

μ – viscosidade do fluido (m^2/s).

Considerando: $g = 9,81 \text{ m/s}^2 = 981 \text{ cm/s}^2$;

$\rho_f = 1 \text{ g/cm}^3$

No segundo método, foi utilizado o diâmetro de partículas obtido com o auxílio do software Fiji – ImageJ, a partir das imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Ainda com o auxílio do software, foi possível obter os valores do número de Reynolds, coeficiente de arraste e velocidade terminal das partículas, conforme as equações 2, 3 e 5.

2.2.4. Análises MEV e software Fiji ImageJ

Considerando as análises até então realizadas, embasadas na teoria que preveem a determinação da velocidade de partícula, a partir do diâmetro de uma partícula isolada, há que se antepor às possibilidades de alterações nas medidas do diâmetro das partículas, seja por análises MEV ou com base na distribuição granulométrica. As técnicas de análise

granulométrica descritas anteriormente somente podem ser usadas para amostras minerais isolados ou materiais puros, pois no caso de minérios, que são comumente constituídos de diversos minerais de massas específicas diferentes, o valor de massa específica introduzido na equação de Stokes é um valor médio, logo a distribuição do tamanho das partículas presentes não corresponde à realidade.⁹

No intuito de atendermos a essa premissa, foram definidos os parâmetros do melhor perfil de sedimentação, sendo assim realizou-se análise do MEV, com as amostras das fases: clarificado, intermediário e do lodo formado na sedimentação, para pH de 5,5; 7,0 e 8,5, variando-se o volume de agente floculante de 2 mL, 7 mL e 12 mL respectivamente e, como controle, foi utilizado pó de café (in natura), também submetido à operação de sedimentação em módulo didático desenvolvido durante a execução do presente trabalho.

Dessa forma, com as análises do MEV, obteve-se imagens das partículas de interesse e, utilizando-se o software Fiji – ImageJ, obteve-se o diâmetro para cada partícula da imagem e, afim de verificar o comportamento dessas partículas durante a operação unitária de sedimentação, foram plotados gráficos e calculados o diâmetro médio das partículas.

Vale ressaltar que o software citado é uma versão gratuita, o qual analisa os pontos que estão em contraste, e mede o diâmetro de todos esses pontos, de modo a propiciar assim, valores de diâmetro mais confiáveis.

2.2.5. Aplicação em aulas didáticas

O presente artigo não tem como objetivo a aplicação da técnica em sala de aula, e sim demonstrar, detalhadamente, como foram realizados os experimentos e os materiais necessários para a construção do módulo. Propõe-se a utilização da borra de café, que é um material acessível e um módulo de fácil construção, e ilustração da técnica de sedimentação aplicada e as análises que podem ser realizadas.

Nas aulas práticas o experimento pode ser empregado com auxílio de uma metodologia ativa, como por exemplo Aprendizagem Baseada em Equipes, que originou a construção do módulo didático utilizado no presente trabalho, ou ainda, a Aprendizagem Baseada em Problemas (Problema Based Learning - PBL), em que alunos terão a missão de resolver um problema ambiental ocasionado pela descarte da borra de café, e poderão utilizar a operação unitária, sedimentação, na separação desse material, respondendo algumas questões envolvendo a sedimentação.¹³

3. Resultados e discussão

3.1. Tempo de sedimentação – Teste de proveta

Nos experimentos em proveta, as amostras com concentrações de 5,0 g, tiveram uma melhor visualização das

3 fases do processo (clarificado, intermediário e lodo) em um tempo de 20 min, o qual é considerado bom para a aplicação experimental do módulo didático, em aulas práticas.

A partir do planejamento fatorial, analisou-se o tempo de sedimentação proveniente de cada ensaio, no teste de proveta, os resultados estão apresentados na Figura 2, onde cada gráfico demonstra o acompanhamento do ensaio de sedimentação.

Pode-se notar que os melhores resultados da sedimentação ocorreram em pH ácido a neutro, pela análise do R^2 , para o ajuste exponencial, no intervalo de 15 min a 20 min. Sendo assim, padronizou-se o menor tempo de sedimentação de 15 min por estar entre os valores encontrados, além de apresentar benefícios para o processo, no que tange à redução de tempo de análise.

Percebe-se também, que repetição do ponto central foi determinante na confiabilidade dos testes de proveta, visto que os R^2 , nos quatro últimos ensaios, permaneceram praticamente iguais.

3.2. Planejamento fatorial

A partir dos resultados obtidos com o teste de proveta, apresentados na Figura 2, foi possível analisar o planejamento fatorial DCCR, 2^2 , incluindo os 4 pontos axiais e 4 pontos centrais para avaliação do erro puro.¹⁴

A Figura 3 ilustra o método de superfície de resposta (MSR), que é uma técnica estatística muito útil para a modelagem e análise de problemas nos quais as respostas são influenciadas por várias variáveis, e o grande objetivo é a otimização da resposta. Sendo assim, as respostas relacionadas às amostras de 24 mesh apresentaram um melhor coeficiente de determinação, com R^2 de 85,20 (Figura 3A), e R^2 de 54,53 (Figura 3B) para 48 mesh. Logo, como resposta, a Figura 3 ilustra, a melhor turbidez do clarificado, no pH da solução ácido (pH = 4,0), com 2,0 mL de agente floculante e com 5,0 g da amostra da borra do café.

Essa etapa do processo se relaciona com sua eficiência, já que o diâmetro da partícula relaciona-se à sua massa, e no processo de sedimentação, o movimento de uma partícula em um fluido é impulsionado pela força gravitacional, o empuxo e o atrito.^{12,15}

Valores de R^2 próximos de 100, indicam que as variáveis incluídas no planejamento fatorial para o processo de sedimentação da borra do café, com granulometria de 24 mesh, apresentou maior eficiência, sendo definida como amostra padrão.

Além disso, mostra-se que uma quantidade menor de agente floculante age de forma eficiente no processo de sedimentação, acarretando um menor custo do processo, obtendo um clarificado com menor turbidez, assim como uma redução de processos posteriores, como o tratamento da água para retornar em um reciclo no processo industrial. Diminuindo tanto no consumo, quanto no processo do tratamento da água.

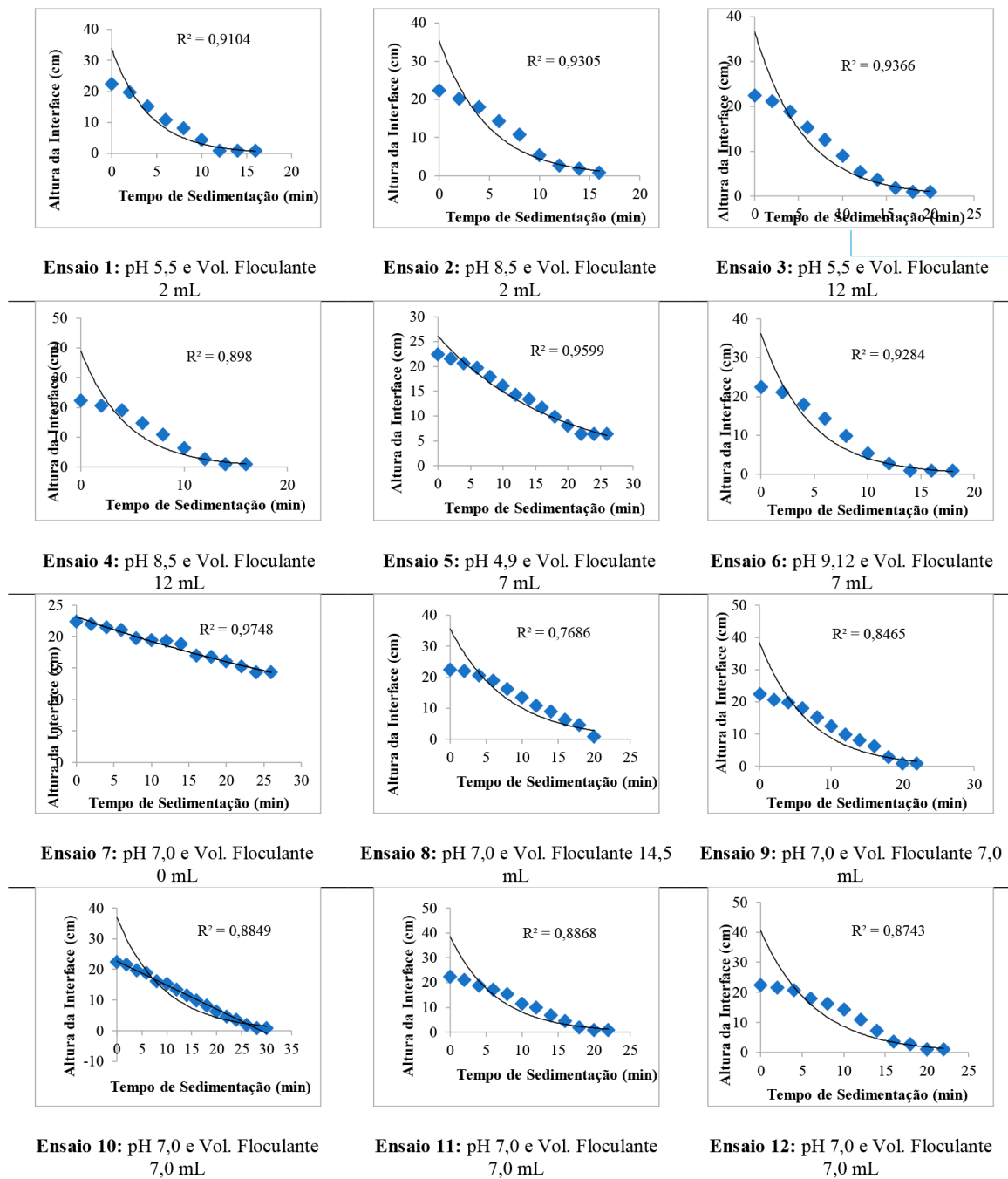


Figura 2. Análise do tempo de sedimentação relacionados com o planejamento fatorial, variando pH e volume de floculante

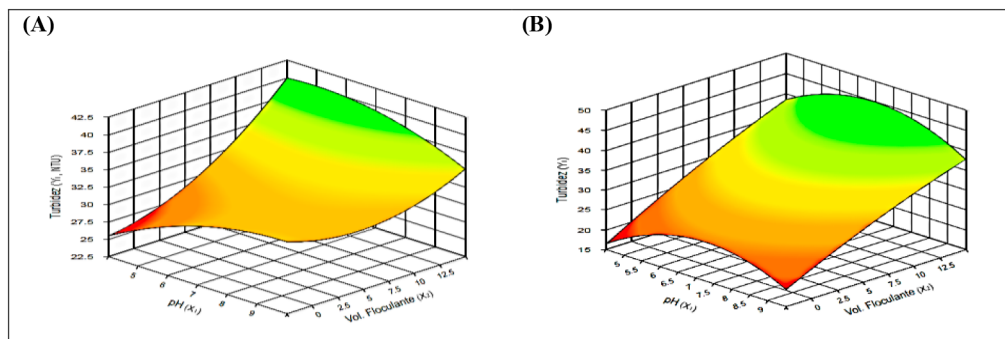


Figura 3. Gráfico em 3D – turbidez em função do pH e volume de floculante - (A) 24 mesh e (B) 48 mesh

3.3. Planejamento fatorial - Análise de turbidez e pH

Nas análises de turbidez e pH, determinaram-se os coeficientes de regressão utilizando-se o programa *Protimiza experimental design*®. Os resultados obtidos nesta análise estão apresentados na Tabela 2 e na equação 6, tendo os parâmetros de significância, não significância e os valores dos níveis de significância ($\alpha = 5\%$).

$$Y_1 = 32,73 + 0,22x_1 - 0,89x_1^2 + 2,67x_2 + 0,91x_2^2 - 1,23x_1x_2 \quad (6)$$

Em que:

X_1 = pH;

X_2 = Volume de floculante (mL);

Y_1 = Turbidez do clarificado (NTU).

Analisando a Tabela 2, o volume de floculante apresentou uma maior contribuição para que o experimento alcançasse melhor turbidez, pois apresentou um p-valor menor que 0,05. Observando a última linha da Tabela 2, com as duas variáveis, temos redução no p-valor, verificando, portanto, uma melhor interação das duas variáveis.

O sulfato de alumínio, que atua como coagulante, tem sido muito utilizado por apresentar bom desempenho, baixo custo e fácil manuseio.¹⁶ Esse reagente químico tem um papel importante na sedimentação, pois as partículas em suspensão apresentam tamanhos e formas variadas e a adição desse, o qual age nas partículas coloidais (variam de 1 nm a 1000 nm), fazendo com que essas não sedimentem sob ação da gravidade, segregando-as. Ocorre, portanto, a

neutralização das cargas elétricas repulsivas que atuam na separação dos colóides.¹⁷

A eliminação de parâmetros é uma alternativa interessante para simplificar o modelo, pois apresentam pequenas ou nenhuma influência sobre o resultado do ajuste final, para isso basta recordar o significado das hipóteses sobre a regressão.¹⁴ Após a eliminação dos parâmetros não significativos, com p-valor muito maior que 0,05, tem-se a regressão de acordo com a equação 7.

$$Y_1 = 32,73 - 0,89x_1^2 + 2,67x_2 + 0,91x_2^2 - 1,23x_1x_2 \quad (7)$$

Para representar e interpretar graficamente os efeitos principais e de interação obteve-se o diagrama de Pareto, apresentado na Figura 4, o que confirma que o volume de floculante (X_2) tem uma maior contribuição na sedimentação (p-valor < 0,05), ratificando a regressão (equação 7). No gráfico de Pareto, para ser considerado significativo o efeito de uma variável, a coluna horizontal deve ultrapassar a linha em negrito.¹⁸

De acordo com a Tabela 3, que mostra os resultados do modelo estatístico ANOVA, o valor de F calculado para o modelo de regressão quadrática foi 6,9, ou seja, maior que o valor de $F_{5,6\text{tabelado}}(4,39)$ ($F_{\text{Calc}} > F_{\text{tab}}$) no intervalo de 95% de confiança.

Assim, o modelo pode ser considerado estatisticamente significativo, de acordo com teste F . Além disso, o modelo apresentou um bom coeficiente de determinação, com R^2 de 85,20%, demonstrando proximidade entre os resultados experimentais e os valores teóricos.

Tabela 2. Coeficiente de regressão para a resposta da turbidez do clarificado (NTU)

Regressão					
	Nome	Coefficiente	Erro Padrão	t-Calculado	p-valor
☑	Média	32,73	0,74	44,05	0,0000
☑	X1	0,22	0,53	0,42	0,6902
☑	X12	-0,89	0,59	-1,52	0,1789
☑	X2	2,67	0,53	5,08	0,0023
☑	X22	0,91	0,59	1,54	0,1738
☑	X1.X2	-1,23	0,74	-1,65	0,1503

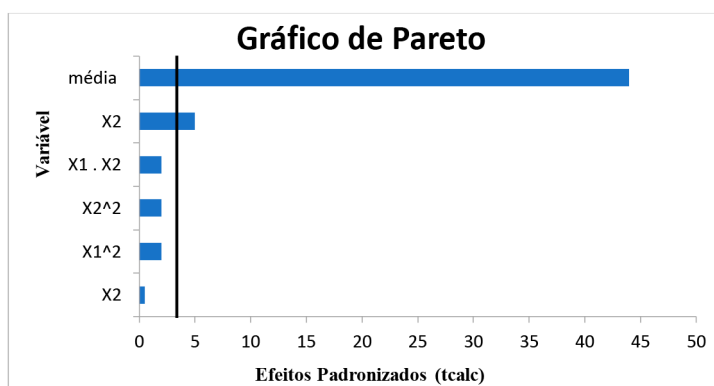


Figura 4. Diagrama de Pareto indicando o efeito estimado do pH e do agente floculante na sedimentação

Tabela 3. Anova para a turbidez do clarificado

ANOVA						
Fonte de Variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F _{calc}	p-valor	
Regressão	76,3	5	15,3	6,9	0,01783	
Resíduos	13,2	6	2,2			
Falta de Ajuste	8,9	3	3,0	2,1	0,28380	
Erro Puro	4,3	3	1,4			
Total	89,5	11				
R² = 85,20 %						

Na Tabela 4 avaliou-se a influência da concentração da amostra na sedimentação. A amostra de 2,5 g apresentou menor turbidez no clarificado, no entanto, apresentou sedimentação muito rápida sendo difícil a exploração dos dados, não sendo possível identificar bem a divisão das 3 fases da sedimentação. Por isso, padronizou-se 5,0 g de amostra para sedimentação em provetas de 250 mL.

A sedimentação com uma menor concentração (2,5 g) ocorreu em um tempo três vezes menor, isso pode ser explicado pela menor quantidade de partículas encontradas na solução, a qual necessitou de menor tempo para sedimentar.

A Figura 5 demonstra o perfil de sedimentação da borra do café no módulo didático construído, cujos parâmetros foram definidos nos testes de proveta e projetado para esse módulo. O processo de sedimentação mostrou-se adequado para ser utilizado nas aulas práticas de Operações Unitárias no Laboratório de Engenharia, por não apresentar um tempo muito longo de sedimentação, além de ser possível verificar as fases do processo

Ao comparar os testes de proveta com a sedimentação realizada no módulo didático, que possui um volume da solução de sedimentação 4 vezes maior, percebeu-se que o tempo de sedimentação foi diretamente proporcional, ou seja, 4 vezes maior que a sedimentação em proveta.

3.4. Análise MEV e ImageJ

Os resultados da análise via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), em microscópio da marca HITACHI® TM 3000, estão apresentados na Figura 6, pode-se perceber que nas imagens do clarificado, quanto mais básico o pH, menores são as partículas da amostra, em contrapartida as partículas se aproximam uma das outras, tornando o meio mais homogêneo.

Na fase intermediária da sedimentação, as partículas são maiores que no clarificado e estão mais aglomeradas, dando a impressão de estarem se tornando uma partícula única. Isso ocorre também no lodo em diferentes pHs, esse comportamento tem maior evidencia nos pHs 5,5 e 7,0.

Pode-se inferir que no pH de 8,5 a imagem selecionada contém uma partícula maior, com depósitos da fase intermediária, pois as partículas formadas se parecem muito com as da fase intermediária.

Analisando a Figura 7, são apresentadas as imagens do clarificado, intermediário e lodo em diferentes pHs, obtidas pela análise MEV e tratadas pelo software Fiji – ImageJ. Na contagem das partículas presentes em cada fase, encontrou-se 365, 445 e 1710 respectivamente. Isso comprova o observado, nas imagens obtidas pelo MEV, em que as partículas da fase intermediária e o lodo estão agregadas, por isso apresenta maior diâmetro.

Tabela 4: Resultados da sedimentação no teste de proveta

Amostra	5,0 g				2,5 g	
Altura da interface (cm)	22,40	9,86	2,69	1,80	22,40	1,80
Tempo (min)	0	2	4	6	0	2
Turbidez (NTU)	15,43				5,03	

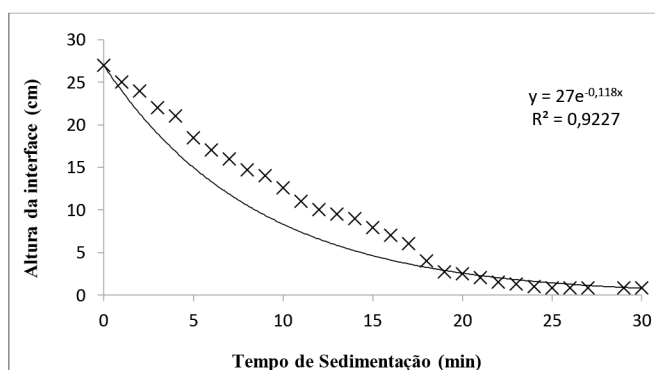


Figura 5. Variação da interface sólido-líquido em função do tempo de sedimentação

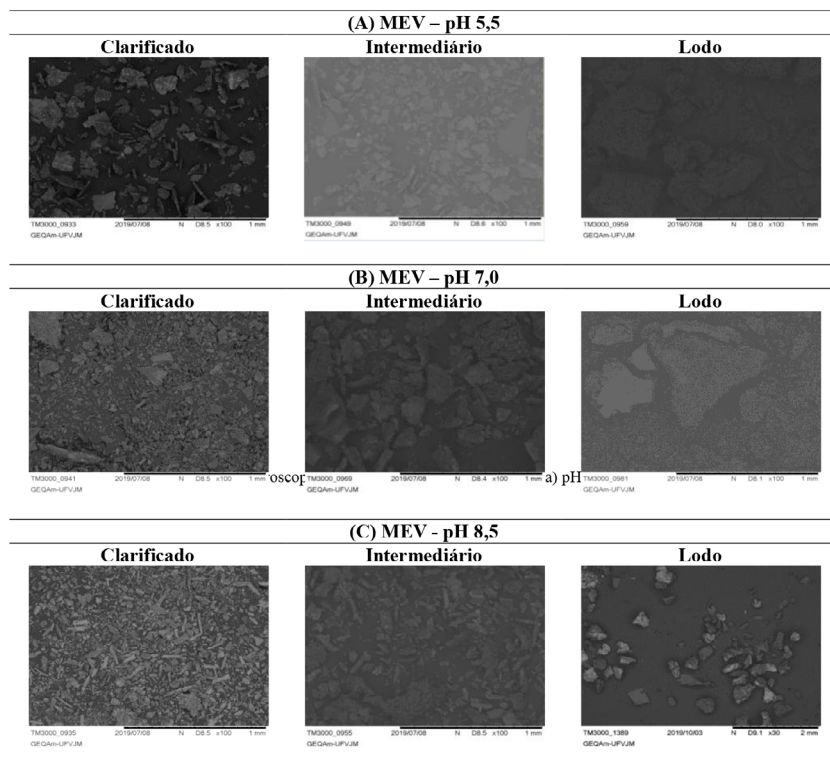


Figura 6. Análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV): (a) pH 5,5 (b) pH 7,0 e (c) pH 8,5

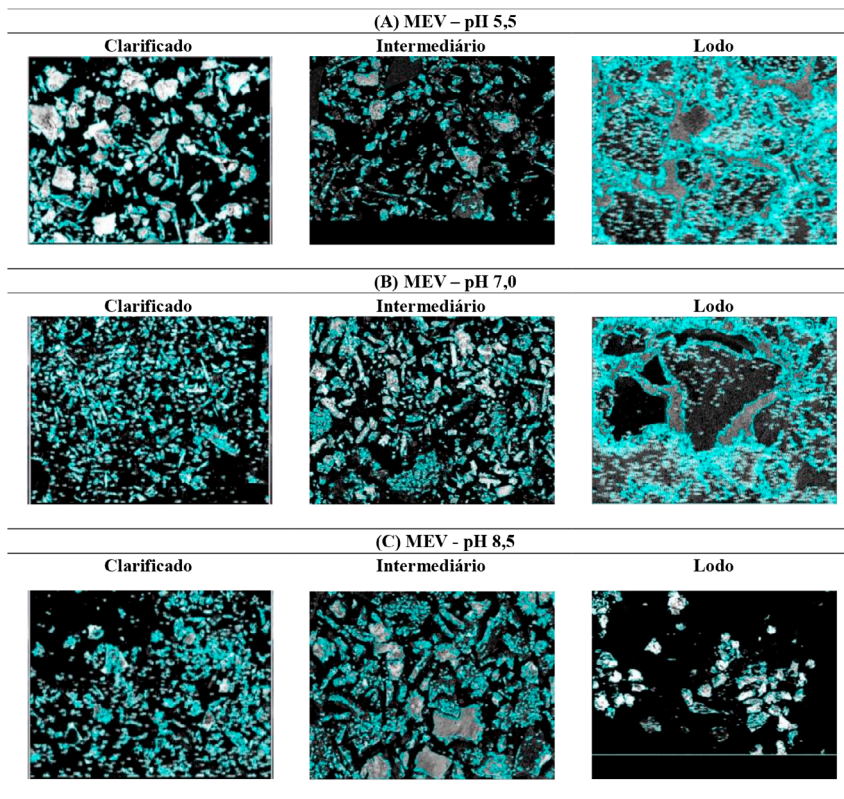


Figura 7. Análise do diâmetro das partículas das imagens da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do Clarificado, Intermediário e Lodo em diferentes pHs, utilizando o software Fiji – ImageJ

O sulfato de alumínio tem ação coagulante nas partículas coloidais, fazendo com que se aglomerem e se sedimentem pela ação da gravidade.¹²

O software Fiji – ImageJ, atua contornando as partículas, envolvendo-as até que elas alcancem a tonalidade azulada, sinal característico, enquanto o programa segue sua análise, assim medindo-se a área contornada, encontra-se o diâmetro de cada partícula. Logo, tem-se uma média dos diâmetros para cada fase da sedimentação, em cada valor de pH. As partículas do clarificado apresentaram diâmetro médio de $1,92 \times 10^{-5}$ m, o intermediário $1,43 \times 10^{-5}$ m e o lodo $7,1 \times 10^{-6}$ m. Isso demonstra, que o diâmetro médio das partículas do intermediário e o lodo, mesmo sendo menor, ainda assim sedimentam, pois essas partículas se aglomeram formando um floco de maior tamanho e possivelmente maior densidade.

Os dados obtidos com o auxílio do do software Fiji – ImageJ foram elencados em planilhas comuns do programa Excel e em seguida dada continuidade aos cálculos do número de Reynolds e coeficiente de arraste para todas as partículas presentes nas fases do clarificado, intermediário e lodo, nos pHs de 5,5; 7,0 e 8,5, conforme ilustram as equações 8 e 9.¹⁹

$$c_D = \frac{4 \cdot g \cdot D_p \cdot (\rho_s - \rho_f)}{3 \cdot \rho_f \cdot V_s^2} \quad (8)$$

$$Re = \frac{D_p \cdot V_s \cdot \rho_f}{\mu_f} \quad (9)$$

3.5. Caracterização das partículas

A Tabela 5 apresenta os valores da velocidade média, número de Reynolds médio e o coeficiente de arraste médio das partículas, calculados pelas equações (4), (8) e (9), utilizando-se os valores do diâmetros das partículas encontrados com o auxílio do software Fiji – ImageJ, em diferentes pHs.

Na Tabela 6, apresentou-se esses parâmetros, porém utilizando o diâmetro da partícula de acordo com o mesh da peneira utilizada no início do experimento.

Os resultados obtidos, nas Tabelas 5 e 6, utilizando as duas diferentes formas de encontrar o diâmetro da partícula, no qual a primeira apresenta uma projeção inicial, em que os cálculos foram realizados utilizando como valor do diâmetro da partícula, o mesh da peneira, que reteve uma maior quantidade de amostra. E o outro método, utilizando as imagens do MEV, tratadas com o software Fiji – ImageJ.

Nessas Tabelas é visível o erro embutido nos cálculos, pois a projeção inicial apresenta erro nos valores da partícula, porque todas apresentaram o mesmo valor, que foi o adotado na peneira. No MEV, que associa todas as partículas da imagem, e o programa realiza média aritmética desses diâmetros, apresentando maior confiabilidade nos resultados.

Comparando os resultados obtidos, pode-se perceber que as diferenças nos valores encontrados no número de Reynolds e no coeficiente de arraste, foram de 5 a 6 casas decimais, impactando diretamente na velocidade de sedimentação, em que o valor adotado de maior partícula apresentou uma velocidade maior, na ordem de 3 a 4 casas decimais. Ademais, foi possível plotar os gráficos que correlacionam o número de Reynolds com o coeficiente de arraste para cada interface dos ensaios de sedimentação nos diferentes pHs, apresentados nas Figuras 8 (A, B e C).

Observando a Tabela 5, tem-se que a velocidade da partícula é proporcional ao seu diâmetro. Logo, as partículas com maior diâmetro apresentam maior velocidade de sedimentação, além disso, apenas o ensaio em pH básico apresentou o menor diâmetro médio das partículas presentes na fase clarificado, seguido das fases do intemédiario e o do lodo sendo o maior, nos demais ensaios ocorreu o inverso. Esse fato pode ter ocorrido com as partículas em pH ácido e neutro, nas quais ocorreram o processo de aglomeração das partículas. Foram realizados cálculos do número de Reynolds e coeficiente de arraste para todas as partículas obtidas, utilizando-se software Fiji – ImageJ, em seguida, foram plotados os gráficos para interface da sedimentação, relacionando com cada pH.

Tabela 5. Resultados para cada fase da sedimentação nos diferentes pHs

Interface da sedimentação	pH	Diâmetro da partícula (m)	Velocidade da partícula (m/s)	Número de Reynolds	Coefficiente de Arraste
Clarificado	5,5	$1,927 \times 10^{-5} \pm 2,1 \times 10^{-5}$	$2,886 \times 10^{-8}$	$5,562 \times 10^{-9}$	$4,315 \times 10^9$
Intemédiario	5,5	$1,435 \times 10^{-5} \pm 9,8 \times 10^{-6}$	$1,599 \times 10^{-8}$	$2,294 \times 10^{-9}$	$1,046 \times 10^{10}$
Lodo	5,5	$7,121 \times 10^{-6} \pm 1,5 \times 10^{-5}$	$3,939 \times 10^{-9}$	$2,805 \times 10^{-10}$	$8,556 \times 10^{10}$
Clarificado	7,0	$1,158 \times 10^{-5} \pm 7,7 \times 10^{-6}$	$1,042 \times 10^{-8}$	$1,207 \times 10^{-9}$	$1,988 \times 10^{10}$
Intemédiario	7,0	$1,503 \times 10^{-5} \pm 1,1 \times 10^{-5}$	$1,756 \times 10^{-8}$	$2,640 \times 10^{-9}$	$9,090 \times 10^9$
Lodo	7,0	$6,342 \times 10^{-6} \pm 9,0 \times 10^{-6}$	$3,125 \times 10^{-9}$	$1,982 \times 10^{-10}$	$1,211 \times 10^{11}$
Clarificado	8,5	$1,032 \times 10^{-5} \pm 8,2 \times 10^{-6}$	$8,271 \times 10^{-9}$	$8,534 \times 10^{-10}$	$2,812 \times 10^{10}$
Intemédiario	8,5	$1,416 \times 10^{-5} \pm 1,3 \times 10^{-5}$	$1,558 \times 10^{-8}$	$2,206 \times 10^{-9}$	$1,088 \times 10^{10}$
Lodo	8,5	$3,058 \times 10^{-5} \pm 4,8 \times 10^{-5}$	$7,267 \times 10^{-8}$	$2,222 \times 10^{-8}$	$1,080 \times 10^9$

Tabela 6: Resultados com diâmetro das partículas em 24 mesh

Diâmetro da partícula (m)	Velocidade da partícula (m/s)	Número de Reynolds	Coefficiente de Arraste
$7,100 \times 10^{-4}$	$3,916 \times 10^{-5}$	$2,781 \times 10^{-4}$	$8,631 \times 10^4$

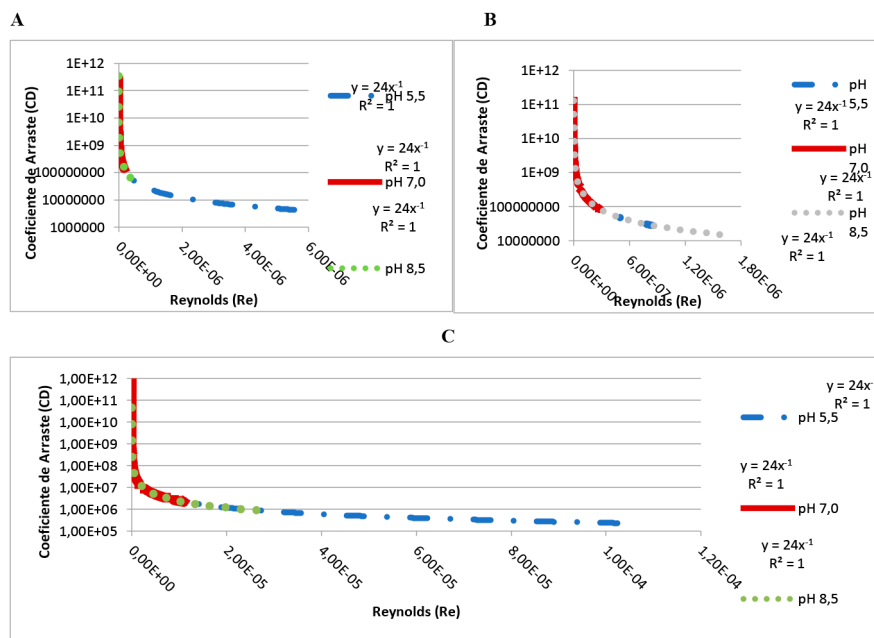


Figura 8. Gráfico Re x CD para diferentes perfil de sedimentação e pHs. (A) Clarificado, (B) Intermediário e (C) Lodo

Na Figura 8A, percebe-se que a amostra da fase clarificada, no pH 5,5 verifica-se uma maior variedade do número de Reynolds, seguidos dos pHs 8,5 e 7,0, respectivamente. Vale ressaltar que essa ocorrência segue de acordo o observado, no qual a sedimentação das partículas é melhor em pH ácido.

No clarificado, Figura 8B, o pH 8,5 tem uma maior variação do número de Reynolds, seguidos dos pHs 5,5 e 7,0, respectivamente. Corroborando com o constatado nas análises MEV, no qual para o pH 7,0 as partículas apresentam-se mais regulares, e com maior diâmetro, contudo em meio ácido as partículas estão mais dispersas, e em menor concentração.

Na Figura 8C, o pH 5,5 tem uma maior variação do número de Reynolds, na fase do clarificado, seguidos dos pHs 8,5 e 7,0, respectivamente. Ratificando o observado nos experimentos de sedimentação, em que para o pH 5,5, as partículas se mostraram maior variação no diâmetro das partículas, facilitando a sedimentação

Analisando as Figuras 8(A, B e C), observam-se partículas com menor diâmetro na fase do clarificado, seguido do intermediário e lodo, respectivamente.

Além disso, pela equação encontrada, podemos comprovar que o $Re < 1$ em todas as curvas e o regime de escoamento na região de Stokes é válido, isso valida todas as nossas afirmações. Além disso, o coeficiente de arraste é uma função do número de Reynolds, por isso há necessidade de se encontrar o diâmetro da partícula mais próxima possível do real, no qual a percebe-se a interação com número de Reynolds, coeficiente de arraste, velocidade da partícula e velocidade de sedimentação.

Logo, a caracterização das partículas envolvidas no processo de sedimentação, afeta diretamente a velocidades de sedimentação e por sua vez, está relacionado ao dimensionamento de decantadores e custo do processo. Com

isso, valores de velocidade mais baixa (sedimentação lenta, demorada) apresentam maiores valores de turbidez, com maior quantidade de partículas devido aos flocos não sedimentarem.²⁰

3.6. Aplicação em aulas didáticas

As operações unitárias, disciplinas de grande importância e complexidade para diversas engenharias, precisam ser abordadas de diferentes formas durante o curso em que são ministradas, visando a maior compreensão do aluno, já que este deverá ter esses conceitos bem estabelecidos para que haja a aplicação apropriada dos mesmos na sua atuação profissional.¹²

O módulo didático utilizado no desenvolvimento do presente trabalho, além de ser resultado de um projeto anterior, onde os alunos foram instruídos a construí-lo, resultou numa forma de aprendizagem lúdica, aguçando a criatividade, melhorando a visualização dos experimentos. No âmbito desse contexto, com base na percepção dos alunos envolvidos, dadas as variáveis estudadas, utilização e abrangência de conceitos adquiridos durante a vida acadêmica, é possível sugerir a utilização do módulo didático desenvolvido pelos alunos, de modo a contribuir com a aprendizagem para as turmas posteriores.

Vale ressaltar que resultados como os obtidos nesse trabalho evidenciam o quanto atividades desta natureza podem impactar positivamente na compreensão dos conceitos por parte dos alunos. Além disso, motiva o professor a querer melhorar suas aulas e trazer novas experiências didáticas.¹²

Ademais, os materiais e reagentes empregados nos experimentos são de fácil acesso e disponibilidade, além disso, pela gama de resultados e experimentos obtidos, tem-se um leque de possibilidades na empregabilidade em

aulas e abordagem na disciplina. Assim sendo, os ensaios de sedimentação utilizando a borra do café pode ser aplicado para verificar e comprovar os parâmetros ideais de sedimentação a ser aplicado nas aulas práticas dos cursos de Engenharia.

4. Conclusão

Evidencia-se que a separação via sedimentação sólido-líquido das amostras da borra do café, com granulometria de 24 mesh, apresentou melhores resultados. E pelos testes de proveta a melhor resposta do planejamento fatorial foi para amostras ácidas, com adição de 2 mL de agente floculante e 5,0 g de amostra, com tempo de 20 min de sedimentação.

A sedimentação em módulo didático de 1 L, com os parâmetros padronizados anteriormente, ocorreu em 30 min, tempo ideal para aplicação em aula prática, com a metodologia PBL, além de ser possível verificar as fases presentes na sedimentação, deixando mais robusta a aprendizagem. Esse método proposto para as aulas possibilita aos discentes maior contato e manuseio com o módulo didático em escala de bancada, propiciando que o aluno obtenha senso de análise crítica das variáveis envolvidas na operação de sedimentação, bem como, utilizar resíduo do cotidiano, por isso o emprego do pó de café, pós-filtração, denominado: “borra do café”

As análises de MEV realizados após a sedimentação comprovou os resultados definidos experimentalmente, em que o meio ácido é mais propício uma maior aglomeração das partículas e uma sedimentação mais eficaz. Além disso, pode-se constatar que o conhecimento mais preciso sobre as partículas auxilia em tornar os cálculos mais confiáveis, diminuindo consideravelmente os erros em um processo de sedimentação.

De modo geral, a sedimentação da borra do café apresentou uma boa alternativa para ser inserida em práticas de laboratório, relacionadas com essa operação unitária, com intuito de empregar uma pedagogia de ensino mais eficaz, provocando o pensar dos alunos, desenvolvimento de habilidades, causando uma reflexão crítica, simulando cenário real, preparando assim para a vida profissional.

Agradecimentos

Os autores agradecem aos laboratórios LIPEMVALE-UFVJM; Ao LMMA financiado pela FAPEMIG (CEX-112-10), SECTES/MG e RQ-MG. À PROGRAD/UFVJ, Projeto-PROAE nº 2018.d.2.20.0240 e ao GEPAEQ-Grupo de Estudos e Pesquisas Aplicadas à Engenharia Química.

Referências Bibliográficas

- Hernando, L.; Omari, A.; Reungoat, D.; Experimental investigation of batch sedimentation of concentrated bidisperse suspensions. *Powder Technology* **2015**, 275, 279. [CrossRef]
- Kim, D.; Son, Y.; Park, J.; Prediction of Settling Velocity of Nonspherical Soil Particles Using Digital Image Processing. *Advances In Civil Engineering* **2018**, 2018, 8. [CrossRef]
- CreMASCO, M. A.; *Operações Unitárias em Sistemas Particulados e Fluidodinâmicos*, 3a Ed., Ed. Blucher: São Paulo, 2012.
- França, S. C. A.; Casqueira, R. G. Em *Tratamento de Minérios: Práticas Laboratoriais*, Parte VI – Desaguamento, CETEM: Rio de Janeiro, 2007, cap. 23. [Link]
- Cabral, M. S.; Moris, V. A. S.; *Resumo do XXX Encontro Nacional de Engenharia de Produção*, São Carlos, Brasil, 2010. [Link]
- Andrade, K.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Santa Catarina, 2011. [Link]
- Durán, C. A. A.; Tsukui, A.; Santos, F. K. F.; Martinez, S. T.; Bizzo, H. R.; Rezende, C. M.; Café: Aspectos Gerais e seu Aproveitamento para além da Bebida. *Revista Virtual de Química* **2017**, 9, 134. [CrossRef]
- Ferreira, A.; *Dissertação de Mestrado*, Instituto Politécnico de Bragança, 2011. [Link]
- Franca, S.; Oliveira, L. S.; Em *Chemical, Biological and Environmental Engineering*, Word Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.: Singapore, 2009, cap 5.
- Concha, F.; Almendra, E. R.; Settling velocities of particulate systems, I. Settling velocities of individual spherical particles. *International Journal Of Mineral Processing* **1979**, 5, 367. [CrossRef]
- Lima, R. M. F.; Luz, J. A. M.; Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes. **Rem: Revista Escola de Minas** **2001**, 54, 159. [CrossRef]
- Zanrosso C. D.; Lima, D. S.; Machado, T. C.; Souza, V. M.; Costa, L. A.; Operação café passado: uma perspectiva didático-pedagógica para o ensino de engenharia química. *Química Nova* **2017**, 40, 962. [CrossRef]
- Macedo, K. D. S.; Acosta, B. S.; Silva, E. B.; Souza, N. S.; Beck, C. L. C.; Silva, K. K. D. Metodologias ativas de aprendizagem: caminhos possíveis para inovação no ensino em saúde. *Escola Anna Nery* **2018**, 22, 9. [CrossRef]
- Rodrigues, M. I.; Lemma, A. F.; *Planejamento de Experimentos e Otimização de processos*. Editora Cárita: Campinas, 2009.
- Streeter, V. L.; Wylie, E. B.; *Mecânica dos fluidos*, 7a. ed. McGraw-Hill: São Paulo, 1982.
- Capelete, B. C.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade de Brasília, 2011. [Link]
- O’Melia, C. R. Em *Physicochemical processes for water quality and control*, Weber, W. J. (ed), Wiley Interscience: New York, 1972, cap 3. [CrossRef]
- Langaro, C.; Hasan, S. D. M.; Fiorese, M. L.; Munheiro, P. M.; Deak, J. C. S.; Fochesatto, C.; Bertual, L. C.; Gebert, D. G. C.; Otimização do processo de sacarificação do bagaço de cana-de-açúcar por hidrólise enzimática com celulases fúngicas. *Revista Tecnológica* **2015**, 2014, 62. [CrossRef]
- Mc Cabe, W. L.; Smith, J. C.; Hamriott, P.; *Unit Operations of Chemical Engineering*. Mc Graw-Hill: New York, 2004.
- de Julio, M.; Fioravante, D. A.; Oroski, F. I. Avaliação da influência dos parâmetros de mistura rápida, floculação e decantação no tratamento de água empregando o sulfato de alumínio e o PAC. *Frontiers of Agricultural Science and Engineering* **2008**, 6, 120.