



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

PEDRO PINTO FERREIRA BRASILEIRO

**CONCEPÇÃO E DIMENSIONAMENTO DE MICROBOLHAS PARA UM
PROCESSO DE FLOTAÇÃO DE ÁGUA OLEOSA COM A ADIÇÃO DE
SURFACTANTES**

Recife

2018

PEDRO PINTO FERREIRA BRASILEIRO

**CONCEPÇÃO E DIMENSIONAMENTO DE MICROBOLHAS PARA UM
PROCESSO DE FLOTAÇÃO DE ÁGUA OLEOSA COM A ADIÇÃO DE
SURFACTANTES**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Área de concentração: Engenharia de Processos Químicos e Bioquímicos.

Orientador: Prof. Dr. Mohand Benachour

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Leonie Asfora Sarubbo.

Recife

2018

Catálogo na fonte
Bibliotecária Valdicéa Alves, CRB-4 / 1260

B823c Brasileiro, Pedro Pinto Ferreira.
Concepção e dimensionamento de microbolhas para um processo de flotação de água oleosa com a adição de surfactantes / Pedro Pinto Ferreira Brasileiro - 2018.
86folhas. Il.; Tab.; Abr.; Sig. e Simb.

Orientador: Prof. Dr. Mohand Benachour.
Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Leonie Asfora Sarubbo.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2018.
Inclui Referências e Apêndices.

1. Engenharia Química. 2. Arduino. 3. Biossurfactante. 4. DCCR. 5. Diâmetro de sauter. 6. Separação água/óleo. 7. Torre de saturação induzida. I. Benachour, Mohand. (Orientador). II. Sarubbo, Leonie Asfora (Coorientadora). III. Título.

UFPE

660.2CDD (22. ed.) BCTG/2018 - 368

PEDRO PINTO FERREIRA BRASILEIRO

**CONCEPÇÃO E DIMENSIONAMENTO DE MICROBOLHAS PARA UM
PROCESSO DE FLOTAÇÃO DE ÁGUA OLEOSA COM A ADIÇÃO DE
SURFACTANTES**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Aprovada em: 02/08/2018.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Mohand Benachour (Orientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof^a. Dr^a. Leonie Asfora Sarubbo (Coorientadora)
Universidade Católica de Pernambuco

Prof^a. Dr^a. Otidene Rossiter Sá da Rocha (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof^a. Dr^a. Sandra Maria Sarmiento (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Valdemir Alexandre dos Santos (Examinador Externo)
Universidade Católica de Pernambuco

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida e por ser a força-motriz para vencer os desafios diários.

À Universidade Católica de Pernambuco (UNICAP) pelo espaço disponibilizado, pelo carinho com os alunos e pela valorização humana e à Universidade Federal de Pernambuco (UFPE) por propiciar a vivência acadêmica do mestrado.

Ao Instituto Avançado de Tecnologia e Inovação (IATI) pelo espaço disponibilizado e apoio financeiro para a realização dos experimentos, às Centrais Elétricas da Paraíba (EPASA) e à Agência Nacional de Energia Elétrica (ANEEL) pelo projeto de Pesquisa e Desenvolvimento firmado em parceria com o IATI.

Ao meu querido Orientador, Prof. Dr. Mohand Benachour, por me aceitar como orientando, pelo apoio, pelo incentivo e por ser uma pessoa maravilhosa que sabe falar e escutar, à minha divina Coorientadora, Prof^a. Dr^a. Leonie Asfora Sarubbo, por nunca desistir dos seus alunos, por querer SEMPRE o bem das pessoas, por saber e ensinar como se faz pesquisa com a sua famosa “proatividade” e por centenas de qualidades dessa pessoa humana e ao meu querido Prof. Dr. Valdemir Alexandre dos Santos pelos ensinamentos passados.

Aos meus colegas de estudo e de trabalho.

Aos meus amados pais Gil Mendonça Brasileiro e Maria Regina Davina Pinto Ferreira, pelo auxílio imensurável no meu desenvolvimento pessoal e profissional.

Aos meus padrinhos de batismo, Gladys Brasileiro e Paulo Araújo, pelo apoio essencial em todos os momentos.

À minha família carioca bem representada por Gildson Brasileiro, Katia Venâncio e pelos meus queridos primos, que foram uma representação de amor ao próximo para mim.

Aos meus irmãos, Paulo Fernando Brasileiro e Maria Carolina Brasileiro, pelo carinho, pela força e por todos os momentos de felicidade e aos meus familiares pelo amor compartilhado.

E aos meus amigos bem representados por Tiago José, Henrique Siqueira e Paulo Henrique pelo suporte nos momentos mais difíceis.

“N3o jogue nada pela janela sem antes saber a raz3o.”
(MELO, Pe. F.)

RESUMO

A utilização de óleo combustível na indústria é fundamental para a geração de energia térmica, no entanto é um processo que gera resíduos tóxicos ao meio ambiente e dificulta a recomercialização do óleo utilizado. Um dos processos de separação desses resíduos é a flotação com ar empregando microbolhas para efetuar uma eficiente separação. Nesse sentido, um estudo sobre a concepção do processo de produção de microbolhas e o dimensionamento do tamanho de microbolhas foi realizado, empregando opcionalmente um surfactante químico e um biosurfactante para possibilitar a distinção do processo sem e com o efeito de agentes coadjuvantes na redução do tamanho das microbolhas. O propósito, pois, foi a aplicação das microbolhas em um sistema de flotação conhecido como Torre de Saturação Induzida. Esse estudo foi desenvolvido com a construção de um protótipo denominado de Unidade de Medição de Microbolhas com as medições da Vazão de Ar e da Vazão de Líquido no sistema, utilizando o controlador *Arduino UNO R3* para operação e uma associação de uma *GoPro Hero 6* com lentes de microscópio para a medição das microbolhas. Na etapa experimental, 3 planejamentos fatoriais do tipo Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) foram realizados a fim de perceber os efeitos estatisticamente significativos para futuros planejamentos experimentais. Os planejamentos foram denominados de Fluidodinâmico para os parâmetros de Vazão de Ar e Vazão de Líquido; Químico com as semelhantes variáveis independentes do Planejamento Fluidodinâmico, mas com a variação do potencial hidrogeniônico e da concentração do surfactante dodecilsulfato de sódio (SDS) e Biológico, semelhante ao Químico, mas com a concentração de extrato metabólico do biosurfactante produzido pela bactéria *Pseudomonas cepacia*. Ao melhor ensaio de cada planejamento, foi adicionada uma concentração de $200 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ de óleo lubrificante para averiguar a influência do composto hidrofóbico nas respostas estudadas. Em todos os ensaios, foram medidas manualmente as variáveis dependentes Diâmetro de *Sauter* Dinâmico, Diâmetro de *Sauter* Estático e Altura de Neblina de Microbolhas. As análises resultaram em: diâmetros de microbolhas médios entre 14 e 74 μm durante 10 min de processo de produção de microbolhas e com uma estabilidade de medição e de produção; alturas de até 20 cm de coluna d'água de produção de microbolhas; considerações físicas e estatísticas possíveis sobre a variação dos parâmetros de entrada em relação às respostas analisadas e percepções sinérgicas da importância da aplicação do óleo como parâmetro essencial na produção de microbolhas. O presente trabalho, portanto, foi desenvolvido com as finalidades de estimar os diâmetros de microbolhas e estimular a aplicação de surfactantes no processo de flotação, principalmente os biotecnologicamente produzidos diante da baixa toxicidade e da elevada biodegradabilidade desses biocompostos, visando à separação água/óleo no sistema de Torre de Saturação Induzida.

Palavras-chave: *Arduino*. Biosurfactante. DCCR. Diâmetro de *Sauter*. Separação água/óleo. Torre de saturação induzida.

ABSTRACT

The fuel oil is a fundamental parameter for the thermal generation, however the toxic wastes that are spilled by this process damage the environment and hamper the sale of the refurbished oil. One of the efficient separation processes of these wastes is the air flotation through the microbubbles. In this sense, a study about the comprehension of the microbubble production and the measurement of the microbubbles size was developed, utilizing optionally 1 chemical surfactant and 1 biosurfactant to distinguish the influence of the auxiliary compounds in the reduction of microbubble size. The aim of this work, therefore, is the application of the microbubbles into a flotation system called Induced Saturation Tower. Besides, this study was performed by the building of a prototype called Microbubble Sizing Unit with the measurement of Air and Liquid Flows in the system, utilizing the *Arduino UNO R3* board to control and a combination of a GoPro Hero 6 and microscope lens. In the experimental step, 3 factorial designs as Central Composed Rotate Design (CCRD) were made to understand which effects are statistically significant for future factorial designs. These designs were named as Fluidynamic for the parameters Air and Liquid Flows; Chemical with the same variables of the the Fluidynamic Design, but with the variation of the hydrogenionic potential and the surfactant concentration of sodium dodecylsulfate (SDS), and Biological, same as the Chemical, however with the biosurfactant produced by the bacterium *Pseudomonas cepacia*. For the best assays in each design, there was added an oil concentration of $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ to investigate the influence of the hydrofobic compound. In every assay, there were measured manually the dependent variables Dynamic Sauter's Diameter, Static Sauter's Diameter, and Microbubble Mist Height. The responses resulted in: microbubbles average diameters between 14 and $74 \mu\text{m}$ during 10 min of microbubbles production and with a stability of measurement and production; heights until 20 cm of water column of microbubbles production; physical and statistical possible considerations about the variation of the entrance parameters, and synergetic perceptions from the importance of the oil application as an independent variable. The work, therefore, was developed with the aims of estimation of the microbubbles diameters and promote the surfactant application in air flotation systems, mainly the biotechnological produced according to the low toxicity and the high biodegradability of these biocompounds, looking for the water/oil separation in the Induced Saturation Tower.

Keywords: *Arduino*. Biosurfactant. CCRD. Induced saturation tower. Sauter's diameter. Water/oil separation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Identificação dos Segmentos Polar e Apolar dos Surfactantes e Biossurfactantes.....	22
Figura 2	Estrutura Micelar com mais de um Tipo de Surfactante.....	22
Figura 3	Comparação entre as Tensões Superficiais e as Concentrações de Surfactante.....	23
Figura 4	Esquema de Tanque de Medição das Microbolhas.....	31
Figura 5	Representação do instrumento construído para a medição de vazão de ar com os fluxos: “A” para o líquido do processo, “B1” para o ar, “B2 para água e “C” para a mistura do líquido do processo com o ar.....	33
Figura 6	Chumbada utilizada para medição do fator de correção.....	33
Figura 7	Exemplo de Medição das Bolhas no Medidor de Vazão de Ar.....	34
Figura 8	Esquemática do Circuito Elétrico para Operação da Planta de Medição de Microbolhas.....	35
Figura 9	Medição de Microbolhas no Tanque de Medição de Microbolhas.....	37
Figura 10	Exemplo de Microbolhas Medidas.....	37
Figura 11	Processo de Produção de Microbolhas.....	45
Figura 12	Unidade de Medição de Microbolhas.....	46
Figura 13	Medição dos Limites da Vazão de Ar.....	47
Figura 14	Relação entre a Vazão de Ar e a Variação de Pressão.....	47
Figura 15	Painel da Unidade de Medição de Microbolhas.....	48
Figura 16	<i>GoPro Hero 6</i> com Lentes de Microscópio e Peças 3D para Medição de Microbolhas.....	49
Figura 17	Valores dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos no Planejamento Fluidodinâmico durante 10 min de Processo.....	50
Figura 18	Valores Médios dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos no Planejamento Fluidodinâmico.....	50
Figura 19	Valores dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Estáticos no Planejamento Fluidodinâmico.....	51
Figura 20	Valores das Alturas de Neblina de Microbolhas no Planejamento Fluidodinâmico.....	52

Figura 21	Diagrama de Pareto do Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Fluidodinâmico.....	53
Figura 22	Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Fluidodinâmico.....	53
Figura 23	Diagrama de Pareto do Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Fluidodinâmico.....	54
Figura 24	Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Fluidodinâmico.....	55
Figura 25	Diagrama de Pareto da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico.....	56
Figura 26	Gráfico Normal de Probabilidade da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico.....	56
Figura 27	Valores dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos no Planejamento Químico durante 10 min de Processo.....	57
Figura 28	Valores Médios dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos no Planejamento Químico.....	58
Figura 29	Valores dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Estáticos no Planejamento Químico.....	58
Figura 30	Valores das Alturas de Neblina de Microbolhas no Planejamento Químico.	59
Figura 31	Diagrama de Pareto do Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Químico.....	60
Figura 32	Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Químico.....	60
Figura 33	Diagrama de Pareto do Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Químico.....	62
Figura 34	Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Químico.....	62
Figura 35	Diagrama de Pareto da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Químico.....	64
Figura 36	Gráfico Normal de Probabilidade da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Químico.....	64
Figura 37	Valores dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos no Planejamento Biológico durante 10 min de Processo.....	65

Figura 38	Valores Médios dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos no Planejamento Biológico.....	66
Figura 39	Valores dos Diâmetros de Sauter Estáticos no Planejamento Biológico.....	66
Figura 40	Valores das Alturas de Neblina de Microbolhas no Planejamento Biológico	66
Figura 41	Diagrama de Pareto da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Biológico.....	70
Figura 42	Gráfico Normal de Probabilidade da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Biológico.....	70
Figura 43	Perfil de Produção de Microbolhas do Ensaio 21 do Planejamento Biológico.....	71
Figura 44	Perfil de Produção de Microbolhas do Ensaio 24 do Planejamento Biológico.....	72
Figura 45	Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de 200 mg·L ⁻¹ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais.....	72
Figura 46	Médias dos Diâmetros de <i>Sauter</i> Dinâmicos sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de 200 mg·L ⁻¹ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais.....	73
Figura 47	Diâmetros de <i>Sauter</i> Estáticos sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de 200 mg·L ⁻¹ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais.....	73
Figura 48	Altura de Neblina de Microbolhas sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de 200 mg·L ⁻¹ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais.....	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Matriz dos Níveis do Planejamento Fatorial Fluidodinâmico.....	39
Tabela 2	Matriz dos Ensaios do Planejamento Fatorial Fluidodinâmico.....	40
Tabela 3	Matriz dos Níveis do Planejamento Fatorial Químico.....	41
Tabela 4	Matriz dos Ensaios do Planejamento Fatorial Químico.....	41
Tabela 5	Matriz dos Níveis do Planejamento Fatorial Biológico.....	42
Tabela 6	Matriz dos Ensaios do Planejamento Fatorial Biológico.....	43
Tabela 7	Tabela de Efeitos para o Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Fluidodinâmico.....	52
Tabela 8	Tabela de Efeitos para o Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Fluidodinâmico.....	54
Tabela 9	Tabela de Efeitos para a Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico.....	55
Tabela 10	Tabela de Efeitos para o Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Químico.....	59
Tabela 11	Tabela de Efeitos para o Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Químico.....	61
Tabela 12	Tabela de Efeitos para a Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Químico.....	63
Tabela 13	Tabela de Efeitos para o Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico do Planejamento Biológico.....	67
Tabela 14	Tabela de Efeitos para o Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático do Planejamento Biológico.....	68
Tabela 15	Tabela de Efeitos para a Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Biológico.....	69
Tabela 16	Dados Gerais dos Diâmetros de Sauter Dinâmicos para os Experimentos Realizados.....	75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANM	Altura de Neblina de Microbolhas
CMC	Concentração Micelar Crítica
DC	Delineamento Composto
DCCR	Delineamento Composto Central Rotacional
DFC	Delineamento de Faces Centradas
DSD	Diâmetro de <i>Sauter</i> Dinâmico
DSE	Diâmetro de <i>Sauter</i> Estático
FAD	Flotação por Ar Dissolvido
FAI	Flotação por Ar Induzido
LCD	<i>Liquid Crystal Display</i>
pH	Potencial Hidrogeniônico
TSI	Torre de Saturação Induzida
SDS	Dodecilsulfato de Sódio

LISTA DE SÍMBOLOS

Letras Latinas:

a_b	Aceleração da Bolha	$m \cdot s^{-2}$
D_{FCIG}	Diâmetro Fotográfico da Chumbada Imersa em Glicerina	mm
D_{FT}	Diâmetro Fotográfico do Tubo de Acrílico	mm
D_i	Diâmetro da Bolha	mm
D_{RC}	Diâmetro Real da Chumbada	mm
D_{RT}	Diâmetro Real do Tubo de Acrílico	mm
d_s	Diâmetro de <i>Sauter</i>	μm
D_{VCIG}	Diâmetro Virtual da Chumbada Imersa em Glicerina	mm
E_M	Força de Empuxo	N
F_P	Força Peso	N
F_R	Força Resultante	N
g	Aceleração Gravitacional	$m \cdot s^{-2}$
k	Número de Variáveis	Adimensional
m_b	Massa da Bolha	kg
n	Número de Mols	mol
P_e	Pressão Externa da Bolha	Pa
P_i	Pressão Interna da Bolha	Pa
R	Constante Universal dos Gases	$J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$
r_b	Raio da Bolha	mm
T_{ar}	Temperatura do Ar	K
v_∞	Velocidade Terminal da Bolha	$m \cdot s^{-1}$
V_b	Volume da Bolha	mm^3
x_i	Fração de Partículas	Adimensional

Letras Gregas:

α	Parâmetro de Refringência	Adimensional
γ	Tensão Superficial	$mN \cdot m^{-1}$
Θ	Parâmetro de Conversão entre a Foto e o Real	Adimensional
ρ_{ar}	Massa Específica do Ar	$kg \cdot m^{-3}$
μ_f	Viscosidade Dinâmica do Fluido	Pa \cdot s

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	OBJETIVO GERAL	17
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	17
2	REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1	A CONTAMINAÇÃO DA ÁGUA NO ÓLEO COMBUSTÍVEL.....	19
2.2	PROCESSOS DE SEPARAÇÃO ÁGUA/ÓLEO.....	19
2.3	SURFACTANTES E BIOSURFACTANTES.....	21
2.4	INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS NA PRODUÇÃO DE MICROBOLHAS.....	24
2.5	DIÂMETRO DE SAUTER.....	27
2.6	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS E OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS.....	28
3	MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1	CONSTRUÇÃO DE SISTEMA PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS.....	31
3.1.1	Etapa Hidráulica e de Medição da Vazão de Ar	31
3.1.2	Etapa Elétrica e de Programação	35
3.1.3	Etapa de Medição do Tamanho das Microbolhas	36
3.2	PLANEJAMENTOS FATORIAIS PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS.....	38
3.2.1	Planejamento Fatorial Fluidodinâmico	39
3.2.2	Planejamento Fatorial Químico	40
3.2.3	Planejamento Fatorial Biológico	42
3.3	APLICAÇÃO DE ÓLEO COM OS MELHORES RESULTADOS OBTIDOS DOS PLANEJAMENTOS FATORIAIS.....	43
3.4	DADOS GERAIS DO PROCESSO.....	44
3.5	OPERAÇÃO DA UNIDADE DE MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS.....	44
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1	CONSTRUÇÃO DE SISTEMA PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS.....	46
4.1.1	Etapa Hidráulica e de Medição da Vazão de Ar	46
4.1.2	Etapa Elétrica e de Programação	48
4.1.3	Etapa de Medição do Tamanho das Microbolhas	48

4.2	PLANEJAMENTOS FATORIAIS PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS.....	49
4.2.1	Planejamento Fatorial Fluidodinâmico.....	50
4.2.2	Planejamento Fatorial Químico.....	56
4.2.3	Planejamento Fatorial Biológico.....	65
4.3	APLICAÇÃO DE ÓLEO COM OS MELHORES RESULTADOS OBTIDOS DOS PLANEJAMENTOS FATORIAIS.....	72
4.4	DADOS GERAIS DO PROCESSO.....	74
5	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS.....	76
5.1	CONCLUSÕES.....	76
5.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	77
	REFERÊNCIAS.....	78
	APÊNDICE A – Código da Unidade de Produção de Microbolhas.....	82

1 INTRODUÇÃO

O despejo inadequado de efluentes com elevada concentração oleosa vem causando tanto a morte da biota em rios, lagos e mares, quanto a intoxicação dos seres humanos por esses compostos hidrofóbicos. Os sintomas em seres humanos podem ser anormalidades renais, hepáticas, pulmonares, reprodutivas e até genéticas, refletindo a importância de um tratamento eficiente da água para não permitir essa contaminação desenfreada. Ademais, pode-se até relacionar o elevado aumento de doenças psicológicas após o início da revolução industrial com um intenso despejo de contaminantes oleosos na água (RAMIREZ *et al.*, 2017).

Esta necessidade de tratamento da água oleosa pode ser solucionada, dependendo da concentração do óleo na água e sendo recomendada a utilização dos sistemas de decantação, centrifugação, hidrociclones e flotação. A variação da técnica a ser aplicada será conforme as condições iniciais da mistura água/óleo e do tempo necessário para haver esta separação. Um dos sistemas em estudo é a Torre de Saturação Induzida (TSI) por promover a mescla de especificidades nas diferentes técnicas de flotação como a Eletroflotação, a Flotação por Ar Dissolvido (FAD) e a Flotação por Ar Induzido (FAI) (IATI, 2017). Este sistema utiliza a ação de microbolhas para a colisão e a agregação com contaminantes oleosos, tendendo à separação das frações diluídas do óleo na água. Além da elevada produção de microbolhas, a eficiência desse sistema de flotação é cabível pela ação sinérgica entre a pressurização induzida das microbolhas, a verticalização do sistema, a progressiva remoção em série do óleo e a utilização dos surfactantes, agentes intensificadores do processo de remoção (YU; HAN; HE, 2017).

A capacidade de agregação a compostos hidrofóbicos e hidrofílicos permite aos surfactantes e aos biossurfactantes a aplicabilidade na remoção de poluentes oleosos em processos de flotação, auxiliando na manutenção do tamanho das microbolhas e na remoção do óleo, diferenciando os biossurfactantes dos surfactantes pela elevada biodegradabilidade e baixa toxicidade desses biocompostos. A variação do potencial hidrogeniônico dos surfactantes/biossurfactantes é fundamental em uma análise adequada da variação do tamanho e da velocidade das microbolhas, pois a alteração da carga elétrica promove mudanças na polaridade, refletindo alterações significativas nas propriedades fundamentais desses compostos anfipáticos: as tensões superficial e interfacial. Essas flutuações na polaridade permitem uma maior ou menor atração das microbolhas com as

gotículas de óleo, sendo, portanto, necessárias em uma correta investigação do fenômeno (SANTOS DA SILVA *et al.*, 2015).

A manutenção do tamanho das microbolhas também é um parâmetro essencial na eficiência de remoção de óleo em água, sendo importante perceber qual é a variação da concentração dos surfactantes, da vazão de microbolhas e do potencial hidrogeniônico para que seja possível alcançar condições ideais de remoção de óleo (WANG *et al.*, 2015).

O planejamento de experimentos, enquadrado na linha de Modelagem, Simulação e Controle de Processos, merece uma atenção especial por ser a ferramenta adequada para evitar o delongado e tedioso processo de “tentativa-e-erro”. O bom senso e as experiências nos experimentos levam o pesquisador ao encontro dos primeiros passos para a identificação dos efeitos mais influentes no processo, necessitando apenas de um conhecimento estatístico para a fundamentação das ideias (CALLAO, 2014).

As ferramentas para aplicar as microbolhas de modo uniforme precisam estar alinhadas para que qualquer alteração no tamanho das microbolhas possa ser justificada pela teoria ou pelos experimentos. Logo, é importante analisar os resultados obtidos nos planejamentos experimentais a fim de estabelecer sob que condições as microbolhas podem ser produzidas.

1.1 OBJETIVO GERAL

Determinar as melhores condições operacionais de produção de microbolhas, utilizando surfactantes como agentes coadjuvantes e visando à aplicação na flotação de água oleosa.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Construir um protótipo de medição de microbolhas por fotografia.
- Avaliar a influência da vazão de líquido e da vazão de ar no processo de produção de microbolhas através de um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR).
- Avaliar a influência da vazão de líquido, da vazão de ar, do potencial hidrogeniônico (pH) e de um surfactante sintético e um biosurfactante como coletores no processo de produção de microbolhas através de um Delineamento Composto Central Rotacional.
- Medir como parâmetros de resposta as variáveis: Diâmetro de *Sauter* Dinâmico, Diâmetro de *Sauter* Estático e Altura de Neblina de Microbolhas.

- Comparar as melhores condições obtidas nos Planejamentos Fatoriais com experimentos nas semelhantes condições operacionais e em presença de óleo.

2 REVISÃO DE LITERATURA

A problemática da água oleosa apresenta diversas tratativas e as bases para a solução dos imbróglios encontram-se desde a origem do problema até as ferramentas plausíveis para solucioná-lo.

2.1 A CONTAMINAÇÃO DA ÁGUA NO ÓLEO COMBUSTÍVEL

O óleo combustível, derivado do petróleo, tem aplicabilidades no aquecimento de fornos e caldeiras para geração de energia térmica nas indústrias. O óleo combustível pode ser classificado em (BRASIL, 2017):

- OCA1 – elevado teor de enxofre e baixo limite de viscosidade.
- OCA2 – elevado teor de enxofre e elevado limite de viscosidade.
- OCB1 – baixo teor de enxofre e baixo limite de viscosidade.
- OCB2 – baixo teor de enxofre e elevado limite de viscosidade.
- OC3 – teor de enxofre e limite de viscosidade acima do permitido.

Este óleo, ao ser aquecido, reduz a viscosidade e apresenta uma tendência a agregar compostos hidrofílicos e outras substâncias inorgânicas à medida que percorre as tubulações industriais. Um óleo contaminado com água apresenta uma redução na eficiência para a geração de energia, pois, além de ser um contaminante, a água é também o resultado da combustão do óleo, retardando a reação química entre o óleo e o gás oxigênio para formar gás carbônico e água. Logo, um excesso de água no óleo dificulta a geração de energia térmica, formando as denominadas borras de óleo (AWAD *et al.*, 2017).

Os métodos para resolver esse problema de contaminação são: o uso de um óleo com uma elevada qualidade, aumentando os custos de aquisição; a manutenção do sistema de queimadores para evitar contaminações por água e substâncias inorgânicas e a aplicação de processos de separação eficientes da mistura água/óleo.

2.2 PROCESSOS DE SEPARAÇÃO ÁGUA/ÓLEO

Cada processo de separação de mistura água/óleo é fundamentado em princípios físicos simples para alcançar a maior eficiência possível de remoção. Normalmente, as frações de óleo dispersas na água precisam ser unidas para formar uma coalescência (MAZUMDAR; JAMMORIA; ROY, 2017). Entre os diversos métodos de separação de

água/óleo, existem os processos de decantação, centrifugação, remoção por hidrociclone e flotação.

A decantação e a centrifugação são processos para uma separação de óleo, onde a proporção entre a água e o óleo tende a se aproximar da igualdade. A diferença entre os processos é o tempo de estabilização entre as fases hidrofílica e hidrofóbica, sendo este bem menor para a decantação em relação à centrifugação. As desvantagens da centrifugação são os riscos de ocorrer um acidente, o gasto energético da máquina e a manutenção do equipamento. Logo, os processos de remoção de óleo por decantação e centrifugação são mais grosseiros (LEONE *et al.*, 2015).

A remoção por hidrociclone é um processo mais refinado, porque separa instantaneamente as partículas hidrofóbicas das hidrofílicas através da força centrífuga aplicada no equipamento. O grande problema do hidrociclone é que a separação não é uniforme, pois as gotículas de óleo podem apresentar diferenças entre as massas específicas diante de uma maior ou menor solubilização em água (LIU *et al.*, 2017).

Uma gotícula de óleo solubilizada em água tem geralmente três divisões: uma camada interna mais concentrada e estável em íons negativos; uma camada intermediária, denominada de camada de *Stern*, com uma menor concentração de carga negativa, e uma camada Difusa, indicando a transição entre a gotícula de óleo para o meio aquoso. A união entre as camadas de *Stern* e Difusa configura a Dupla Camada Elétrica do óleo, cuja função é apresentar um comportamento repulsivo entre gotículas de óleo com similares cargas elétricas (JÚNIOR, 2015).

O processo de flotação também tem a função de refino, como na remoção por hidrociclones, porém permite que o óleo solubilizado em água apresente uma maior variação da massa específica sem uma elevada perda de eficiência na remoção do óleo. Esse processo ocorre a partir de uma desestabilização da Dupla Camada Elétrica, favorecendo uma compactação das gotículas de óleo, fenômeno conhecido como coagulação. Em seguida, através do fenômeno da floculação, normalmente por aplicação de microbolhas, os coágulos formados coalescem e são separados (SATHTHASIVAM; LOGANATHAN; SARP, 2016).

Os mecanismos de coagulação e floculação com microbolhas desenvolvidos e em desenvolvimento, definem as técnicas de separação por flotação, muito utilizadas nas indústrias. Entre as técnicas de flotação, encontram-se: a Eletroflotação, a Flotação por Ar Dissolvido (FAD), a Flotação por Ar Induzido (FAI) e a Torre de Saturação Induzida (TSI) (JÚNIOR, 2015).

A Eletroflotação é a separação com microbolhas a partir da eletrólise na mistura água/óleo. Esse processo, apesar de produzir microbolhas entre 10 e 40 μm , ocorre com uma velocidade de formação de microbolhas muito baixa (KYZAS; MATIS, 2016).

Na Flotação por Ar Dissolvido, as microbolhas são formadas pelo mecanismo de pressurização de água e ar em bombas pelo processo de cavitação. Normalmente, o tamanho de bolha é entre 20 e 100 μm (ETCHEPARE *et al.*, 2017).

Na Flotação por Ar Induzido, as microbolhas, com faixa de tamanho entre 50 e 1500 μm , são geradas pela inclusão de um dispersor de ar no sistema, cuja função é definir um tamanho mínimo de saída de microbolhas (PAINMANAKUL *et al.*, 2010).

A Torre de Saturação Induzida (IATI, 2017) foi desenvolvida em base às vantagens das Flotações por Ar Dissolvido e Induzido, além de agregar coagulantes químicos ou bioquímicos como surfactantes e biossurfactantes para aproximar-se dos tamanhos de bolha verificados na eletroflotação. Ademais, uma outra vantagem do processo TSI é a divisão em série da separação, favorecendo o acompanhamento da eficiência da remoção de óleo até alcançar a concentração de 20 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (BRASIL, 2011). Logo, é o processo mais indicado para testar a separação água/óleo.

2.3 SURFACTANTES E BIOSSURFACTANTES

A pequena solubilidade do óleo em água pode ser atenuada por meio dos processos de separação. Há, no entanto, limitações para ocorrer a máxima separação entre o óleo e a água, necessitando a aplicação de agentes intensificadores para proporcionar uma remoção de óleo aceitável. Os surfactantes e os biossurfactantes são moléculas capazes de agregarem-se tanto a compostos hidrofóbicos, quanto a compostos hidrofílicos, conferindo a característica anfifílica ou anfipática a essas moléculas, denominadas de lamelas. Essa bipartição reflete uma propriedade apolar em uma região, normalmente, alifática da molécula e uma polarização de uma segunda região molecular, onde existe uma classificação para os surfactantes/biossurfactantes diante da carga elétrica deste segmento polar (VARJANI; UPASANI, 2017). Logo, esses compostos alifáticos podem ser divididos em: catiônicos, por apresentarem uma carga positiva; aniônicos, por apresentarem uma carga negativa; não-iônicos por não disporem de cargas elétricas positivas ou negativas e anfotéricas ou *zwitteriônicos* por variarem a carga elétrica a depender do meio em que estão inseridos. Na Figura 1, pode-se perceber claramente uma representação da diferença entre os segmentos hidrofílico e hidrofóbico (ALMEIDA *et al.*, 2016).

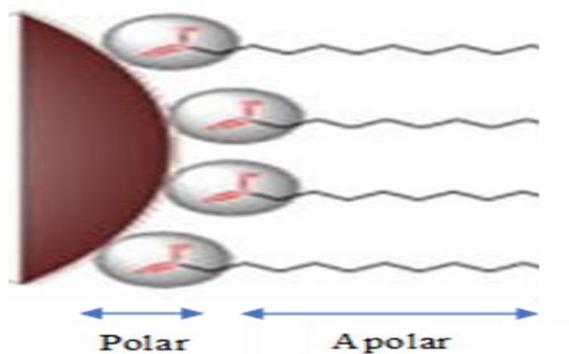


Figura 1 – Identificação dos Segmentos Polar e Apolar dos Surfactantes e Biossurfactantes
Adaptado de Lenin&Joy (2017)

Quando as lamelas começam a ser inseridas em um meio heterogêneo líquido, como óleo em água, as polaridades semelhantes irão se combinar. A quantidade de óleo solubilizada em água irá ser atraída pelo segmento apolar dos surfactantes/biossurfactantes, formando, geralmente, um conjunto tridimensional esférico denominado de micela, conforme pode ser visualizado na Figura 2. O momento em que as lamelas, inicialmente dispersas no meio, são combinadas neste arranjo micelar é o momento da formação da Concentração Micelar Crítica (CMC) (OTZEN, 2017).

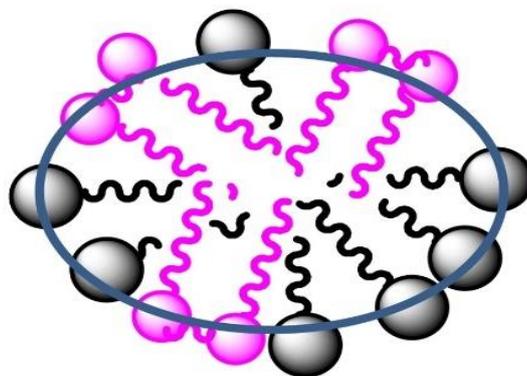


Figura 2 – Estrutura Micelar com mais de um Tipo de Surfactante
Adaptado de Saavedra *et al.* (2017)

O complexo entre óleo e surfactante ou biossurfactante é, então, um envoltório que protege o óleo de dispersar-se no meio, apesar desses compostos anfífilicos atuarem também como dispersores de óleo, o qual é um processo mais instável, em relação à agregação. Quando o óleo é protegido pelo arranjo micelar, significa dizer que as forças de repulsão entre água e óleo serão intensificadas, isto é, haverá um aumento entre a tensão interfacial entre o óleo e a água. Quando as forças de repulsão relacionam um

composto líquido e o ar, é dada a nomenclatura de tensão superficial, sendo esta basicamente a diferença de terminologia. As duas tensões, no entanto, referem-se à maior ou à menor repulsão entre as fases (MILLER; AKSENENKO; FAINER, 2017).

Se o inverso acontece, ou seja, uma gotícula de água está presente no óleo e é rodeada pelo arranjo micelar, as fortes Pontes de Hidrogênio são enfraquecidas pela presença dos surfactantes ou dos biossurfactantes, causando uma redução da tensão interfacial. Por este motivo, os surfactantes e os biossurfactantes são também denominados de tensoativos, pois são capazes de tanto de fortalecer, quanto de enfraquecer as ligações intermoleculares (SINZATO; DIAS; CUNHA, 2017). Esta redução da tensão interfacial no meio é limitada, conforme pode ser visualizada na Figura 3. Quando é alcançada a CMC, não importa a quantidade do similar tensoativo aplicada, porque a tensão não será mais reduzida. Este experimento pode ser explicado pela teoria de misturas, em que uma propriedade intensiva final será a combinação do somatório do produto entre as propriedades intensiva e extensiva iniciais, ou seja, um meio termo entre as forças de repulsão da água e do tensoativo (FAINERMAN *et al.*, 2016). As explicações de mudança da tensão interfacial são necessárias para entender a razão pela qual é preferível utilizar uma grande quantidade de água nos processos de flotação, pois haverá a maior probabilidade do fortalecimento de tensão interfacial do óleo, do que o enfraquecimento da tensão interfacial da água, haja vista a maior estabilidade de formação micelar nas poucas gotículas de óleo solubilizadas.

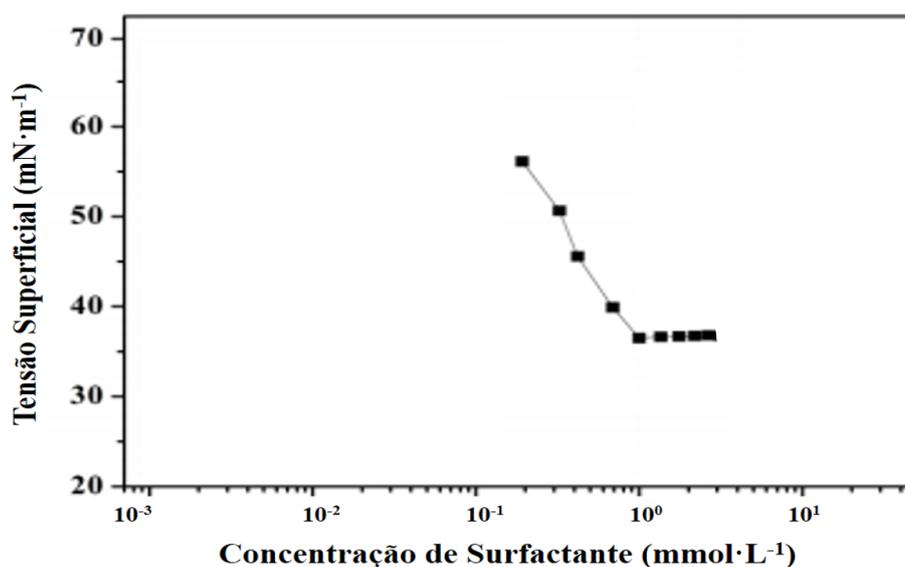


Figura 3 – Comparação entre as Tensões Superficiais e as Concentrações de Surfactante

Adaptado de Wang *et al.* (2017)

Os surfactantes não apenas diferenciam-se dos biossurfactantes porque aqueles são produzidos a partir de mecanismos químicos de reação, todavia os compostos biossintetizados apresentam uma elevada biodegradabilidade e uma pequena toxicidade para o meio (SOARES DA SILVA *et al.*, 2017).

Com a finalidade de ratificar essa importância dos biossurfactantes, pode-se examinar o acidente da plataforma *Deepwater Horizon*, ocorrido em 2010, quando houve o derramamento de cerca de 800 milhões de litros de petróleo no Golfo do México. Após várias tentativas desordenadas de remediação com surfactantes, foi verificado o aumento da toxicidade no ambiente marinho, indicando como os surfactantes podem ser tóxicos (FROMETA *et al.*, 2017).

2.4 INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS NA PRODUÇÃO DE MICROBOLHAS

De acordo com o Diagrama de Forças de uma única bolha de ar em diâmetro milimétrico diluída em água, pelo menos três forças podem ser empregadas: uma Força Peso (F_P) decorrente da massa da bolha de ar, uma força reacionária ao peso que é o Empuxo (E_M) e uma força que retarda a ascensão da bolha, denominada de Arraste. Inicialmente, a Força Peso, dada pela Equação 1, é definida como o produto da massa da bolha (m_b) com a aceleração gravitacional (g), em que a massa da bolha, dada pela Equação 2, pode ser expressa pela equação em termos da massa específica do ar (ρ_{ar}) e do volume da bolha (V_b). Esse volume é dado pela Equação 3, expressa pelo raio da bolha (r_b), considerada esférica. A combinação das Equações 1, 2 e 3 resulta na Equação 4.

$$F_P = m_b \cdot g \quad (1)$$

$$m_b = \rho_{ar} \cdot V_b \quad (2)$$

$$V_b = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_b^3 \quad (3)$$

$$F_P = \frac{4}{3} \cdot \rho_{ar} \cdot g \cdot \pi \cdot r_b^3 \quad (4)$$

A Força de Empuxo, dada pela Equação 5, apresenta o similar processo de dedução da Força Peso, diferenciando-se pela substituição da massa específica ar pelo fluido (ρ_f) ao qual a bolha está inserida. A substituição da Equação 3 na Equação 5 resulta na equação 6.

$$E_M = \rho_f \cdot V_b \cdot g \quad (5)$$

$$E_M = \frac{4}{3} \cdot \rho_f \cdot g \cdot \pi \cdot r_b^3 \quad (6)$$

A Força de Arraste pode variar dependendo do número de Reynolds. Se este Reynolds for menor do que 1, o teorema de *Stokes* dado pela Equação 7, relaciona a Força de Arraste com a viscosidade dinâmica do fluido (μ_f), o raio da bolha (r_b) e a velocidade terminal (v_∞), a qual representa a velocidade máxima e constante da bolha no fluido (BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002).

$$F_A = 6 \cdot \pi \cdot \mu \cdot r_b \cdot v_\infty \quad (7)$$

O somatório vetorial das forças: Peso, de Empuxo e de Arraste resulta na Força Resultante (F_R), dada pela Equação 8. Outrossim, a Força Resultante também pode ser relacionada com a multiplicação da massa da bolha pela aceleração da bolha (a_b), como observado na Equação 9. Como, neste caso, admite-se uma velocidade constante, a aceleração da bolha, dada pelo quociente da variação da velocidade (∂v) pela variação do tempo (∂t) é nula. Logo, a Força Resultante também é anulada e pode-se reescrever a Equação 8 em 10 substituindo-se as Equações 4, 6, 7 e 9 (BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002).

$$F_R = E_M - F_P - F_A \quad (8)$$

$$F_R = m_b \cdot a_b \quad (9)$$

$$0 = \frac{4}{3} \cdot \rho_f \cdot g \cdot \pi \cdot r_b^3 - \frac{4}{3} \cdot \rho_{ar} \cdot g \cdot \pi \cdot r_b^3 - 6 \cdot \pi \cdot \mu \cdot r_b \cdot v_\infty \quad (10)$$

O intuito em reescrever as equações é isolar a velocidade terminal dada pela Equação 11. Portanto, em um regime permanente e laminar, com um sistema diluído e isotérmico, a velocidade terminal depende, então, diretamente do quadrado do raio. Quanto maior o raio, maior a velocidade da bolha, ou seja, uma menor probabilidade de colisão com e adesão a eventuais partículas laterais. O contrário também é válido: quanto menor for o raio, menor será a velocidade da bolha, significando uma maior probabilidade de colisão com e adesão a eventuais partículas laterais (BIRD; STEWART; LIGHTFOOT, 2002).

$$v_\infty = 2 \cdot g \cdot r_b^2 \cdot (\rho_f - \rho_{ar}) \cdot (9 \cdot \mu)^{-1} \quad (11)$$

No caso de uma remoção de óleo na água através de microbolhas, a velocidade não pode ser tão grande devido a dois fatores. O primeiro é um aumento do raio da microbolha, tornando-a uma bolha comum e reduzindo a eficiência de remoção e o segundo significa uma velocidade tão elevada que não haveria tempo suficiente para formarem-se as interações intermoleculares, ou seja, o complexo óleo-bolha não poderia ser formado. Ademais, em uma velocidade muito baixa diante de um pequeno raio, talvez a microbolha não tenha uma força de empuxo suficiente para arrastar as gotículas de óleo presentes na água (HANOTU *et al.*, 2013).

Em ambos os casos, ainda pode existir a atração por partículas mais densas, causando por exemplo o efeito de parede. Se uma microbolha é lançada em uma tubulação muito fina, as paredes ao redor certamente irão atrai-la e fixá-la. À medida que outras microbolhas vão sendo lançadas, camadas de microbolhas podem se formar e dificultar uma estimativa da velocidade das microbolhas, além de atrapalhar a passagem de outras microbolhas (KITAGAWA; DENISSENKO; MURAI, 2017).

Entre outros fatores que alteram a velocidade de uma bolha ascendente, existem a pressão, a temperatura e a presença de outros componentes, alterando, por exemplo, o potencial hidrogeniônico (pH) e a tensão superficial do meio. A pressão interna de uma bolha (P_i), a partir de um tamanho micrométrico, é normalmente fundamentada pela equação de *Young-Laplace*, onde esta pressão é dada pela soma da pressão externa (fora da bolha, P_e) e do quociente entre o dobro da tensão superficial (γ) e o raio da bolha (r_b), conforme pode ser visualizado pela Equação 12. À medida que uma bolha ascende em um meio aquoso, o ar dissolvido no meio colide contra a bolha e há a coalescência. Esta união proporciona o aumento do raio (consequentemente da velocidade também) e a redução da pressão, atendendo ao modelo do gás ideal, dado pela Equação 13 dos gases ideais, e relacionando o volume da bolha (V_b), o número de mols (n), a constante universal dos gases (R) e a temperatura do ar (T_{ar}) (VAF AEI; BORCA-TASCIUC; WEN, 2014).

$$P_i = P_e + 2 \cdot \gamma \cdot (r_b)^{-1} \quad (12)$$

$$P_i \cdot V_b = n_{ar} \cdot R \cdot T_{ar} \quad (13)$$

A partir dessas relações, pode-se perceber a importância da manutenção da temperatura para evitar as variações do tamanho do raio da bolha, porque uma elevada variação da temperatura pode contribuir com as flutuações na pressão interna e no volume da bolha. Ademais, a tensão superficial entre a bolha e o meio não pode ser reduzida ao

ponto da pressão interna se igualar à pressão externa, pois causaria o rompimento do envoltório e o desaparecimento da bolha. Agentes químicos como surfactantes ou bioquímicos como biosurfactantes proporcionam a redução da tensão superficial. Logo, um controle dessa concentração de surfactante no meio deve ser também estabelecido com a finalidade de não reduzir em demasia a tensão superficial (SUMMERTON *et al.*, 2017).

Uma atenção a um fenômeno dos surfactantes e dos biosurfactantes deve-se ao limite mínimo de tensão superficial. Quando o meio encontra-se na Concentração Micelar Crítica (CMC), a tensão superficial não pode ser reduzida apenas aumentando a concentração destes compostos anfipáticos, porque é o momento em que as lamelas em excesso começaram a formar a estrutura micelar, seja entre si, ou seja com outros componentes. Logo, deve-se encontrar a concentração ideal de surfactante ou de biosurfactante para a manutenção da tensão superficial (ALMEIDA *et al.*, 2016).

Se a adição de compostos surfactantes reduz a tensão superficial, não haveria a intenção de aplicá-los na produção de microbolhas. As respostas para esse problema estão na finalidade de produção das microbolhas e na carga elétrica dos surfactantes. Se as microbolhas são produzidas com o intuito de remover o óleo, os surfactantes funcionarão como um adesivo, intensificando a atração por forças intermoleculares entre a microbolha e óleo. Além da maior adesão, as lamelas dos surfactantes tendem a se encaixar entre as moléculas de água que formam o envoltório da microbolha pela fração apolar da molécula, combinando com a semelhante polaridade do ar. No momento em que as microbolhas passam a ser rodeadas por lamelas de surfactantes, há a formação de uma proteção por cargas elétricas, ou seja, à medida que outra bolha com semelhante estrutura micelar aproxima-se, existirá a repulsão por semelhante carga elétrica, porquanto impedindo a coalescência entre e mantendo o tamanho de microbolhas. O controle do potencial hidrogeniônico, pois, é essencial em qualquer processo por separação com microbolhas tanto pelas razões de aumento de eficiência de remoção de óleo, quanto pela manutenção do tamanho da microbolha (SATHTHASIVAM; LOGANATHAN; SARP, 2016).

Em razão dos fatores citados e da possibilidade do controle de processo, uma investigação das variações de concentração de surfactante, potencial hidrogeniônico e vazão de líquido e vazão de ar pode ser realizada.

2.5 DIÂMETRO DE SAUTER

Na caracterização de partículas, uma das formas mais utilizadas na determinação do diâmetro médio é o Diâmetro de *Sauter* (d_s), por combinar a fração das partículas (x_i) com cada diâmetro (D_i) (CREMASCO, 2012). Na medição de microbolhas, com frequência aparece o diâmetro de *Sauter*, expresso pela Equação 14, para indicar uma média dos diâmetros (HERNANDEZ-ALVARADO *et al.*, 2017).

$$d_s = \left(\sum_{i=1}^n (x_i \cdot D_i^{-1}) \right)^{-1} \quad (14)$$

2.6 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS E OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS

O desenvolvimento tecnológico na estatística promoveu um abandono dos arcaicos métodos de “tentativa e erro” no campo da engenharia. Se um problema precisa ser resolvido, deve-se atestar a veracidade da solução com a menor quantidade de experimentos possível, desde que não haja a perda de informações essenciais na seleção de condições ótimas do processo (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010).

Nesse sentido, no estudo de Planejamentos Fatoriais, a primeira ideia, portanto, é realizar uma seleção de variáveis independentes a serem trabalhadas no processo, utilizando para essa escolha dois pontos fundamentais: o bom senso e a experiência de trabalhos passados. Por exemplo, um pesquisador não vai começar a testar a ação de um catalisador em uma temperatura de 0 K, ou seja, no zero absoluto. É preciso fazer os testes em temperatura ambiente para depois variar as condições desejadas. Não significa que nunca será possível aplicar um catalisador a esta temperatura, mas os conceitos de instabilidade, de custo e de reatividade dificultam esta aplicação, reforçando o balanço entre o bom senso e a experiência. Logo, é preciso ter conhecimento prático de um processo (RODRIGUES; IEMMA, 2009).

As variáveis independentes são geralmente padronizadas para códigos numéricos com a finalidade de diminuir os erros existentes entre os elevados e os baixos valores de distintas variáveis independentes. Uma concentração microbiana pode apresentar a ordem de 10^8 células por mililitro, enquanto que a temperatura estudada em uma fermentação pode não alcançar 30°C . Esta é a explicação pela qual é necessária a codificação das variáveis independentes, transformando-as em níveis, os quais apresentam os valores normalmente de -1, 0 e +1 (CANDIOTI *et al.*, 2014).

Em segunda instância, é preciso escolher um número de variáveis dependentes para verificar como a mudança da combinação de variáveis independentes terá o efeito

nas variáveis dependentes. A partir destas seleções, o número de ensaios realizados nunca será a combinação de todos os valores das variáveis dependentes selecionadas, porque o planejamento busca essa redução do número de experimentos. Então, vários modelos estatísticos podem ser empregados adequadamente em função do que se deseja estudar. Entre os planejamentos dos fatores (fatoriais) que possibilitam estudar essa combinação de efeitos, existem: o Fracionário, o Delineamento Composto (DC), o Delineamento de Faces Centradas (DFC), o Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) e o *Plackett-Burman* (RODRIGUES; IEMMA, 2009).

O planejamento Fracionário e o planejamento *Plackett-Burman* são utilizados com o princípio da triagem de variáveis, isto é, a análise dos efeitos, a qual é denominada de análise dos contrastes, para a seleção das variáveis mais importantes. É relevante citar que esses planejamentos apresentam alguns padrões de confundimento, porque não são planejamentos completos, são frações destes planejamentos completos. Logo, alguns contrastes de segunda ordem podem ser confundidos com contrastes de terceira ordem, indicando as limitações desse modo de planejamento (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010).

Os Delineamentos Compostos de Faces Centradas e Central Rotacional são extremamente utilizados quando há a necessidade de modelar algum processo por entender que as variáveis independentes selecionadas já são suficientes para explicar o processo, necessitando apenas entender sob quais efeitos há um determinado comportamento. O Delineamento Composto apresenta os experimentos com variações entre todos os níveis axiais (-1 e +1), seguido dos pontos centrais 0 (repetidos 3 vezes); o Delineamento de Faces Centradas apresenta, além do Delineamento Composto, as combinações entre os pontos axiais e os pontos centrais e o Delineamento Composto Central Rotacional apresenta, além do Delineamento Composto, as combinações entre os denominados pontos cúbicos ($\pm 2^{k/4}$, sendo k o número de variáveis) e os pontos centrais, totalizando 5 níveis (CANDIOTI *et al.*, 2014).

Um único planejamento não é o bastante para determinar as condições ótimas (otimização) de um processo, até porque os imprevistos inicialmente citados podem aparecer em outras situações mais refinadas. Se um gráfico entre o seno de uma grandeza x e uma grandeza x for plotado e avaliado apenas a cada passo de 360°, a imagem vista no gráfico vai sempre parecer uma reta, quando apresenta, na verdade, grandes oscilações. A mesma exemplificação é válida para uma simulação de processo: se a malha não for refinada o suficiente, algumas oscilações podem aparecer, impedindo a clara

determinação dos erros. Logo, alguns planejamentos devem ser realizados para confirmar a eficiência do modelo (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010).

Em qualquer planejamento de experimentos, no entanto, deve-se explicar como o efeito apresentado para uma determinada grandeza é compatível com as teorias existentes, indicando as razões pelas quais o comportamento estatístico aproxima-se das ideias dos pesquisadores. É inviável, pois, realizar uma série de ensaios sem a fundamentação teórica adequada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A necessidade da medição dos diâmetros das microbolhas surgiu da concepção de como os parâmetros no processo podem afetar não apenas o diâmetro destas microbolhas, como também uma remoção de óleo eficiente, dependendo do flotador a ser empregado. Logo, para uma investigação do tamanho das bolhas indispensável para um processo de flotação, foi necessário conceber um sistema para medi-las.

3.1 CONSTRUÇÃO DE SISTEMA PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS

O sistema de medição de microbolhas, denominado de Unidade de Medição de Microbolhas, foi constituído por 3 etapas: 1) hidráulica e medição da vazão de ar; 2) elétrica e de programação e 3) medição do tamanho das microbolhas.

3.1.1 Etapa Hidráulica e de Medição da Vazão de Ar

No sistema hidráulico, os seguintes componentes principais foram adquiridos e montados:

- uma bomba de 1 hp de potência;
- um manômetro de 0 a 100 kgf·cm⁻²;
- o Tanque de Medição das Microbolhas (180 L), visualizadas as dimensões na Figura 4;

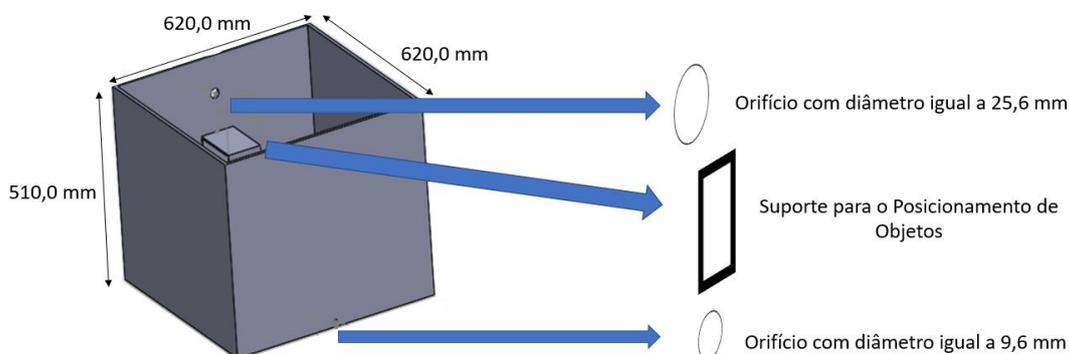


Figura 4 – Esquema de Tanque de Medição das Microbolhas

- uma válvula esfera para o controle do fluxo de líquido;
- um sensor de fluxo de líquido;
- uma válvula gaveta e
- uma válvula agulha.

Na medição da vazão de ar, encontrou-se a dificuldade de mensurar pequenas quantidades de ar no sistema, necessitando construir um instrumento para a medição da vazão de ar, pois os rotâmetros existentes são caros, apresentam uma grande variação e, muitas vezes, o limite mínimo de medição já é alto para o que o processo exige. Nesse sentido, um medidor de ar foi construído utilizando:

- duas válvulas de retenção;
- um tubo de acrílico 25 mm;
- uma mangueira cristal;
- uma fita métrica de 1,0 m;
- um compartimento fechado para água;
- 100 mL de glicerina (95%) e
- duas válvulas agulha para o controle do fluxo de ar.

Na esquematização do processo de medição da vazão de ar, visualizada na Figura 5, a pressão negativa exercida pela bomba succiona o líquido (Fluxo “A”) do Tanque de Medição de Microbolhas em maior quantidade e uma pequena fração de ar do ambiente adentra (Fluxo “B1”) por uma válvula de retenção, passa por uma coluna de glicerina (95%), onde assume uma forma esférica, atravessa duas válvulas agulhas para a redução da vazão de ar e uma válvula de retenção para evitar a passagem do líquido. A glicerina foi escolhida por apresentar uma ausência de coloração, uma massa específica de $1260 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ e uma viscosidade de 1,49 cP a 20°C , garantindo bolhas esféricas para serem medidas. A mistura dos dois fluxos “A” e “B1”, fluxo “C”, é direcionada para o processo de produção de microbolhas (IATI, 2016). Paralelamente ao fluxo “B1”, o fluxo “B2” assume a função de um medidor de pressão, em cmH_2O , sem ter contato com a tubulação de glicerina e sendo conectado a um compartimento fechado com água. Logo, quando a bomba é ligada, um certo volume acumulado de bolhas esféricas passa ao longo do tempo, ou seja, a vazão de ar é determinada e esta vazão é comparada com a altura deslocada de água desde o compartimento até a estabilização do nível na mangueira cristal, com a finalidade de se ter uma medida *online* da vazão de ar.

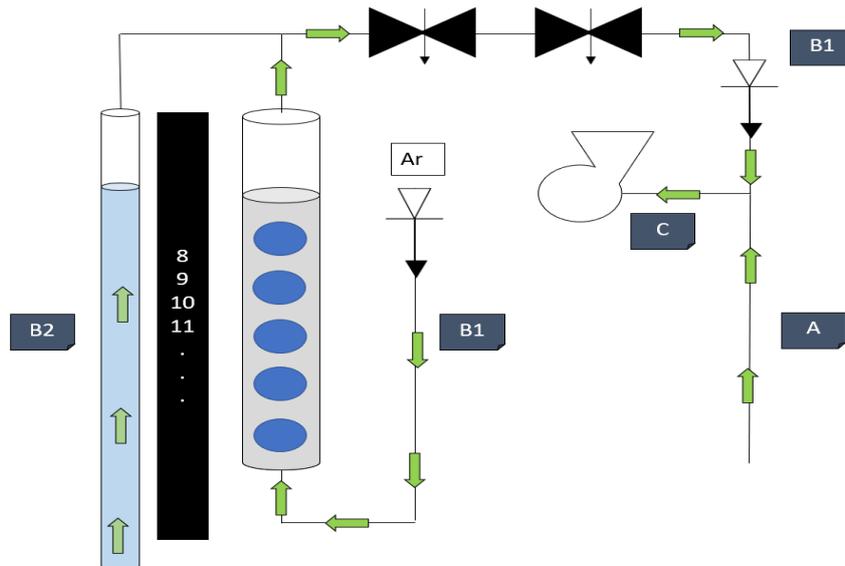


Figura 5 – Representação do instrumento construído para a medição de vazão de ar com os fluxos: “A” para o líquido do processo, “B1” para o ar, “B2 para água e “C” para a mistura do líquido do processo com o ar

O medidor de vazão de ar, ao ser construído, foi submetido a diferentes fluxos para determinação dos limites de medição de ar. A imersão, no entanto, de qualquer matéria em meios diferentes proporciona um fenômeno conhecido como refração, isto é, a passagem da luz através do meio em velocidades diferentes, causando uma ampliação ou uma redução da imagem do objeto, vista por um observador. Portanto, a bolha de ar dentro do tubo com glicerina aparentava ter um diâmetro maior do que o observado por fora da tubulação e necessitava de um fator de correção.

Um dióptro é um sistema onde existem duas fases transparentes e com diferentes refrações, ou seja, distintas permissividades à passagem de luz. Nesse sentido, foi colocada uma chumbada do tipo oliva, observada na Figura 6, para determinar o grau de aumento das bolhas passantes na tubulação de acrílico do medidor de vazão de ar, garantindo a veracidade da determinação do tamanho das bolhas.



Figura 6 - Chumbada utilizada para medição do fator de correção

A partir das medidas efetuadas com paquímetro digital do Diâmetro Real do Tubo de Acrílico ($D_{RT} = 2,50$ cm), do Diâmetro Fotográfico do Tubo de Acrílico (D_{FT}), do Diâmetro Fotográfico da Chumbada Imersa em Glicerina (D_{FCIG}), do Diâmetro Virtual da Chumbada Imersa em Glicerina (D_{VCIG}) e do Diâmetro Real da Chumbada ($D_{RC} = 1,16$ cm) e das 3 fotografias retiradas da chumbada, foram calculados o Parâmetro de Conversão entre a Foto e o Real (θ) através da Equação 15, da Equação 16 e do Parâmetro de Refringência (α) através da Equação 17, o qual é ampliação da imagem em um meio transparente com uma velocidade da luz menor. Todas as fotografias deste experimento foram registradas por uma câmera *SONY NEX-5R*.

$$\theta = \frac{D_{FT}}{D_{RT}} \quad (15)$$

$$\theta = \frac{D_{FCIG}}{D_{VCIG}} \quad (16)$$

$$\alpha = \frac{D_{VCIG}}{D_{RC}} \quad (17)$$

As imagens fotografadas foram analisadas no software *Microsoft Office Power Point* para medição dos diâmetros descritos.

A partir do Parâmetro de Refringência α definido, os limites de medição de vazão de ar foram testados, alterando as vazões de ar e filmando 30 s da passagem. À medida que uma nova bolha passava por um marcador preto, conforme observa-se na Figura 7, um novo diâmetro era obtido e a medição da bolha fotografada era efetuada por um marcador azul. Os diâmetros reais obtidos foram transformados em volumes, segundo a Equação 3 e considerando bolhas perfeitamente esféricas. Estes volumes foram somados, volume acumulado, e comparados com os tempos para obter um gráfico Vazão de Ar ($L \cdot h^{-1}$) x Tempo (s). Todas as 6 filmagens foram realizadas por uma câmera *SONY NEX-5R*.



Figura 7 - Exemplo de Medição das Bolhas no Medidor de Vazão de Ar

Os limites das vazões de ar definidos possibilitaram a comparação com o sensor de pressão instalado ao lado da coluna de bolhas. Logo, 6 experimentos foram realizados para a filmagem da vazão de ar, de semelhante modo ao explicado pela Figura 5, e concomitantemente medida a diferença de pressão para realizar uma comparação gráfica entre a Vazão de Ar ($L \cdot h^{-1}$) e a Variação de Pressão (cmH_2O).

3.1.2 Etapa Elétrica e de Programação

Após a montagem do sistema hidráulico e do sistema de medição de vazão de ar, um sistema elétrico foi desenhado no software *Fritzing*, conforme pode ser observado na Figura 8, para poder ter o mínimo controle da planta de medição de microbolhas. Esta implantação foi realizada com o intuito de facilitar a operação na planta, reduzindo os erros operacionais.

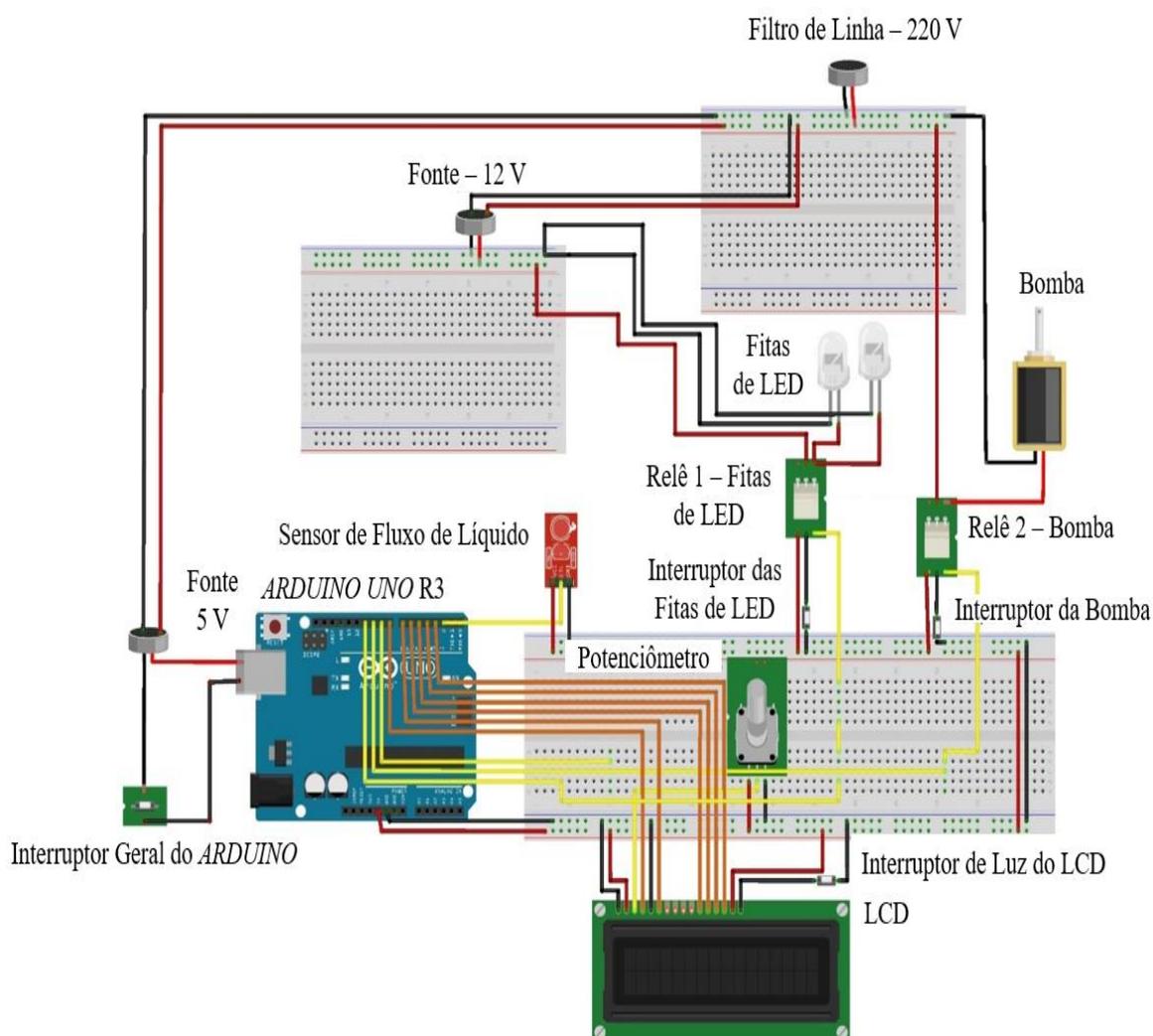


Figura 8 – Esquematização do Circuito Elétrico para Operação da Planta de Medição de Microbolhas

Neste circuito elétrico houve a presença de alguns instrumentos:

- uma placa do controlador *Arduino UNO R3*;
- um filtro de linha 220 V;
- uma fonte 12 V;
- uma fonte 5 V;
- quatro fitas de LED;
- um sensor de fluxo de líquido do sistema Hidráulico;
- uma bomba 1 hp do sistema Hidráulico;
- uma tela LCD 16x2 dígitos (*Liquid Crystal Display*);
- um potenciômetro para o controle do brilho da tela do LCD;
- dois módulos relês para acionamento por até 5 V;
- uma *breadboard* e
- fios.

A maior parte dos componentes foi adaptada a uma caixa de disjuntor, salvo os casos onde houve a necessidade dos instrumentos nas proximidades da planta. Esta funcionou com uma alimentação de 220 V e corrente de 10 A. Todo o sistema contou com eletrodutos para prevenir acidentes durante o decorrer do experimento.

A programação foi realizada no software *Arduino* em linguagem C/C++ para facilitar a operação e para medir a vazão de líquido da planta.

3.1.3 Etapa de Medição do Tamanho das Microbolhas

A maior dificuldade após a planta estar pronta foi elaborar um método que pudesse medir o diâmetro das bolhas com repetibilidade, porquanto foi adquirida uma *GoPro Hero 6* para a realização dos experimentos com o intuito inicial de utilizá-la submersa para medir tanto o tamanho, quanto a velocidade das microbolhas, diante da estanqueidade da câmera frente a pequenas alturas de coluna d'água e da tecnologia avançada. Mediante a persistente dificuldade de captação das imagens, também foram adquiridas uma lanterna submersível de 200 lúmens com pilhas recarregáveis para a manutenção do nível de luminosidade e uma lente ocular e uma lente objetiva de microscópio. Estas duas foram acopladas à Máquina Fotográfica *GoPro Hero 6* com o auxílio de peças extrudadas pela impressora 3D *Sethi3D S3*. Ademais, a melhor posição para observar as microbolhas foi por fora do Tanque de Medição de Microbolhas com a lente objetiva inserida no líquido, e apenas o tamanho das microbolhas pode ser medido

pelo simples fato das microbolhas serem melhor captadas fotograficamente um pouco abaixo da superfície, conforme pode-se verificar na Figura 9.

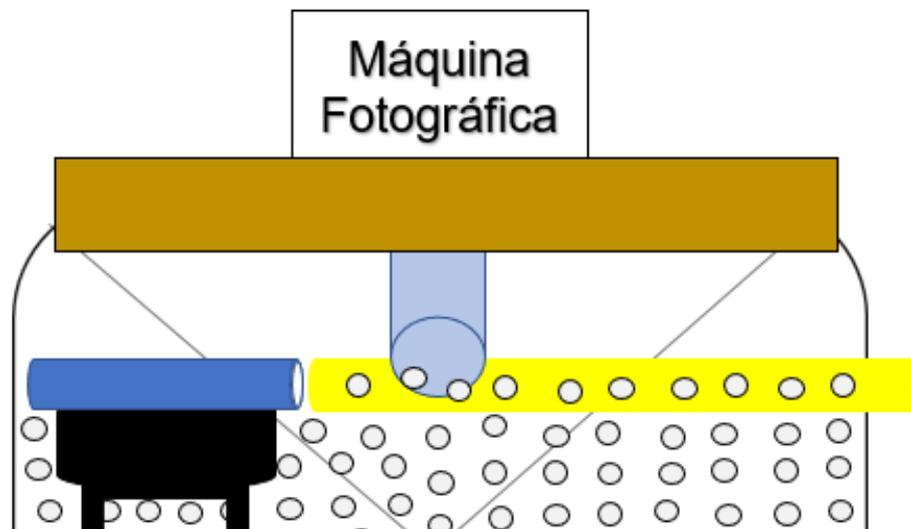


Figura 9 – Medição de Microbolhas no Tanque de Medição de Microbolhas

Em cada tempo de ensaio, das 30 fotografias obtidas, apenas duas eram selecionadas com a melhor qualidade de imagem e, então, cada imagem era transferida, nomeada e ajustada para o *Microsoft PowerPoint*, como observado na Figura 10. Nesta Figura 10, observa-se ainda que dois limites de diâmetro da lente foram estabelecidos, conforme a imagem, para que a média dos limites fosse comparada ao tamanho real da lente (4,21 mm). Como a lente e as microbolhas estavam no semelhante meio, pode-se proporcionalmente calcular o diâmetro das microbolhas reais, a partir dos diâmetros das microbolhas fotográficas (marcadores amarelos).

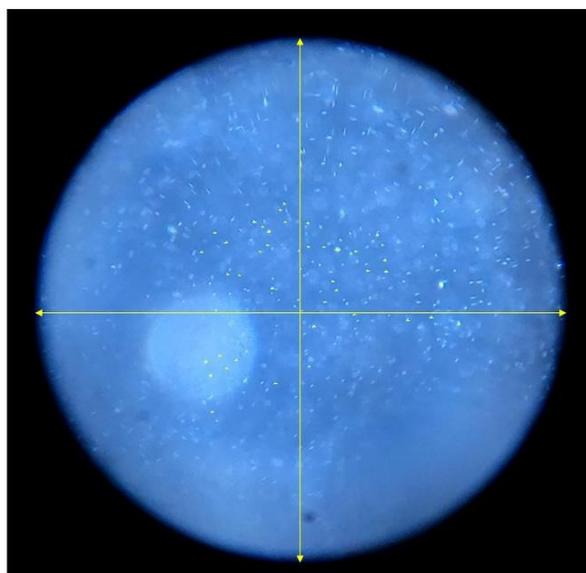


Figura 10 – Exemplo de Microbolhas Medidas

Este método de cálculo foi utilizado em todas as medições de microbolhas, considerando as microbolhas mais esféricas e visíveis as possíveis como critério de seleção, não passando do número máximo de 60 microbolhas por fotografia e dividindo as microbolhas contáveis nos quadrantes formados pelos limites com uma média de 15 microbolhas por quadrante. Ademais, evitaram-se as microbolhas presentes no meio dos limites assim como é realizada a contagem de células na Câmara de *Neubauer* e a medição era realizada a partir do eixo horizontal do quadrante até as pontas da circunferência, da esquerda para a direita. Essa padronização ajudava a não perder a conta na hora da medição.

A contagem foi manual, microbolha a microbolha, pois os softwares gratuitos não estão aptos para a medição precisa das microbolhas, a exemplo do software *ImageJ*, delongando um tempo para a total medição.

3.2 PLANEJAMENTOS FATORIAIS PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS

Os experimentos foram realizados seguindo 3 (três) planejamentos fatoriais na forma de Delineamentos Compostos Centrais Rotacionais (DCCRs), sendo utilizados por abrangerem mais níveis durante a realização de experimentos e por facilitarem a observação de condições mínimas e máximas, fatores essenciais para uma futura otimização do processo. Estes planejamentos tiveram os intuítos de explicar: 1) fisicamente o processo de produção de microbolhas e 2) os efeitos estatisticamente significativos por meio da Tabela de Efeitos e, quando necessários, do Diagrama de Pareto e do Gráfico Normal. Logo, todos os planejamentos não tiveram a finalidade de otimizar o processo, apenas foram utilizados para selecionar as condições necessárias centrais para uma próxima etapa de possível otimização, outrossim, as variáveis estatisticamente significativas.

Este modo de utilização do DCCR apresenta certas ideias divergentes em livros por ser adequado ora para seleção das variáveis estatisticamente significativas, ora para a otimização de processos, mas torna-se muito mais vantajoso ler uma informação mais completa em uma análise preliminar dos resultados. Por conseguinte, o melhor planejamento é o que melhor se adequa ao tempo e à intenção do pesquisador.

Nas variáveis de entrada, de todos os planejamentos fatoriais, sempre a vazão de ar e a vazão de líquido estavam presentes, pois são fundamentais na manutenção do processo de produção de microbolhas. As variáveis de saída, por outro lado, foram: 1) o

Diâmetro de *Sauter* Dinâmico (DSD, em μm), representando como o diâmetro médio das microbolhas variava em 0, 2, 4, 6, 8 e 10 min com o processo ligado e ajustado às condições desejadas; 2) o Diâmetro de *Sauter* Estático (DSE, em μm), indicando como o diâmetro médio das microbolhas variava logo após 30 s do desligamento das vazões de água e ar, permitindo assim a difusão das microbolhas da região de maior concentração (paredes do tanque) para a região de menor concentração (centro do tanque) e 3) a Altura de Neblina de Microbolhas (ANM, em cm), formada pela aglomeração de microbolhas com o processo em funcionamento nos períodos de 0, 2, 4, 6, 8 e 10 min.

Além das fotografias para medição das microbolhas, imagens dos perfis das microbolhas foram captadas em todos os ensaios realizados e durante o processo em funcionamento com a finalidade de utilizar esses perfis como um critério decisivo, em caso de dúvidas quanto às três variáveis dependentes analisadas (DSD, DSE e ANM).

Todas as análises foram realizadas sob uma temperatura do ambiente de 20°C medida e mantida por um ar-condicionado, e, na necessidade de ajuste de pH, soluções 1,0 M de HCl e 1,0 M de NaOH foram utilizadas para modificação e fitas de pH para medição.

Os planejamentos fatoriais realizados foram denominados de: 1) Fluidodinâmico; 2) Químico e 3) Biológico.

3.2.1 Planejamento Fatorial Fluidodinâmico

No Planejamento Fluidodinâmico, as variáveis de entrada foram apenas os parâmetros fundamentais de vazão de ar e vazão de líquido com os valores dos níveis visualizados na Tabela 1, sendo analisados 4 pontos axiais, 4 pontos cúbicos e 4 pontos centrais com os ensaios verificados na Tabela 2.

Tabela 1 – Matriz dos Níveis do Planejamento Fatorial Fluidodinâmico

Nível	Vazão de Ar ($\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$)	Vazão de Líquido ($\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$)
-1,41	1,08	167,7
-1,00	1,20	180,0
0,00	1,50	210,0
1,00	1,80	240,0
1,41	1,92	252,3

Tabela 2 – Matriz dos Ensaios do Planejamento Fatorial Fluidodinâmico

Ensaios	Vazão de Ar (L·h ⁻¹)	Vazão de Líquido (L·h ⁻¹)
1	1,20	180,0
2	1,20	240,0
3	1,80	180,0
4	1,80	240,0
5	1,08	210,0
6	1,92	210,0
7	1,50	167,7
8	1,50	252,3
9	1,50	210,0
10	1,50	210,0
11	1,50	210,0
12	1,50	210,0

O Planejamento Fluidodinâmico foi realizado para perceber como foram as condições de produção das microbolhas na ausência de agentes surfactantes, mantendo sempre um pH neutro (7).

3.2.2 Planejamento Fatorial Químico

Uma vez determinadas as condições fluidodinâmicas do processo, poder-se-ia partir para uma análise fatorial apenas das novas variáveis. Esta consideração, no entanto, poderia impedir a percepção de sinergismos e antagonismos entre as variáveis independentes num processo de produção de microbolhas.

No Planejamento Químico, a vazão de ar foi reduzida para não sair da faixa de estudo do Planejamento Fluidodinâmico e para não se aproximar da limitação mínima do equipamento de medição de ar e a vazão de líquido manteve os pontos central e axiais constantes e, por conseguinte, extrapolou, devido ao aumento do número de variáveis, os limites dos pontos cúbicos do Planejamento Fluidodinâmico. Ademais, foram adicionadas as variáveis potencial hidrogeniônico e concentração do surfactante químico Dodecil Sulfato de Sódio, totalizando 4 variáveis independentes. Logo, foram 16 pontos axiais, 8 pontos cúbicos e 4 pontos centrais. Na Tabela 3, são apresentados os valores codificados dos níveis e, na Tabela 4, a matriz dos ensaios ambas do Planejamento Químico.

Tabela 3 – Matriz dos Níveis do Planejamento Fatorial Químico

Níveis	Vazão de Ar (L·h ⁻¹)	Vazão de Líquido (L·h ⁻¹)	pH	Concentração de Surfactante (mg·L ⁻¹)
-2,00	1,10	150,0	5	0,80
-1,00	1,30	180,0	6	1,40
0,00	1,50	210,0	7	2,00
1,00	1,70	240,0	8	2,60
2,00	1,90	270,0	9	3,20

Tabela 4 – Matriz dos Ensaios do Planejamento Fatorial Químico

Ensaios	Vazão de Ar (L·h ⁻¹)	Vazão de Líquido (L·h ⁻¹)	pH	Concentração de Surfactante (mg·L ⁻¹)
1	1,30	180	6	1,40
2	1,30	180	6	2,60
3	1,30	180	8	1,40
4	1,30	180	8	2,60
5	1,30	240	6	1,40
6	1,30	240	6	2,60
7	1,30	240	8	1,40
8	1,30	240	8	2,60
9	1,70	180	6	1,40
10	1,70	180	6	2,60
11	1,70	180	8	1,40
12	1,70	180	8	2,60
13	1,70	240	6	1,40
14	1,70	240	6	2,60
15	1,70	240	8	1,40
16	1,70	240	8	2,60
17	1,10	210	7	2,00
18	1,90	210	7	2,00
19	1,50	150	7	2,00
20	1,50	270	7	2,00
21	1,50	210	5	2,00
22	1,50	210	9	2,00
23	1,50	210	7	0,80
24	1,50	210	7	3,20
25	1,50	210	7	2,00
26	1,50	210	7	2,00
27	1,50	210	7	2,00
28	1,50	210	7	2,00

O Planejamento Químico foi realizado com o intuito de perceber como um produto comercial pode modificar o processo de produção das microbolhas, isto é, análise de concorrência.

3.2.3 Planejamento Fatorial Biológico

As semelhantes condições de produção de microbolhas do Planejamento Químico foram realizadas no Planejamento Biológico com a única diferença do tipo de surfactante utilizado. Através da composição do meio de produção e das condições de cultivo de Soares da Silva *et al.* (2017), o biosurfactante produzido pela bactéria *Pseudomonas cepacia* CCT6659 em reator batelada 50,0 L conservado em ambiente fechado, a 25°C e 1 atm e mantido a 1% de sorbato de potássio.

Testes para determinação da tensão superficial e da medição do extrato metabólico foram realizados em triplicata (SOARES DA SILVA *et al.*, 2017).

Na Tabela 5, os valores codificados são apresentados e na Tabela 6, a matriz dos ensaios ambas do Planejamento Biológico, sendo a semelhante quantidade de pontos axiais, cúbicos e centrais do Planejamento Químico.

Tabela 5 – Matriz dos Níveis do Planejamento Fatorial Biológico

Níveis	Vazão de Ar (L·h ⁻¹)	Vazão de Líquido (L·h ⁻¹)	pH	Concentração de Extrato Metabólico (mg·L ⁻¹)
-2,00	1,10	150,0	5	0,80
-1,00	1,30	180,0	6	1,40
0,00	1,50	210,0	7	2,00
1,00	1,70	240,0	8	2,60
2,00	1,90	270,0	9	3,20

Tabela 6 – Matriz dos Ensaio do Planejamento Fatorial Biológico

Ensaio	Vazão de Ar (L·h ⁻¹)	Vazão de Líquido (L·h ⁻¹)	pH	Concentração de Extrato Metabólico (mg·L ⁻¹)
1	1,30	180	6	1,40
2	1,30	180	6	2,60
3	1,30	180	8	1,40
4	1,30	180	8	2,60
5	1,30	240	6	1,40
6	1,30	240	6	2,60
7	1,30	240	8	1,40
8	1,30	240	8	2,60
9	1,70	180	6	1,40
10	1,70	180	6	2,60
11	1,70	180	8	1,40
12	1,70	180	8	2,60
13	1,70	240	6	1,40
14	1,70	240	6	2,60
15	1,70	240	8	1,40
16	1,70	240	8	2,60
17	1,10	210	7	2,00
18	1,90	210	7	2,00
19	1,50	150	7	2,00
20	1,50	270	7	2,00
21	1,50	210	5	2,00
22	1,50	210	9	2,00
23	1,50	210	7	0,80
24	1,50	210	7	3,20
25	1,50	210	7	2,00
26	1,50	210	7	2,00
27	1,50	210	7	2,00
28	1,50	210	7	2,00

Os experimentos com o biossurfactante sintetizado pela bactéria *P. cepacia* foram realizados no intuito de perceber como seria a redução do tamanho das bolhas com o líquido metabólico frente ao surfactante químico comercial Dodecilsulfato de Sódio. É válido ressaltar que o líquido metabólico foi submetido apenas às etapas de centrifugação, de filtração à vácuo para retirada do excesso de células microbianas após a fermentação e de adição de conservante sorbato de potássio, não havendo, pois, um processo de separação dos metabólitos secundários.

3.3 APLICAÇÃO DE ÓLEO COM OS MELHORES RESULTADOS OBTIDOS DOS PLANEJAMENTOS FATORIAIS

A partir das melhores condições obtidas dos planejamentos fatoriais, aplicou-se uma determinada concentração de óleo para verificar se existe alguma influência do óleo na produção das microbolhas. As razões pelas quais não se aplicou o óleo já nos delineamentos foram: 1) muito mais tempo seria gasto nas análises mesmo com um

delineamento fracionário ou um *Plackett-Burman*; 2) poderia existir algum dano nas lentes do equipamento de fotografia, forçando a procura de outra lente e 3) limpeza da Unidade de Medição de Microbolhas pelo excesso de óleo.

A concentração de óleo foi de $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ por ser 10 vezes da concentração máxima de óleo permitida pela legislação brasileira e por ser uma concentração acima do limite de solubilidade do óleo na água (BRASIL, 2011), e o óleo utilizado foi o *Shell Helix HX5 15W40* para avaliar como um óleo viscoso alteraria o tamanho das microbolhas.

Logo, as semelhantes variáveis dependentes utilizadas nos 3 planejamentos fatoriais (DSD, DSE e ANM) foram aplicadas nesse experimento, comparando os resultados de estabilidade sem e com óleo.

3.4 DADOS GERAIS DO PROCESSO

Após 12 experimentos do Planejamento Fluidodinâmico, 28 do Planejamento Químico, 28 do Planejamento Biológico e 3 dos ensaios com Óleo, totalizando 71 experimentos, um balanço dos dados do processo foi realizado para indicar o número total de bolhas, a média, a mediana, a moda e o menor e o maior diâmetro das bolhas.

3.5 OPERAÇÃO DA UNIDADE DE MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS

Antes do processo de produção de microbolhas, sempre era realizada uma preparação do tanque de medição de microbolhas para a recepção de aditivos como o surfactante químico, ou o líquido metabólico, ou o óleo lubrificante. A seguir, o pH era ajustado de acordo com os planejamentos fatoriais e com os experimentos com o óleo. Logo após, os parâmetros da *GoPro Hero 6* eram ajustados sempre com o mesmo padrão com a finalidade de repetibilidade dos ensaios, sendo estes parâmetros: 1) uma taxa de 30 fotos a cada 6 segundos, quando a câmera era disparada; 2) uma compensação de valor de exposição de -2, refletindo a menor luminosidade possível da câmera para impedir que a luz ofusque a presença das microbolhas; 3) as aberturas do diafragma da câmera foram limitadas entre 400 (mínimo) e 3200 (máximo) também para o controle de luminosidade; 4) a nitidez foi ajustada para o máximo e 5) o modo da câmera foi linear para não distorcer a imagem, evitando o efeito de “olho-de-peixe”. Todos esses parâmetros da máquina fotográfica foram ajustados em base à tentativa-e-erro da qualidade da imagem. Além disso, a central de controle era ligada; uma lanterna submersível de 200 lúmens com

pilhas recarregáveis para evitar imagens mais claras e escuras foi posicionada e ligada nas proximidades e todas as válvulas e foram ajustadas conforme a necessidade.

O processo de produção de microbolhas, esquematizado na Figura 11, iniciava com o acionamento da bomba, succionando basicamente dois fluxos paralelos: o fluxo “A” provindo do Tanque de Medição de Microbolhas, passando por uma válvula esfera e por um sensor de fluxo de líquido “FI 1” e um fluxo “B1” medido pelo sensor de ar “FI 2”. Este fluxo “B1”, comparado com o indicador de pressão “PI 2” em um fluxo “B2”, seguia para dois estrangulamentos por duas válvulas agulhas até encontrar o fluxo “A”. A mistura dos fluxos “A” e “B1”, fluxo “C”, seguia para uma bomba, passava por um indicador de pressão “PI 1”, era estrangulado uma válvula agulha e culminava no Tanque de Medição de Microbolhas, fluxo “D”. Este fluxo, ao encontrar com uma coluna de líquido, possibilitou a dispersão das microbolhas, as quais eram medidas pela *GoPro Hero 6* acoplada às lentes ocular e objetiva e devidamente iluminadas pela lanterna.

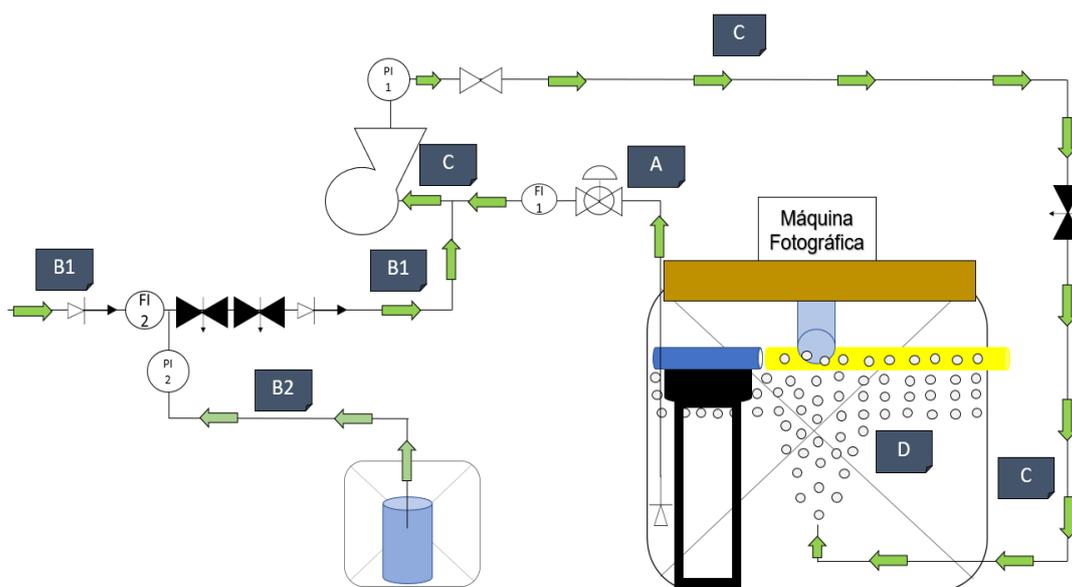


Figura 11 – Processo de Produção de Microbolhas

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A produção de microbolhas apresentou as fases de prototipagem para o devido controle do processo, de planejamento estatístico para a fundamentação dos resultados e de testes com óleo para averiguação das melhores condições.

4.1 CONSTRUÇÃO DE SISTEMA PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS

Na fase de prototipagem, a Unidade de Medição de Microbolhas foi dividida nas etapas: 1) hidráulica e de medição da vazão de ar; 2) elétrica e de programação e 3) de medição do tamanho de microbolhas.

4.1.1 Etapa Hidráulica e de Medição da Vazão de Ar

A Unidade de Medição de Microbolhas em operação pode ser verificada na Figura 12, onde apresenta as condições necessárias para a medição da vazão de líquido e de ar.

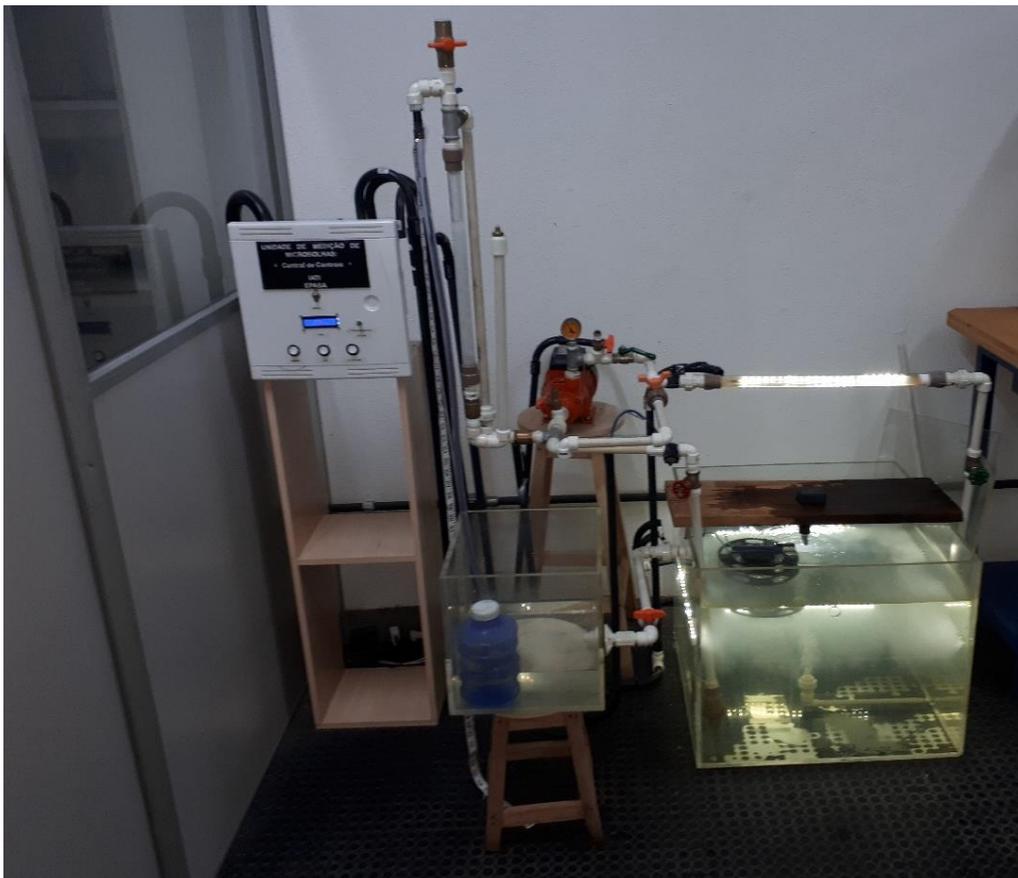


Figura 12 – Unidade de Medição de Microbolhas

Na medição de Vazão de Ar, as imagens do tamanho da chumbada puderam determinar o Parâmetro de Conversão entre a Foto e o Real (Θ) de 1,40 e o Parâmetro de Refringência (α) de 1,73. A partir deste último valor, a medição da Vazão de Ar torna-se possível sem uma ilusão de ótica.

Os limites de medição da Vazão de Ar podem ser verificados na Figura 13, em um tempo de 30 s, onde o limite inferior foi de 0,001 L·h⁻¹ e o limite superior foi de 10,000 L·h⁻¹.

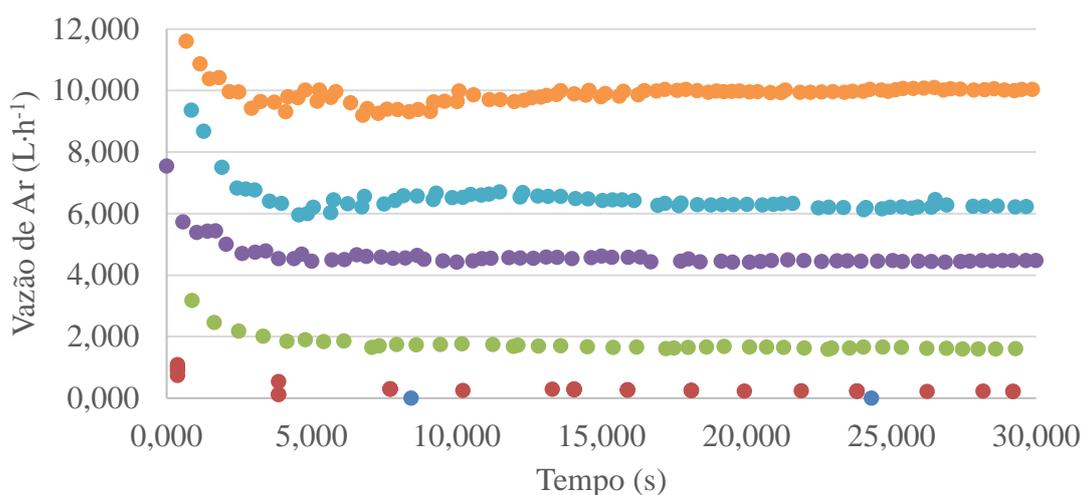


Figura 13 – Medição dos Limites da Vazão de Ar

A relação entre a Variação de Pressão e a Vazão de Ar, a partir dos limites determinados é observada na Figura 14 com um coeficiente de regressão linear de 98%. A partir desta relação, foi possível medir a Vazão de Ar pela altura de coluna de água.

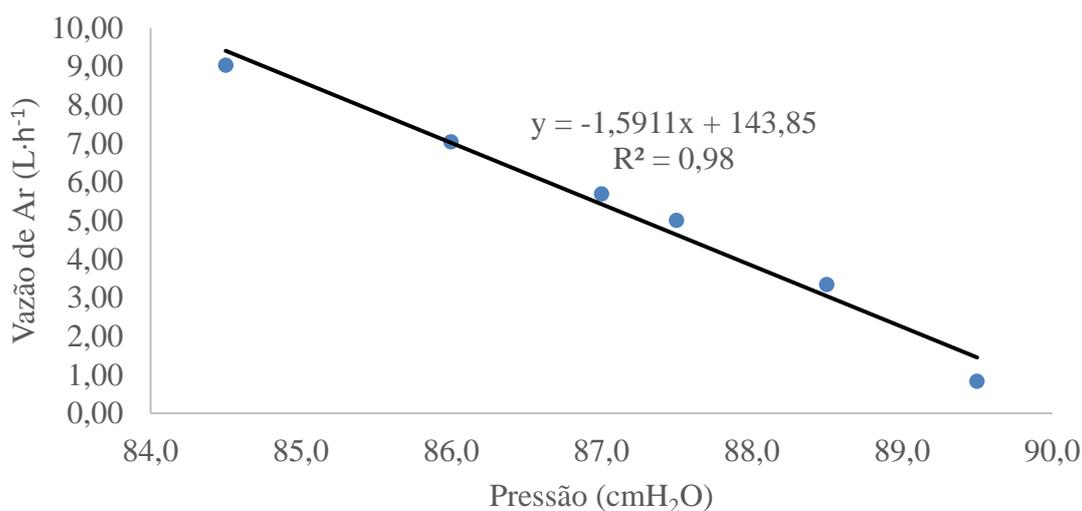


Figura 14 – Relação entre a Vazão de Ar e a Variação de Pressão

4.1.2 Etapa Elétrica e de Programação

O painel da Unidade de Medição de Microbolhas pode ser visualizado na Figura 15, onde todos os componentes foram instalados a fim de permitir uma autonomia ao operador e de evitar erros no processo.



Figura 15 – Painel da Unidade de Medição de Microbolhas

O código da programação do controlador *Arduino UNO R3* segue no Apêndice A. Normalmente, todo código é dividido no modo de declaração de variáveis, no modo de operação padrão (*void setup*), no modo de rotina (*void loop*) e no modo alternativo para inserção de algum comando de controle a mais. Logo, o código foi implementado.

4.1.3 Etapa de Medição do Tamanho das Microbolhas

Na medição de microbolhas, a *GoPro Hero 6* adaptada às lentes ocular e objetiva (10x), com as peças da impressora 3D, pode ser visualizada na Figura 16. A aquisição da máquina fotográfica ocorreu devido ao fato da câmera ser estanque, podendo assim medir as bolhas embaixo d'água, no entanto uma melhor imagem foi obtida quando a câmera era posicionada fora do Tanque de Medição de Microbolhas e apenas a lente objetiva era submersa. Essa forma de medição de microbolhas foi, portanto, a mais adequada.



Figura 16 – GoPro Hero 6 com Lentes de Microscópio e Peças 3D para Medição de Microbolhas

4.2 PLANEJAMENTOS FATORIAIS PARA MEDIÇÃO DE MICROBOLHAS

Um planejamento fatorial tem a função de apresentar como as variáveis de saída oscilam em conformidade com as variáveis de entrada, seja por uma equação ou por uma tabela de efeitos. A composição de um modelo ou de uma equação, no entanto, é determinada pelos fatores tempo e utilidade, os quais permitem avaliar se os valores obtidos com um planejamento para a variável resposta já são suficientes para o pleno desenvolvimento do processo – em termos industriais: com geração de lucro – ou se há a necessidade de realização de mais experimentos (RODRIGUES; IEMMA, 2009).

A obtenção de um modelo para representar algum fenômeno é, muitas vezes, delongada, refletindo a preocupação de encontrar o caminho mais adequado em busca desta equação, isto é, em busca da otimização. A estabilidade do processo, a tabela de efeitos, a análise de variância e análise dos resíduos são, porquanto, ferramentas essenciais para indicar ao pesquisador por onde se deve proceder.

Logo, neste trabalho foram analisados os Planejamentos Fluidodinâmico, Químico e Biológico com as finalidades de verificar a variação das condições de entrada impostas no processo pelas condições do Diâmetro de *Sauter* Dinâmico (DSD, em μm), do Diâmetro de Sauter Estático (DSE, em μm) e da Altura de Neblina de Microbolhas (ANM, em cm) e de sugerir as condições mais viáveis em busca da otimização do processo. Ademais, na dúvida da escolha das melhores condições dos planejamentos, também levou-se em consideração a análise dos perfis experimentais fotografados.

4.2.1 Planejamento Fatorial Fluidodinâmico

Na melhoria de um processo industrial, é importante perceber como são as condições mais simples de produção para que a suplementação possa ser comparada. Nesse sentido, os 12 experimentos do Planejamento Fluidodinâmico foram realizados, conforme os DSDs podem ser verificados na Figura 17, para perceber a faixa de atuação das distintas condições de produção de microbolhas na variação de 0 a 10 min.

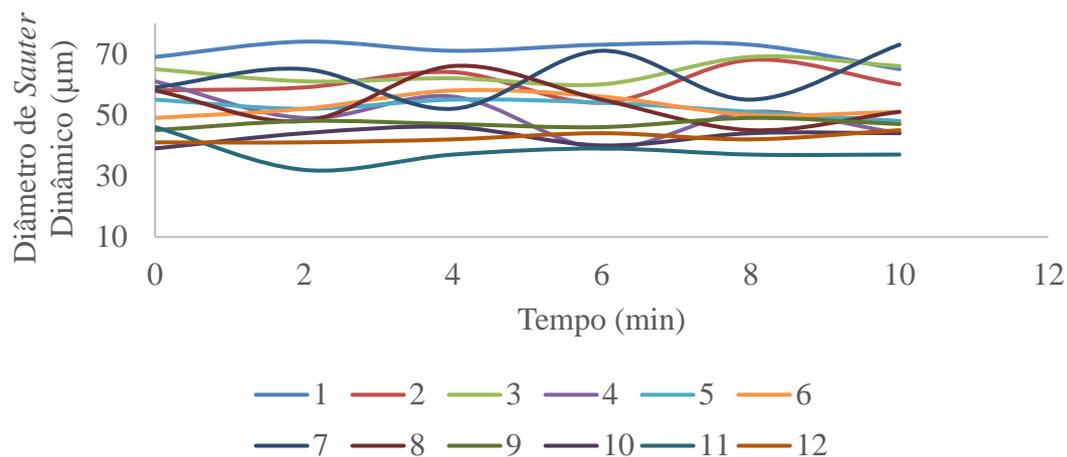


Figura 17 – Valores dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos no Planejamento Fluidodinâmico durante 10 min de Processo

Os diâmetros mínimo e máximo do Planejamento Fluidodinâmico foram de 32 e 74 µm, respectivamente, apresentando uma variação de 42 µm entre os ensaios 1 (maior) e 11 (menor). A partir das médias dos DSDs da Figura 17, foi obtida a Figura 18 com os dados utilizados para análise no Planejamento Fatorial Fluidodinâmico.

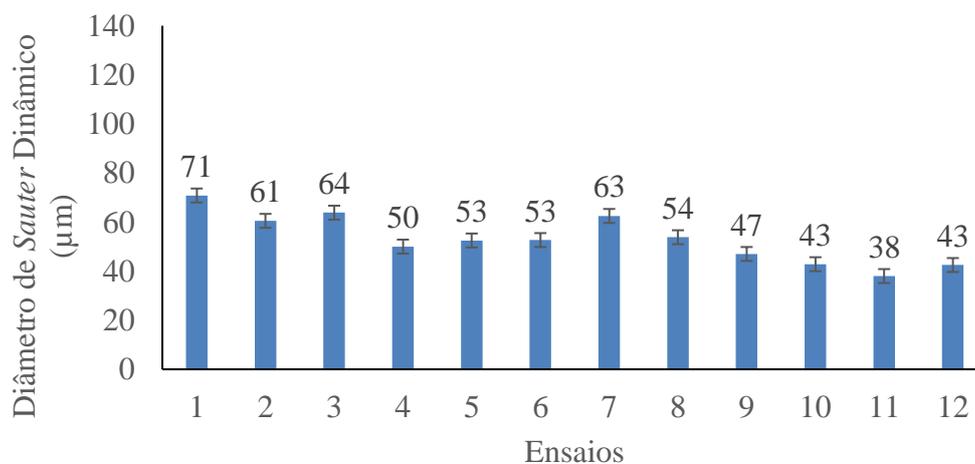


Figura 18 – Valores Médios dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos no Planejamento Fluidodinâmico

Nas menores vazões de líquido – ensaios 1, 3 e 7 – houve o aparecimento dos maiores diâmetros de microbolhas, enquanto que nos pontos centrais das vazões de ar e de líquido – ensaios 9, 10, 11 e 12 – os menores diâmetros foram encontrados. Esta relação pode ser explicada pelos regimes de coalescência e de afastamento (*breakup*). Quando a vazão de líquido é muito baixa para uma determinada vazão de ar, as microbolhas podem até ser formadas, mas logo coalescem pela baixa energia cinética que apresentam. Quando o extremo oposto é alcançado – uma elevada vazão de líquido – a energia cinética até permite a formação de microbolhas com diâmetros menores, mas talvez não haja tempo suficiente para a devida compressão do ar na água diante da elevada vazão, causando microbolhas com diâmetros ainda elevados. O ideal, no entanto, é alcançado quando existe um equilíbrio entre as forças viscosas e as forças inerciais ao ponto que as microbolhas tenham tempo para a compressão e tenham a velocidade necessária para evitar a coalescência, mantendo-se afastadas umas das outras e garantindo uma eficiência de produção de microbolhas (KARN *et al.*, 2016).

A interrupção do processo de produção de microbolhas para a análise do DSE induz a coalescência das microbolhas por não existir mais a velocidade de lançamento de novas microbolhas. Logo, conforme pode-se observar na Figura 19, os DSEs aumentaram em até 100% do valor das microbolhas dos DSDs, ressaltando-se os baixos aumentos entre os ensaios 8 e 12. Esses experimentos obtiveram um aumento mínimo, possivelmente, pelas condições de equilíbrio entre as forças viscosas e inerciais de produção de microbolhas, onde os pontos de vazão de ar e de líquido garantiram uma maior estabilidade às microbolhas até depois da interrupção do processo.

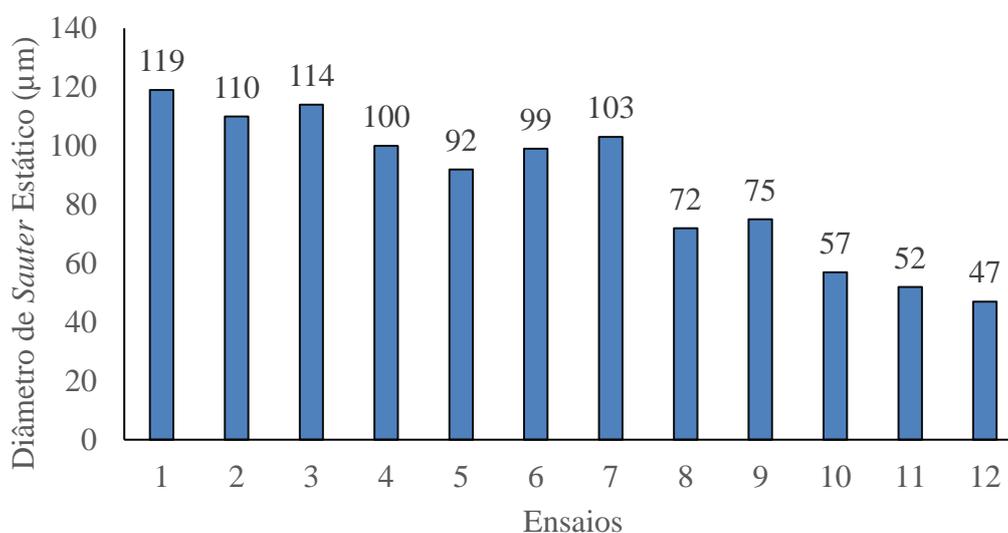


Figura 19 – Valores dos Diâmetros de *Sauter* Estáticos no Planejamento Fluidodinâmico

Como uma terceira variável resposta ao processo, confirmativa da explicação do fenômeno de produção de microbolhas, a ANM também foi medida durante os 10 min de processo, conforme observa-se na Figura 20, e a média dos valores ratifica as condições 8 a 12 como as melhores por apresentar uma maior altura de microbolhas, aumentando as chances de colisão entre as microbolhas e qualquer outro material particulado.

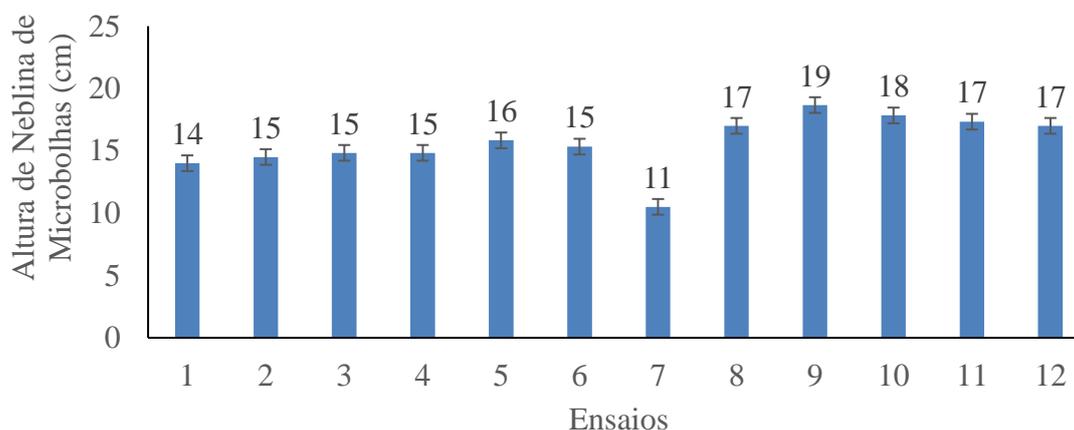


Figura 20 – Valores das Alturas de Neblina de Microbolhas no Planejamento Fluidodinâmico

A partir dos resultados de DSD, DSE e ANM, três análises fatoriais podem ser realizadas, uma para cada variável resposta, utilizando como ferramenta o software *Statistica* 10.

A tabela de efeitos para o DSD – Tabela 7 – indica os efeitos estatisticamente significativos como a Vazão de Líquido Quadrática, a Vazão de Ar Quadrática e a Vazão de Líquido Linear de acordo com as áreas gráficas verificadas pelo valor-p e pelos limites mínimo e máximo dos efeitos estudados. Estes dados corroboram com as análises feitas previamente no que diz respeito a um balanço da Vazão de Líquido e Vazão de Ar para que as microbolhas apresentem condições médias para serem produzidas.

Tabela 7 – Tabela de Efeitos para o Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Fluidodinâmico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	Valor p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	42,57	1,84	23,15	0,00	36,71	48,42
Vazão de Ar Linear	-4,33	2,60	-1,66	0,20	-12,62	3,96
Vazão de Ar Quadrática	13,01	2,92	4,46	0,02	3,72	22,31
Vazão de Líquido Linear	-9,12	2,60	-3,50	0,04	-17,41	-0,83
Vazão de Líquido Quadrática	18,63	2,92	6,38	0,01	9,34	27,92
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	-1,75	3,68	-0,48	0,67	-13,46	9,96

Quando os efeitos são padronizados, isto é, divididos por cada erro padrão, existe a geração do Diagrama de Pareto observado na Figura 21. Este Diagrama confirma as variáveis estatisticamente significativas com as descritas pela Tabela 7, mas o efeito padronizado da Vazão de Líquido Linear encontra-se muito próxima ao limite do valor- p , necessitando se verificar o Gráfico Normal para confirmar a significância do efeito.

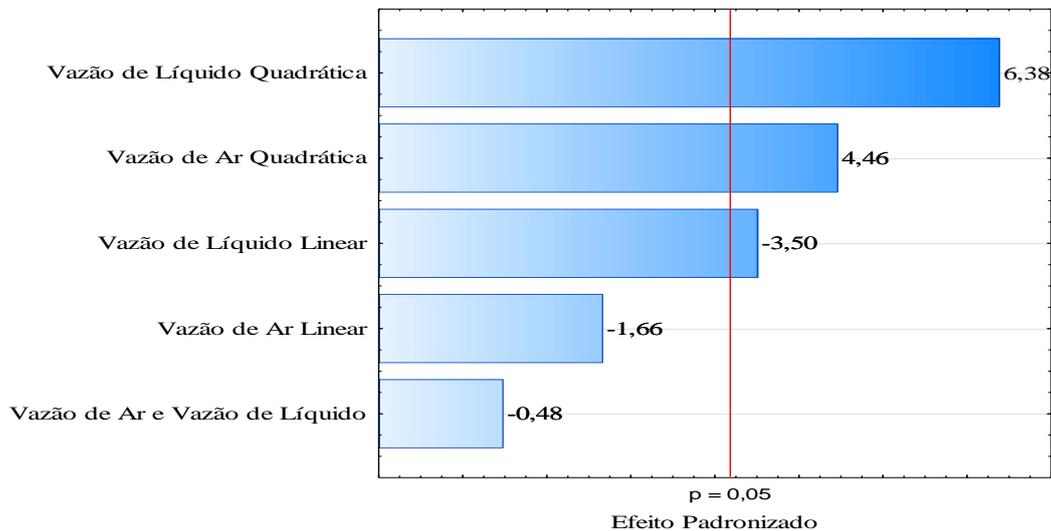


Figura 21 – Diagrama de Pareto do Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Fluidodinâmico

O Gráfico Normal da Figura 22 confirma apenas os efeitos quadráticos como os estatisticamente significativos, comparando os efeitos padronizados, as frequências acumuladas – obtidas pelo ordenamento dos efeitos padronizados – e o valor de z referente ao ponto médio de cada frequência acumulada. Os efeitos estatisticamente significativos são aqueles que se apresentam mais distantes do valor de z e que não fazem parte de uma reta imaginária formada pelos efeitos.

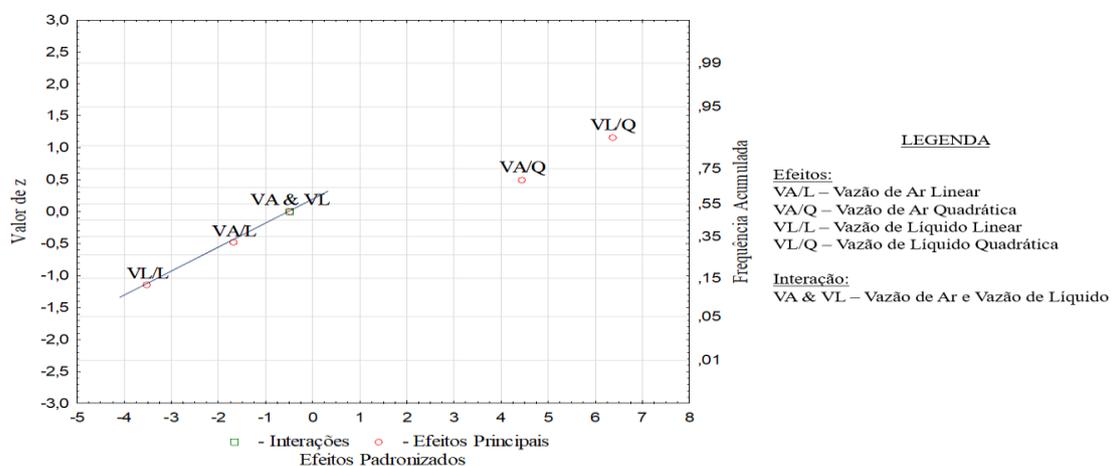


Figura 22 – Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Fluidodinâmico

A tabela de efeitos, Tabela 8, para o DSE confirma os efeitos quadráticos como os estatisticamente significativos. Outrossim, para o Diagrama de Pareto na Figura 23. Os valores de quem é mais estatisticamente significativo invertem-se, mas o interesse é investigar apenas que fatores são estatisticamente significativos.

Tabela 8 – Tabela de Efeitos para o Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Fluidodinâmico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	57,69	6,10	9,46	0,00	38,28	77,11
Vazão de Ar Linear	-1,29	8,64	-0,15	0,89	-28,79	26,22
Vazão de Ar Quadrática	47,61	9,69	4,91	0,02	16,78	78,44
Vazão de Líquido Linear	-16,73	8,64	-1,94	0,15	-44,23	10,77
Vazão de Líquido Quadrática	39,57	9,69	4,08	0,03	8,74	70,40
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	-2,50	12,20	-0,20	0,85	-41,34	36,34

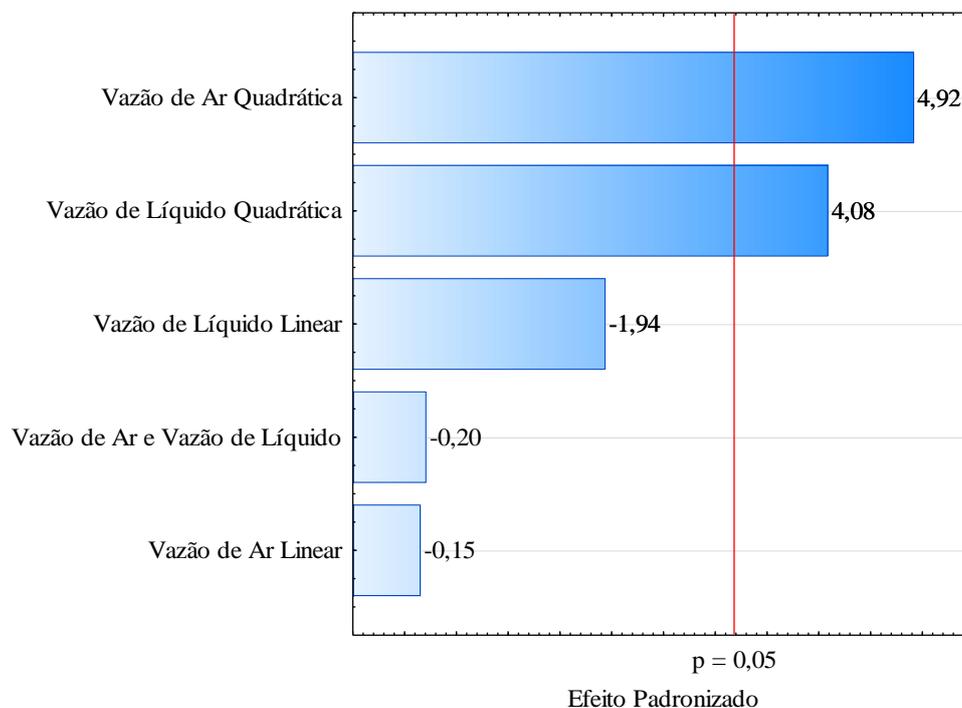


Figura 23 – Diagrama de Pareto do Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Fluidodinâmico

O Gráfico Normal para o DSE no Planejamento Fluidodinâmico – Figura 24 – apesar de excluir a Vazão de Líquido Linear da reta dos efeitos que não são estatisticamente significativos, também reflete os efeitos quadráticos como os estatisticamente significativos.

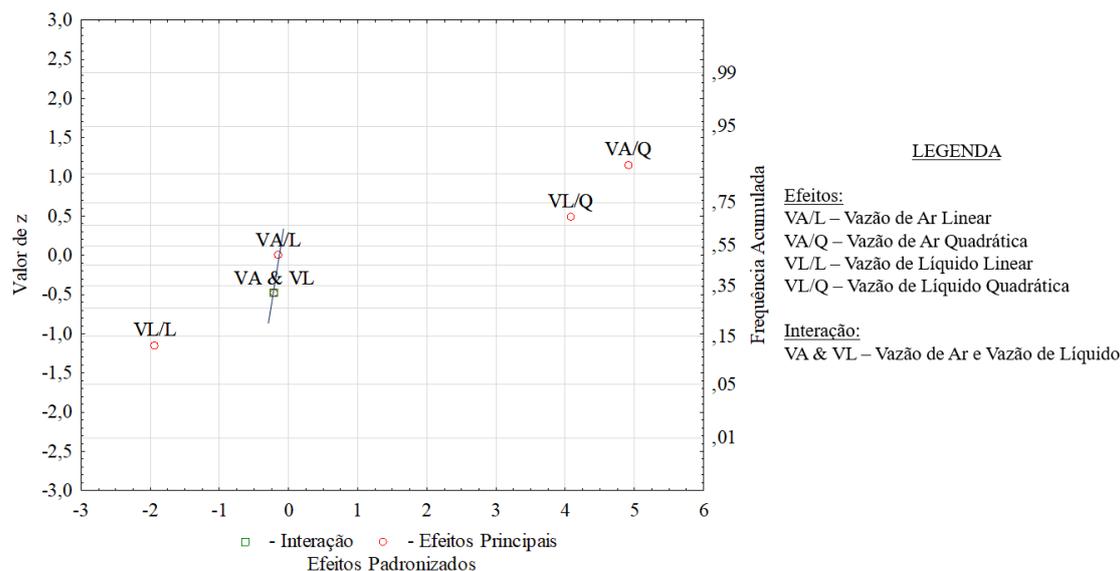


Figura 24 – Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Fluidodinâmico

Finalmente, a ANM apresentou um comportamento ligeiramente diferente, todavia enquadrando os efeitos quadráticos como os estatisticamente significativos, além da Vazão de Líquido Linear, na tabela de efeitos – Tabela 9 - no diagrama de Pareto – Figura 25 - e no Gráfico Normal de Probabilidade – Figura 26.

Tabela 9 – Tabela de Efeitos para a Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	17,71	0,36	48,86	0,00	16,56	18,86
Vazão de Ar Linear	0,12	0,51	0,23	0,84	-1,52	1,75
Vazão de Ar Quadrática	-2,19	0,58	-3,81	0,03	-4,02	-0,36
Vazão de Líquido Linear	2,42	0,51	4,72	0,02	0,79	4,06
Vazão de Líquido Quadrática	-4,04	0,58	-7,01	0,01	-5,87	-2,20
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	-0,25	0,72	-0,34	0,75	-2,56	2,06

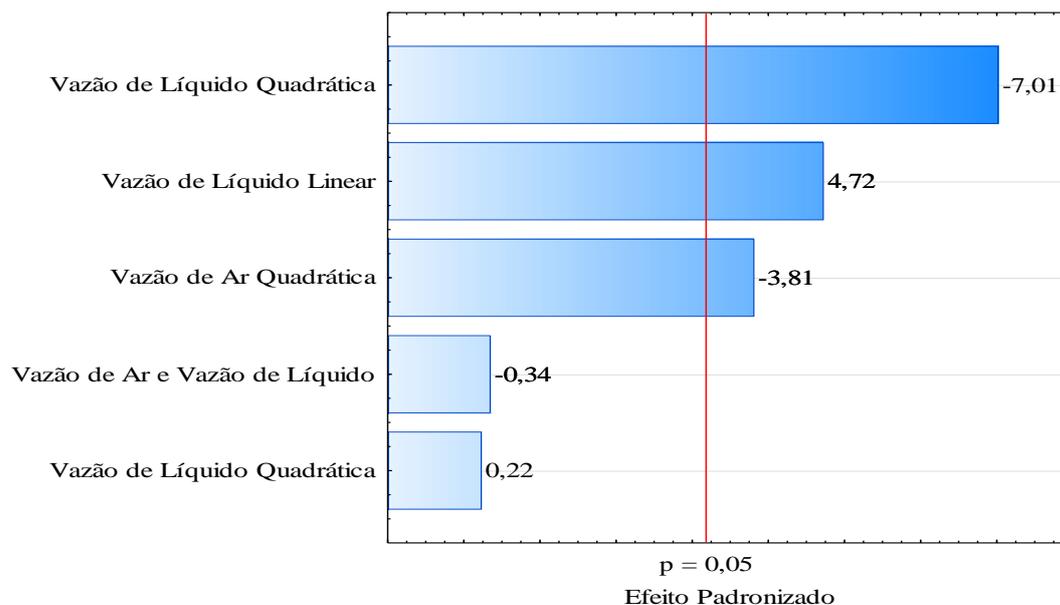


Figura 25 – Diagrama de Pareto da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico

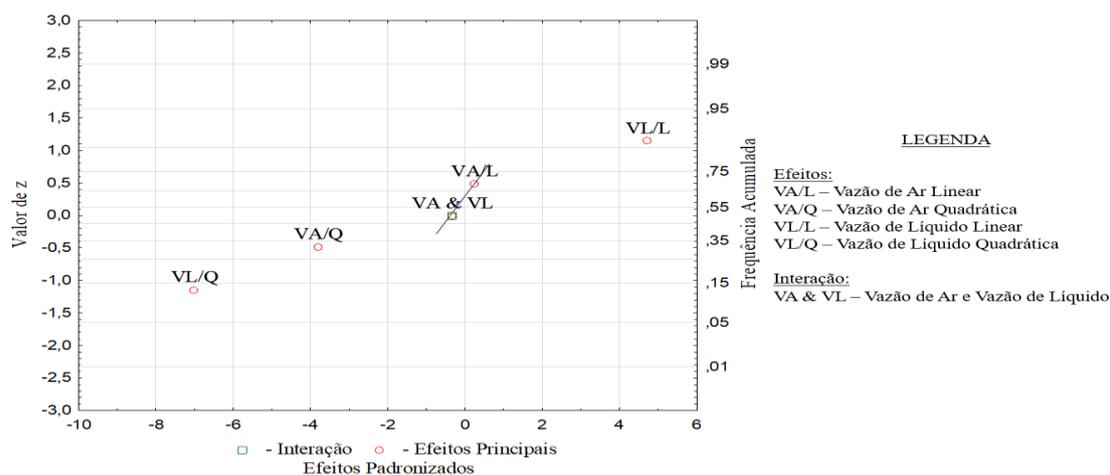


Figura 26 – Gráfico Normal de Probabilidade da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico

Os dados sugerem, pois, que ambas as variáveis estudadas são estatisticamente significativas e que apenas um refino na Vazão de Líquido poderia ser realizado em um segundo Delineamento Composto Central Rotacional, ajustando as vazões para uma faixa de 210 a 240 L·h⁻¹ como os pontos axiais do segundo planejamento. Ademais, os melhores resultados foram dos pontos centrais em todas as variáveis de saída estudadas, sendo, porquanto, as médias dos pontos centrais como as escolhidas para a comparação com os experimentos com óleo.

4.2.2 Planejamento Fatorial Químico

As observações fundamentais na adição do surfactante químico com o controle do potencial hidrogeniônico para o DSD são a redução dos diâmetros de microbolhas e o estreitamento da faixa de variação entre ensaios apenas com concentrações entre 0,80 e 3,20 mg·L⁻¹, conforme pode-se verificar na Figura 27. Enquanto a faixa de variação dos ensaios do Planejamento Fluidodinâmico era de 42 µm, o Planejamento Químico reduziu essa variação para 22 µm, entre um menor valor de 18 µm e um maior valor de 40 µm. Fisicamente, esta redução pode ser explicada por uma provável justaposição das moléculas de surfactante na região limítrofe entre o ar e a água, proporcionando uma redução da tensão superficial. Se a tensão superficial for reduzida, a Equação 12 de *Young-Laplace* mostra claramente que o raio da microbolha e, conseqüentemente, o diâmetro serão reduzidos, pois os surfactantes criam uma espécie de proteção, impedindo a destruição de uma microbolha.

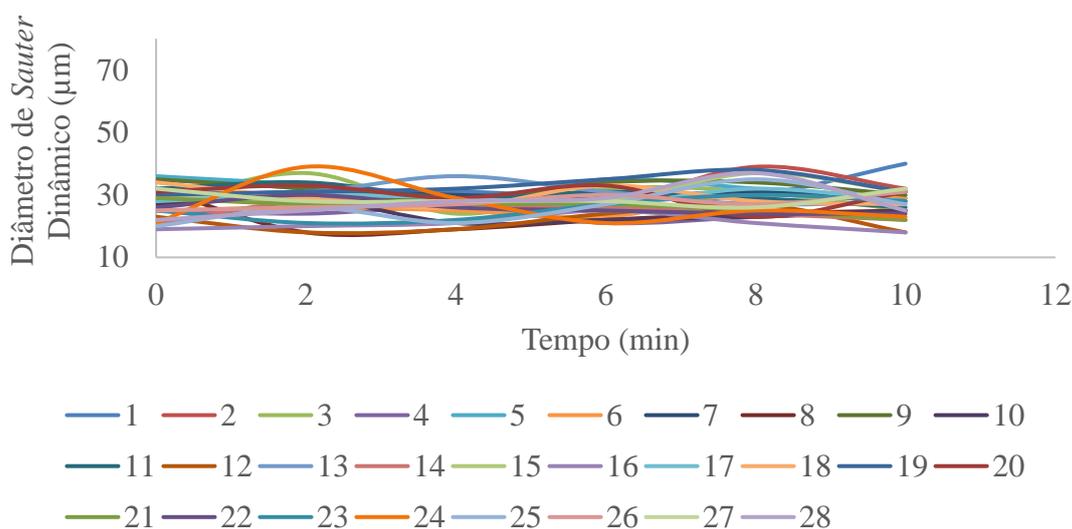


Figura 27 - Valores dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos no Planejamento Químico durante 10 min de Processo

Se as médias dos DSDs do Planejamento Químico de cada um dos ensaios forem calculadas, conforme podem ser visualizadas na Figura 28, as observações sobre os mínimos diâmetros e sobre a estabilidade do processo ficam ainda mais claras. Por isso, fica difícil uma seleção adequada apenas pelo DSD, todavia os 4 menores DSDs médios nos ensaios 4, 8, 12 e 16 obtiveram duas características em comum: uma concentração de 2,60 mg·L⁻¹ e um pH 8. Estes melhores resultados podem ser explicados pelo fenômeno do equilíbrio iônico nas dissoluções do dodecilsulfato de sódio e do hidróxido de sódio em água. Em um pH alto, à medida que mais íons de sódio são adicionados, a tendência é o deslocamento do equilíbrio para a formação da molécula de dodecilsulfato de sódio

pelo excesso de íons sódio no meio. Por outro lado, em um pH baixo – dissociação do dodecilsulfato de sódio e ionização do ácido clorídrico – há o aparecimento de um terceiro composto a entrar no equilíbrio formado pela combinação dos íons sódio e cloro, isto é, cloreto de sódio. A presença de um terceiro componente possivelmente dificulta a formação micelar e, por conseguinte, afeta o diâmetro das microbolhas.

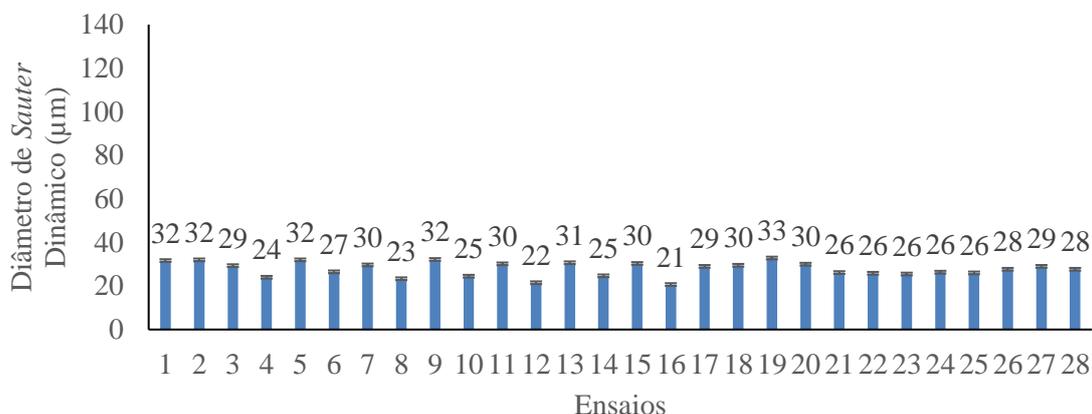


Figura 28 - Valores Médios dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos no Planejamento Químico

As interações químicas com a adição do dodecilsulfato de sódio e com a variação do pH proporcionaram desde uma redução máxima do DSD para o DSE de 8% até um aumento máximo do DSD para o DSE de 47%, conforme é evidenciado pela Figura 29. Estes dados reforçam a importância da aplicação do surfactante no processo de produção de microbolhas até quando o processo é interrompido.

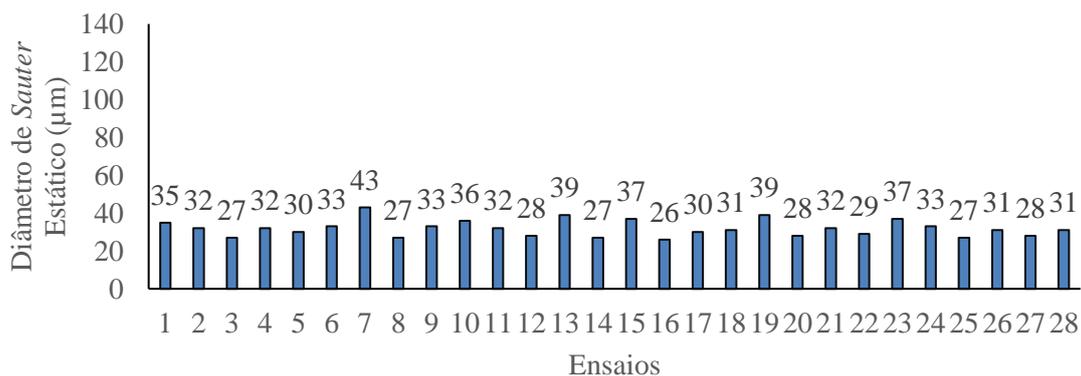


Figura 29 – Valores dos Diâmetros de *Sauter* Estáticos no Planejamento Químico

A ANM, em base aos competitivos DSDs e DSEs, foi fundamental para a seleção da melhor condição, pois o Ensaio 24 – Figura 30 – apresentou uma altura de 20 cm de microbolhas na maior concentração de dodecilsulfato de sódio, indicando possivelmente uma maior formação micelar na condição estudada.

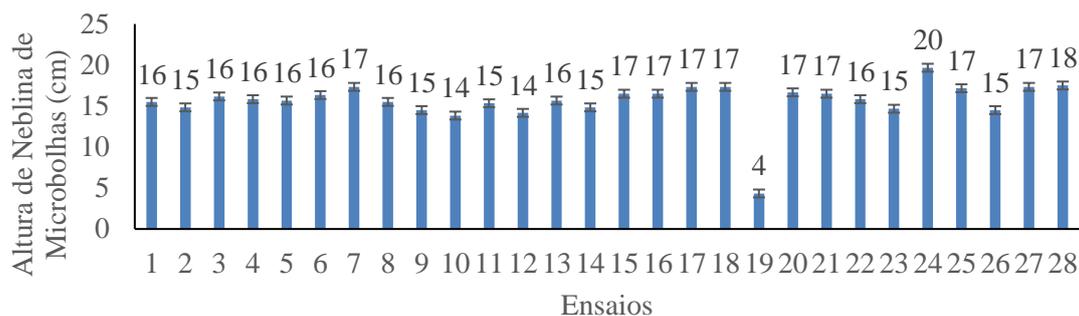


Figura 30 – Valores das Alturas de Nebolina de Microbolhas no Planejamento Químico

A tabela de efeitos para o DSD – Tabela 10 – indica a Vazão de Líquido Quadrática, o pH Linear e a Concentração de Surfactante Linear como os estatisticamente significativos. Estes dois últimos efeitos condizem com as explicações físicas mencionadas. O Diagrama de Pareto, na Figura 31, ordena o quociente entre os efeitos e o erro padrão.

Tabela 10 – Tabela de Efeitos para o Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Químico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	27,58	0,61	44,91	0,00	25,63	29,54
Vazão de Ar Linear	-1,07	0,50	-2,13	0,12	-2,67	0,53
Vazão de Ar Quadrática	0,68	0,50	1,36	0,27	-0,91	2,28
Vazão de Líquido Linear	-1,10	0,50	-2,19	0,12	-2,69	0,50
Vazão de Líquido Quadrática	1,77	0,50	3,52	0,04	0,17	3,36
pH Linear	-2,15	0,50	-4,29	0,02	-3,75	-0,56
pH Quadrático	-0,94	0,50	-1,88	0,16	-2,54	0,66
Concentração de Surfactante Linear	-3,93	0,50	-7,84	0,00	-5,53	-2,33
Concentração de Surfactante Quadrática	-0,98	0,50	-1,96	0,14	-2,58	0,61
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	0,44	0,61	0,71	0,53	-1,52	2,39
Vazão de Ar e pH	0,81	0,61	1,32	0,28	-1,14	2,77
Vazão de Ar e Concentração de Surfactante	-1,90	0,61	-3,09	0,05	-3,85	0,06
Vazão de Líquido e pH	0,69	0,61	1,12	0,34	-1,27	2,64
Vazão de Líquido e Concentração de Surfactante	-0,77	0,61	-1,25	0,30	-2,73	1,18
pH e Concentração de Surfactante	-1,40	0,61	-2,27	0,11	-3,35	0,56

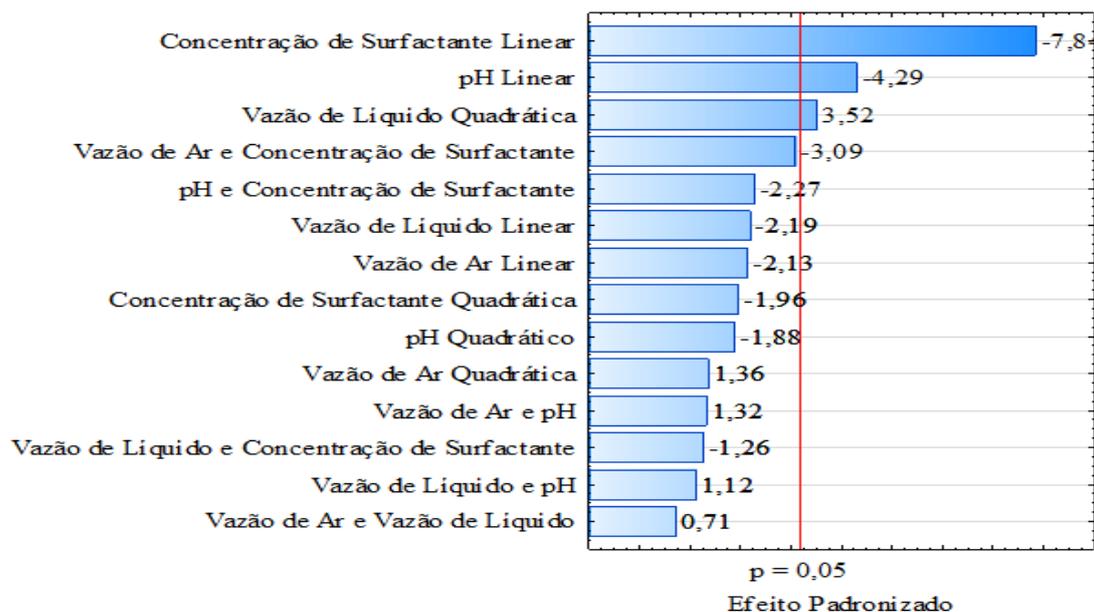


Figura 31 – Diagrama de Pareto do Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Químico

O Gráfico Normal de Probabilidades, na Figura 32, para o DSD consegue diferenciar o efeito de Concentração de Surfactante Linear como o único estatisticamente significativo por não seguir uma reta imaginária de distribuição normal.

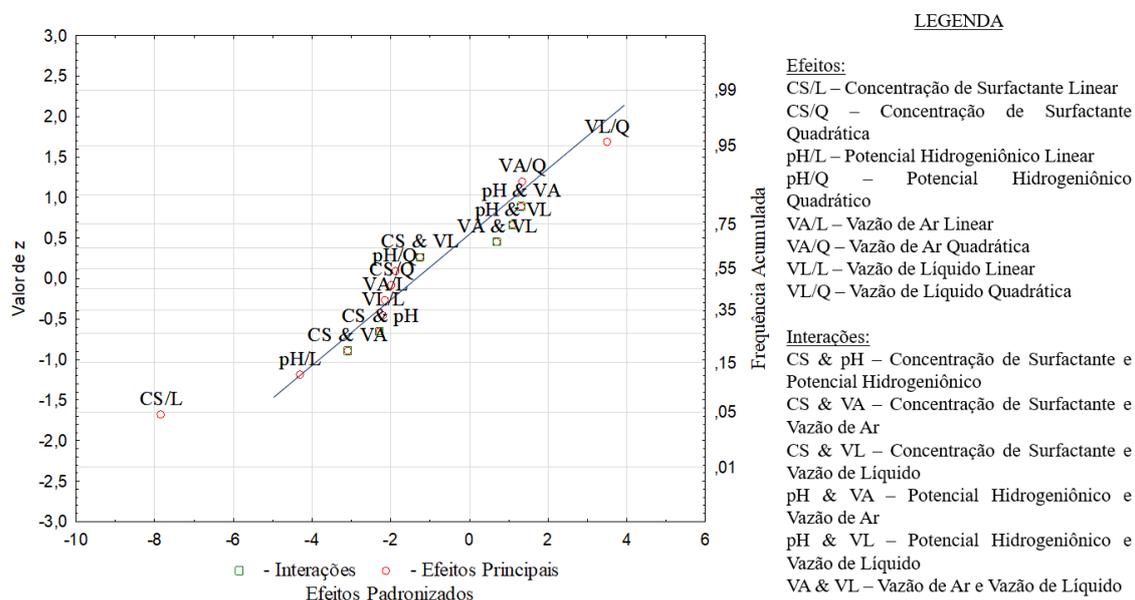


Figura 32 – Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Químico

A tabela de efeitos para os DSEs do Planejamento Químico, na Tabela 11, também ressalta as Concentrações de Surfactante Linear e Quadrática, além da interação entre a Vazão de Líquido e a Concentração de Surfactante. Assim como, o Diagrama de Pareto na Figura 33 ordena os Efeitos Padronizados.

Tabela 11 – Tabela de Efeitos para o Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Químico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	29,25	1,03	28,38	0,00	25,97	32,53
Vazão de Ar Linear	0,08	0,84	0,10	0,93	-2,60	2,76
Vazão de Ar Quadrática	0,60	0,84	0,72	0,52	-2,07	3,28
Vazão de Líquido Linear	-1,25	0,84	-1,49	0,23	-3,93	1,43
Vazão de Líquido Quadrática	2,10	0,84	2,50	0,09	-0,57	4,78
pH Linear	-1,58	0,84	-1,88	0,16	-4,26	1,10
pH Quadrático	0,60	0,84	0,72	0,52	-2,07	3,28
Concentração de Surfactante Linear	-3,58	0,84	-4,26	0,02	-6,26	-0,90
Concentração de Surfactante Quadrática	2,85	0,84	3,39	0,04	0,18	5,53
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	-0,88	1,03	-0,85	0,46	-4,16	2,41
Vazão de Ar e pH	-1,38	1,03	-1,33	0,27	-4,66	1,91
Vazão de Ar e Concentração de Surfactante	-1,63	1,03	-1,58	0,21	-4,91	1,66
Vazão de Líquido e pH	2,63	1,03	2,55	0,08	-0,66	5,91
Vazão de Líquido e Concentração de Surfactante	-4,63	1,03	-4,49	0,02	-7,91	-1,34
pH e Concentração de Surfactante	-2,13	1,03	-2,06	0,13	-5,41	1,16

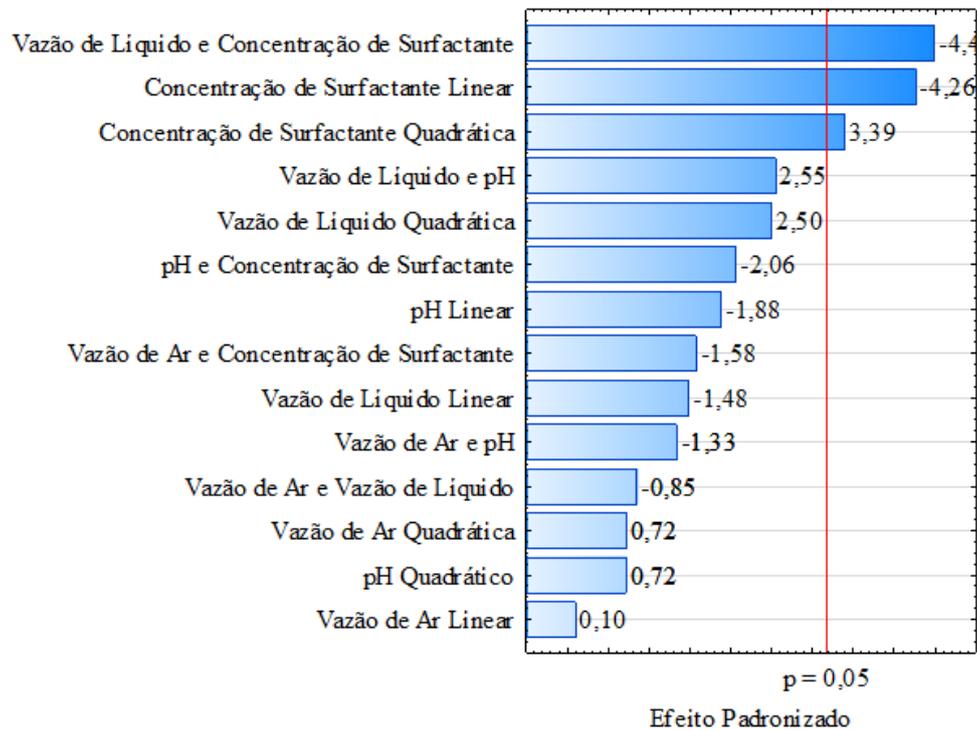


Figura 33 – Diagrama de Pareto do Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Químico

A dúvida quanto à escolha dos efeitos para o DSE do Planejamento Químico é sanada com a análise do Gráfico Normal de Probabilidades, na Figura 34, ao selecionar a Concentração de Surfactante Linear.

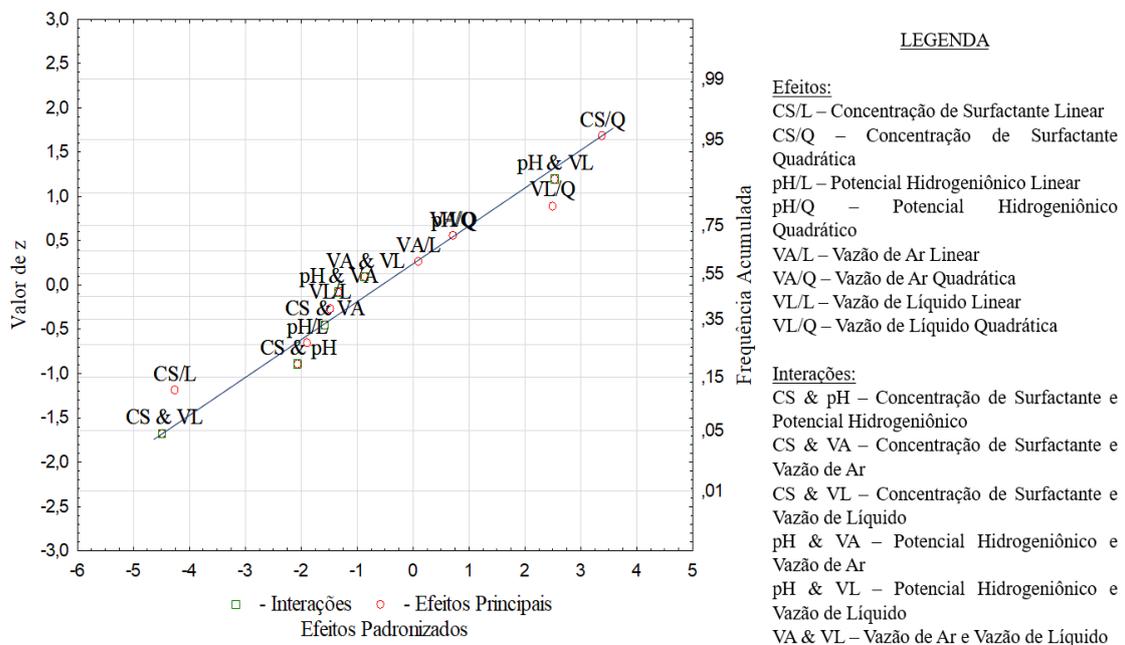


Figura 34 – Gráfico Normal de Probabilidade do Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Químico

A tabela de efeitos da ANM do Planejamento Químico, por outro lado na Tabela 12, apenas considerou as Vazões de Líquido Linear e Quadrática como estatisticamente significativas, refletindo, assim como no Planejamento Fluidodinâmico, a importância do equilíbrio da Vazão de Líquido para garantir uma produção de microbolhas viável. Por conseguinte, o Diagrama de Pareto e o Gráfico Normal de Probabilidade – nas Figuras 35 e 36, respectivamente – para a ANM do Planejamento Químico confirmam a escolha das Vazões de Líquido Linear e Quadrática.

Tabela 12 – Tabela de Efeitos para a Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Químico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	16,63	0,71	23,36	0,00	14,36	18,89
Vazão de Ar Linear	-0,49	0,58	-0,84	0,46	-2,34	1,36
Vazão de Ar Quadrática	0,43	0,58	0,75	0,51	-1,42	2,28
Vazão de Líquido Linear	2,74	0,58	4,71	0,02	0,89	4,59
Vazão de Líquido Quadrática	-2,98	0,58	-5,13	0,01	-4,83	-1,13
pH Linear	0,40	0,58	0,69	0,54	-1,45	2,25
pH Quadrático	-0,15	0,58	-0,26	0,81	-2,00	1,70
Concentração de Surfactante Linear	0,43	0,58	0,74	0,51	-1,42	2,28
Concentração de Surfactante Quadrática	0,35	0,58	0,60	0,59	-1,50	2,20
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	0,40	0,71	0,56	0,62	-1,87	2,66
Vazão de Ar e pH	0,15	0,71	0,20	0,85	-2,12	2,41
Vazão de Ar e Concentração de Surfactante	-0,06	0,71	-0,09	0,94	-2,33	2,20
Vazão de Líquido e pH	0,06	0,71	0,09	0,94	-2,20	2,33
Vazão de Líquido e Concentração de Surfactante	0,10	0,71	0,15	0,89	-2,16	2,37
pH e Concentração de Surfactante	-0,23	0,71	-0,32	0,77	-2,49	2,04

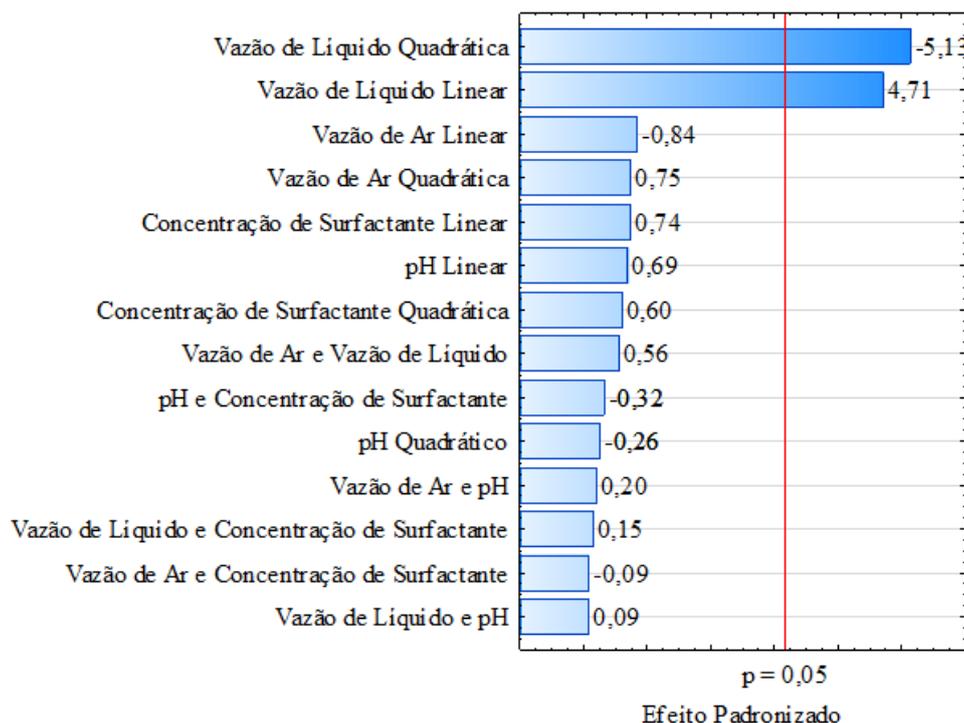


Figura 35 – Diagrama de Pareto da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Químico

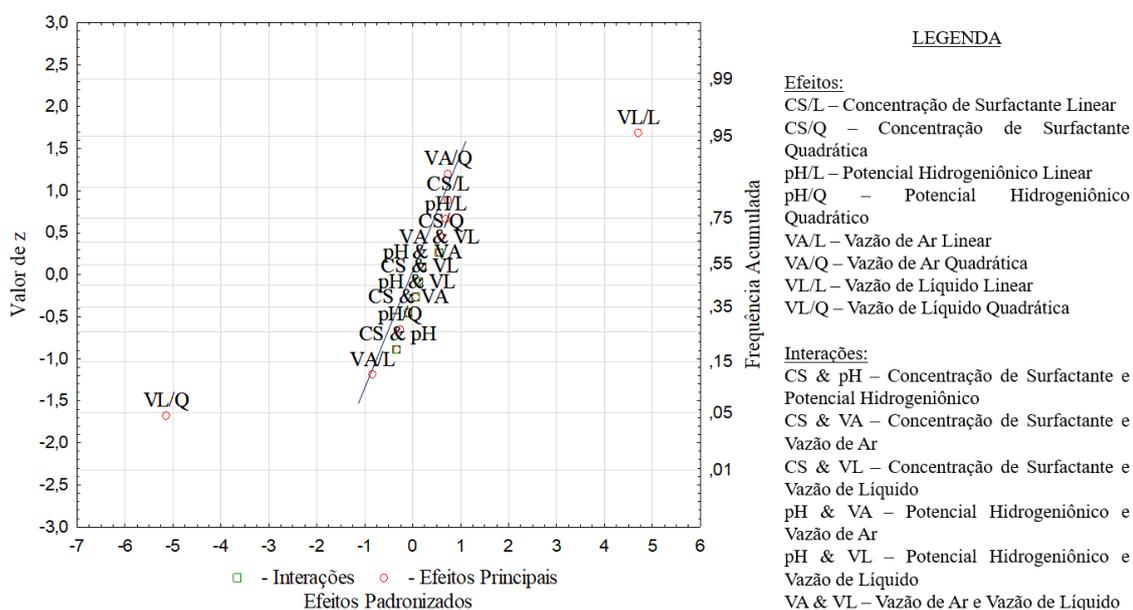


Figura 36 - Gráfico Normal de Probabilidade da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Químico

O Planejamento Químico, portanto, apresentou o ensaio 24 como as melhores condições para produção de microbolhas e com as variáveis estatisticamente significativas para um segundo planejamento: Vazão de Líquido e Concentração de Surfactante. Em base às condições do ensaio 24, sugere-se a fixação da Vazão de Ar e do

pH em $1,5 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ e 7, respectivamente, além das escolhas dos pontos axiais de 210 e 240 $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$ para a Vazão de Líquido e de 2,00 e 3,20 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ para a Concentração de Surfactante.

4.2.3 Planejamento Fatorial Biológico

A adição de um produto, seja quimicamente ou biologicamente sintetizado, a um processo precisa apresentar um grau de pureza elevado para que apenas o efeito deste produto seja percebido. A aplicação do líquido metabólico produzido pela bactéria *Pseudomonas cepacia* no processo de produção de microbolhas indicou uma redução do mínimo valor de DSD para 22 μm , quando comparado com o Planejamento Fluidodinâmico, conquanto manteve um elevado DSD máximo no Planejamento Biológico de 73 μm , conforme pode-se observar na Figura 37. Estes dados revelam que o biosurfactante, presente no líquido metabólico com uma Tensão Superficial de $28,94 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ e Concentração de Extrato Metabólico de $18,6 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$, foi capaz de reduzir o diâmetro das microbolhas, porém o possível excesso de outros metabólitos secundários sintetizados na fermentação impediram a plena redução dos diâmetros das microbolhas.

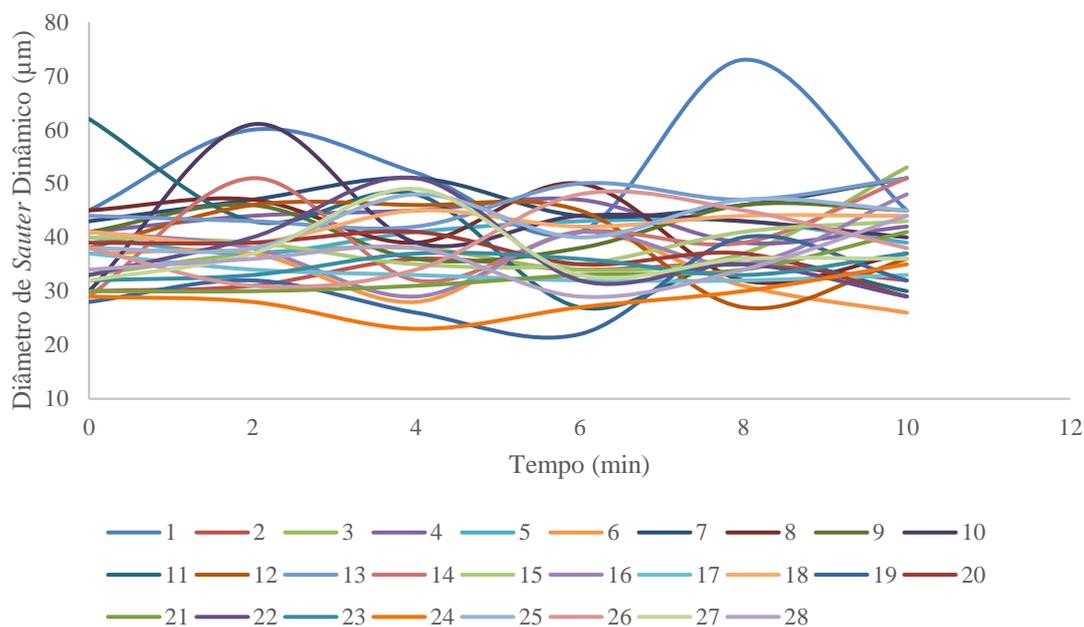


Figura 37 – Valores dos Diâmetros de Sauter Dinâmicos no Planejamento Biológico durante 10 min de Processo

As médias dos DSDs, vistas na Figura 38, expressam uma pequena variação entre os ensaios, indicando novamente a importância de um agente surfactante na estabilização do processo.

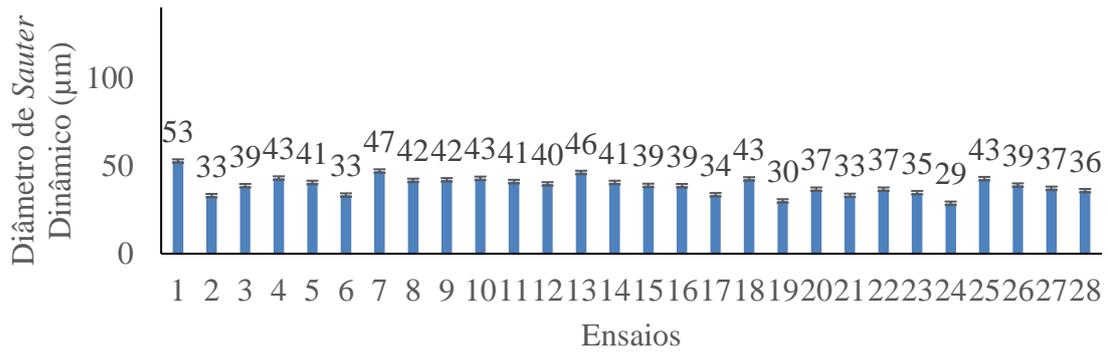


Figura 38 – Valores Médios dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos no Planejamento Biológico

Na interrupção do processo, pode-se perceber pela Figura 39 que houve aumentos de mais de 100% do DSE e que os pontos centrais 25, 26, 27 e 28 não apresentaram uma proximidade ao serem repetidos diante do excesso de metabólitos secundários, possivelmente.

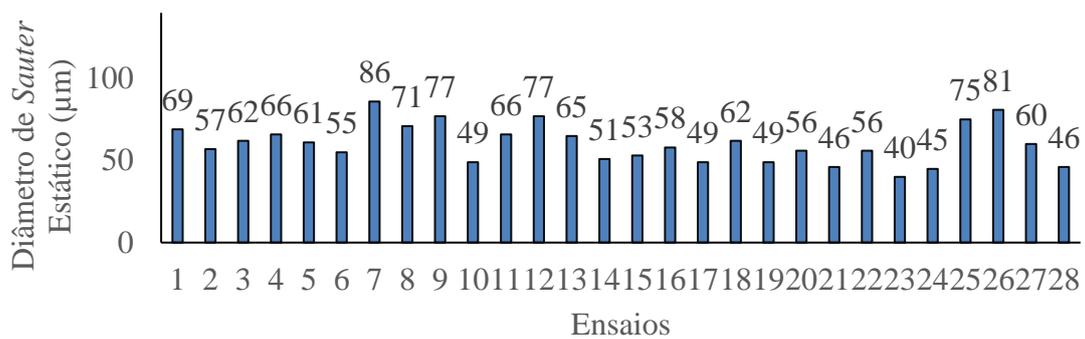


Figura 39 – Valores dos Diâmetros de *Sauter* Estáticos no Planejamento Biológico

A medição da ANM, na Figura 40, também apresentou reduções drásticas, quando comparada aos gráficos dos Planejamentos Fluidodinâmico e Químico.

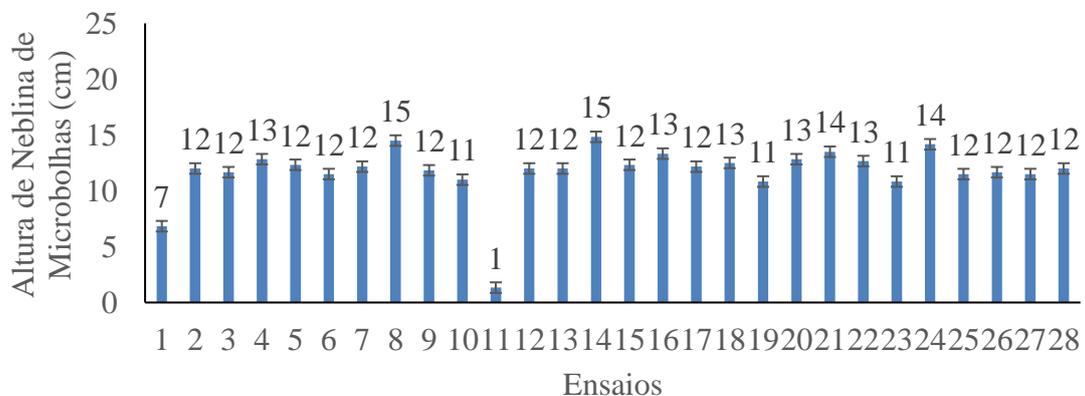


Figura 40 – Valores das Alturas de Nebolina de Microbolhas no Planejamento Biológico

As tabelas de efeitos tanto do DSD – Tabela 13 – quanto do DSE – Tabela 14 – não apresentaram nenhum efeito estatisticamente significativo. Logo, os Diagramas de Pareto e os Gráficos Normais não precisavam ser construídos.

Tabela 13 – Tabela de Efeitos para o Diâmetro de *Sauter* Dinâmico do Planejamento Biológico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	38,67	1,48	26,07	0,00	33,95	43,39
Vazão de Ar Linear	1,49	1,21	1,23	0,31	-2,37	5,34
Vazão de Ar Quadrática	1,91	1,21	1,58	0,21	-1,94	5,77
Vazão de Líquido Linear	0,60	1,21	0,49	0,66	-3,26	4,45
Vazão de Líquido Quadrática	-0,42	1,21	-0,35	0,75	-4,27	3,43
pH Linear	0,38	1,21	0,31	0,78	-3,48	4,23
pH Quadrático	0,37	1,21	0,31	0,78	-3,48	4,22
Concentração de Extrato Metabólico Linear	-3,85	1,21	-3,18	0,05	-7,70	0,01
Concentração de Extrato Metabólico Quadrática	-1,25	1,21	-1,04	0,38	-5,11	2,60
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	0,44	1,48	0,30	0,79	-4,28	5,16
Vazão de Ar e pH	-3,02	1,48	-2,04	0,13	-7,74	1,70
Vazão de Ar e Concentração de Extrato Metabólico	2,69	1,48	1,81	0,17	-2,03	7,41
Vazão de Líquido e pH	1,73	1,48	1,17	0,33	-2,99	6,45
Vazão de Líquido e Concentração de Extrato Metabólico	-0,31	1,48	-0,21	0,85	-5,03	4,41
pH e Concentração de Extrato Metabólico	3,65	1,48	2,46	0,09	-1,07	8,37

Tabela 14 – Tabela de Efeitos para o Diâmetro de *Sauter* Estático do Planejamento Biológico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	65,50	7,86	8,34	0,00	40,49	90,51
Vazão de Ar Linear	-0,42	6,42	-0,06	0,95	-20,84	20,00
Vazão de Ar Quadrática	-0,48	6,42	-0,07	0,95	-20,90	19,94
Vazão de Líquido Linear	-0,75	6,42	-0,12	0,91	-21,17	19,67
Vazão de Líquido Quadrática	-1,98	6,42	-0,31	0,78	-22,40	18,44
pH Linear	6,25	6,42	0,97	0,40	-14,17	26,67
pH Quadrático	-2,73	6,42	-0,43	0,70	-23,15	17,69
Concentração de Extrato Metabólico Linear	-3,75	6,42	-0,58	0,60	-24,17	16,67
Concentração de Extrato Metabólico Quadrática	-6,98	6,42	-1,09	0,36	-27,40	13,44
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	-7,63	7,86	-0,97	0,40	-32,63	17,38
Vazão de Ar e pH	-3,88	7,86	-0,49	0,66	-28,88	21,13
Vazão de Ar e Concentração de Extrato Metabólico	0,38	7,86	0,05	0,96	-24,63	25,38
Vazão de Líquido e pH	2,13	7,86	0,27	0,80	-22,88	27,13
Vazão de Líquido e Concentração de Extrato Metabólico	-0,63	7,86	-0,08	0,94	-25,63	24,38
pH e Concentração de Extrato Metabólico	8,13	7,86	1,03	0,38	-16,88	33,13

A ANM, em contraste a nenhum efeito significativo observado, apresentou 12 efeitos estatisticamente significativos, segundo a Tabela 15 e a Figura 41. A observação do Gráfico Normal, na Figura 42, indica que dos 12 efeitos estatisticamente significativos, apenas a Vazão de Líquido Linear encontra-se ligeiramente deslocada da reta imaginária. É difícil, todavia, afirmar que este efeito é estatisticamente significativo diante da divergência de resultados gerada provavelmente pela concentração de metabólitos secundários além do biossurfactante no líquido metabólico produzido pela bactéria *P. cepacia*. Logo, uma purificação do produto biotecnológico faz-se necessária.

Tabela 15 – Tabela de Efeitos para a Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Biológico

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t (3)	p	Limite Mínimo (-95%)	Limite Máximo (+95%)
Média	11,67	0,12	98,99	0,00	11,29	12,04
Vazão de Ar Linear	-0,38	0,10	-3,90	0,03	-0,68	-0,07
Vazão de Ar Quadrática	-0,01	0,10	-0,11	0,92	-0,32	0,30
Vazão de Líquido Linear	2,29	0,10	23,82	0,00	1,99	2,60
Vazão de Líquido Quadrática	-0,26	0,10	-2,71	0,07	-0,57	0,05
pH Linear	-0,32	0,10	-3,32	0,05	-0,63	-0,01
pH Quadrático	0,36	0,10	3,79	0,03	0,06	0,67
Concentração de Extrato Metabólico Linear	2,35	0,10	24,39	0,00	2,04	2,65
Concentração de Extrato Metabólico Quadrática	0,07	0,10	0,76	0,50	-0,23	0,38
Vazão de Ar e Vazão de Líquido	1,15	0,12	9,72	0,00	0,77	1,52
Vazão de Ar e pH	-2,40	0,12	-20,33	0,00	-2,77	-2,02
Vazão de Ar e Concentração de Extrato Metabólico	0,73	0,12	6,19	0,01	0,35	1,10
Vazão de Líquido e pH	0,69	0,12	5,83	0,01	0,31	1,06
Vazão de Líquido e Concentração de Extrato Metabólico	-1,35	0,12	-11,49	0,00	-1,73	-0,98
pH e Concentração de Extrato Metabólico	1,10	0,12	9,37	0,00	0,73	1,48

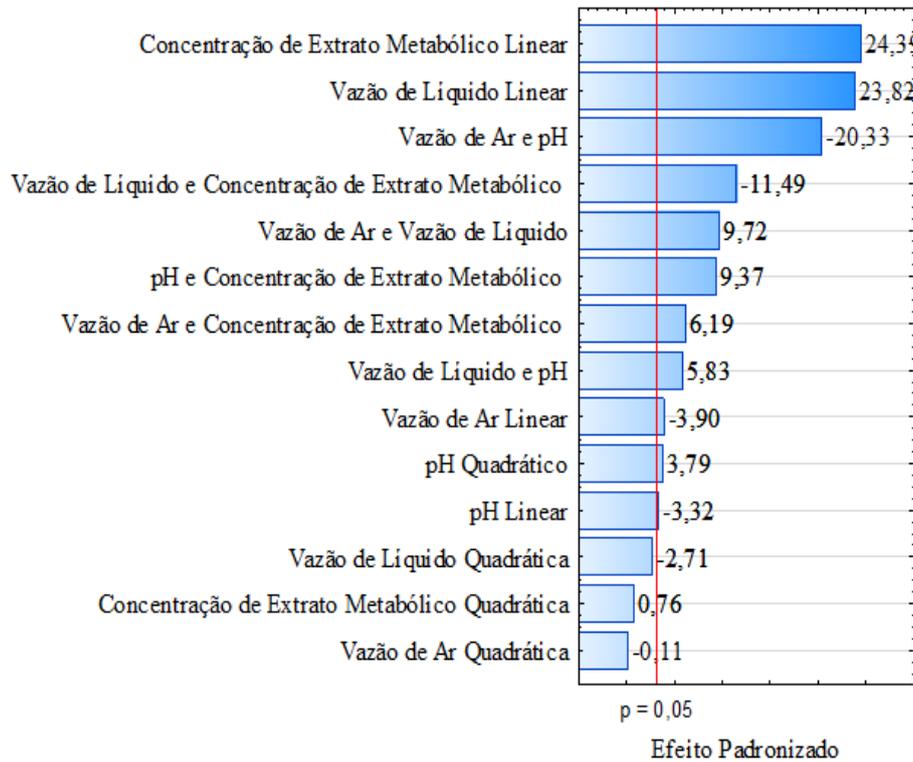


Figura 41 – Diagrama de Pareto da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Biológico

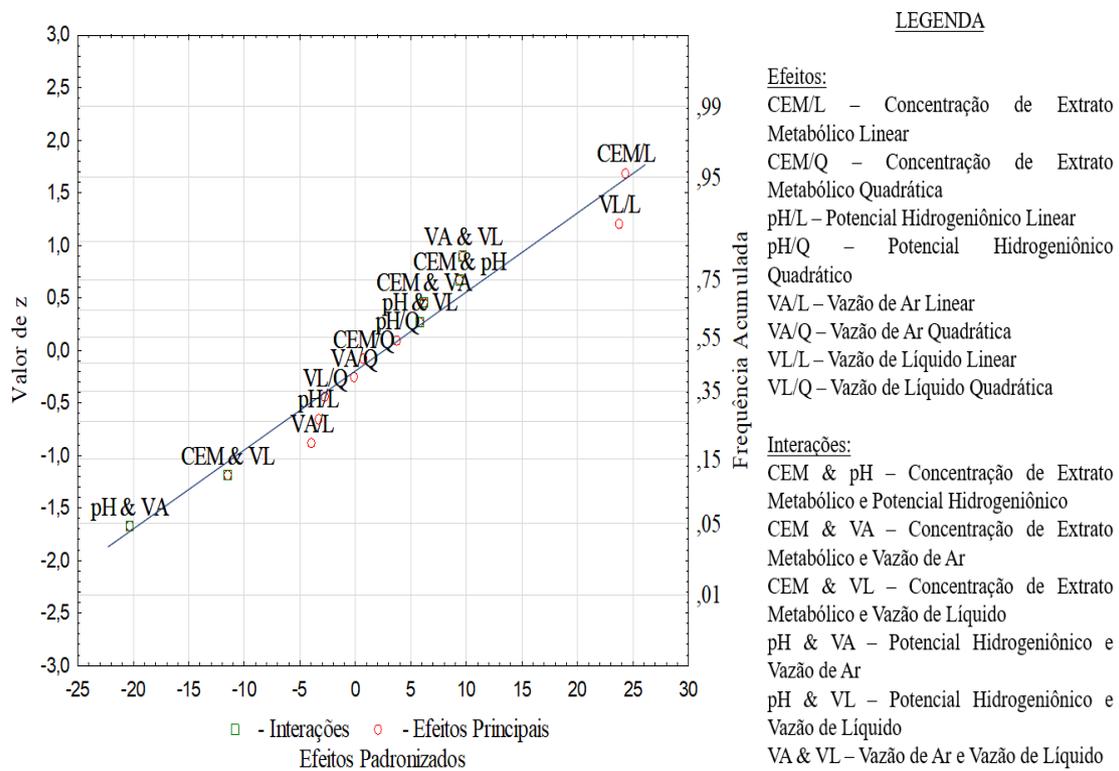


Figura 42 – Gráfico Normal de Probabilidade da Altura de Neblina de Microbolhas do Planejamento Biológico

Na divergência de valores e sem uma clara percepção estatística, a visualização das imagens dos perfis da altura de microbolhas foi o bom senso utilizado para decidir a melhor condição de produção de microbolhas no Planejamento Biológico, não excluindo os valores obtidos.

Um dos parâmetros a também ser analisado como sugestão é a turbidez do meio. Estas análises, no entanto, precisariam ser coletadas e analisadas no menor tempo possível a fim de evitar a coalescência das microbolhas. Logo, quando são comparadas a Figura 43 e a Figura 44, representando respectivamente os melhores ensaios do Planejamento Biológico – 21 e 24, segundo as melhores variáveis respostas analisadas – observa-se visualmente uma maior turbidez no ensaio 21 em relação ao ensaio 24. As diferenciações entre os ensaios 21 e 24 foram os pHs 5 e 7 e as concentrações de extrato metabólico 2,00 e 3,20, respectivamente, mantendo a Vazão de Líquido em $210 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ e a Vazão de Ar em $1,50 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$. Logo, o excesso de outros metabólitos secundários no ensaio 24, além do biossurfactante, prejudicou a formação de uma densa neblina de microbolhas e por isso houve a seleção do ensaio 21 como a melhor condição. Ambos os perfis são referentes ao tempo de 10 min de processo.



Figura 43 – Perfil de Produção de Microbolhas do Ensaio 21 do Planejamento Biológico



Figura 44 – Perfil de Produção de Microbolhas do Ensaio 24 do Planejamento Biológico

A melhor condição, pois, foi a do ensaio 21, apenas para efeito de teste com o óleo, mas não é sugerido um segundo planejamento fatorial até a purificação do biossurfactante produzido por *P. cepacia*.

4.3 APLICAÇÃO DE ÓLEO COM OS MELHORES RESULTADOS OBTIDOS DOS PLANEJAMENTOS FATORIAIS

A adição de óleo nas melhores condições dos planejamentos fatoriais proporcionou uma redução em todos os DSDs de acordo com a Figura 45, mantendo uma estabilidade durante os 10 min de processo de produção de microbolhas.

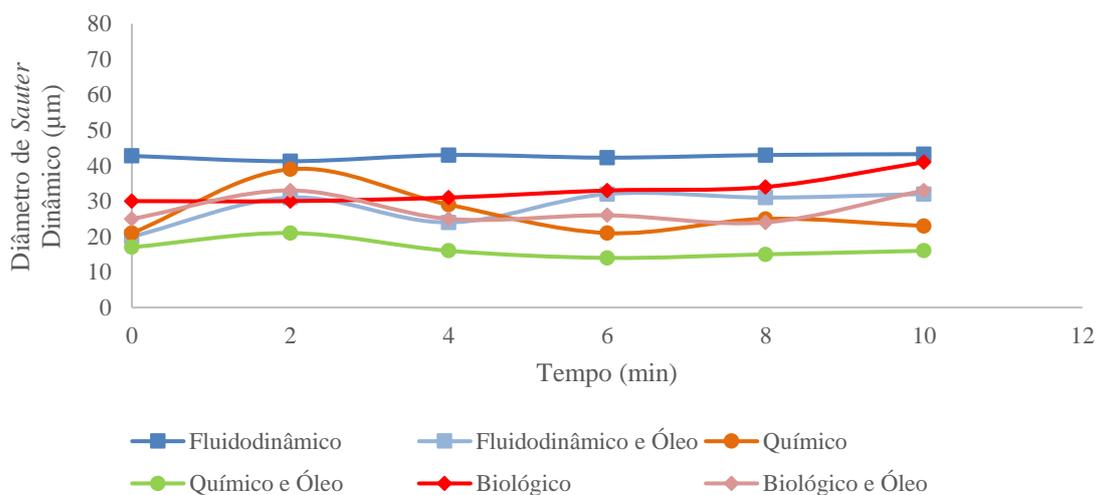


Figura 45 – Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais

A média dos valores dos DSDs também foi obtida e comparada, conforme apresenta a Figura 46. Essa redução do diâmetro pode ser explicada possivelmente pela apolaridade do óleo e do ar, aumentando as chances de interações intermoleculares, enquanto que a água, por ser um composto polar, realiza menos interações com as microbolhas. Esta proteção à microbolha causada pelo óleo viscoso evita, pois, a expansão do diâmetro. Equipamentos mais modernos podem ser instalados para a verificação desta suposição.

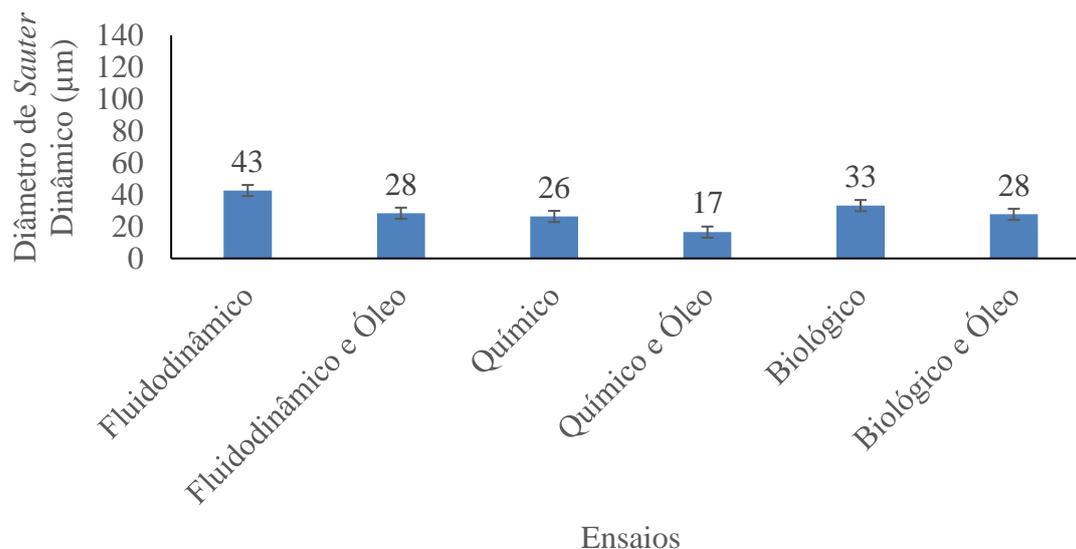


Figura 46 - Médias dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais

A interrupção do processo causou um aumento máximo de 30% do valor do DSEs, conforme verifica-se na Figura 47. O óleo, portanto, também conservou os DSEs.

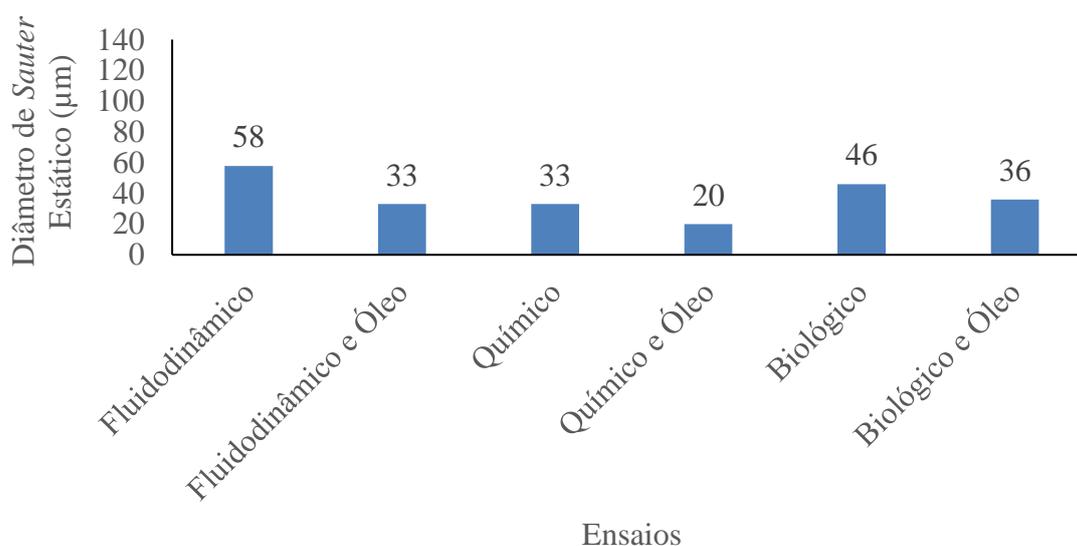


Figura 47 - Diâmetros de *Sauter* Estáticos sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais

Além da redução dos DSDs e DSEs, o óleo compactou as ANMs em todas as melhores condições, segundo a Figura 48, refletindo que a presença de $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de óleo é uma variável de entrada em potencial a ser estudada, desde que os equipamentos utilizados na medição não sejam danificados, razão pela qual o óleo foi testado no fim dos experimentos.

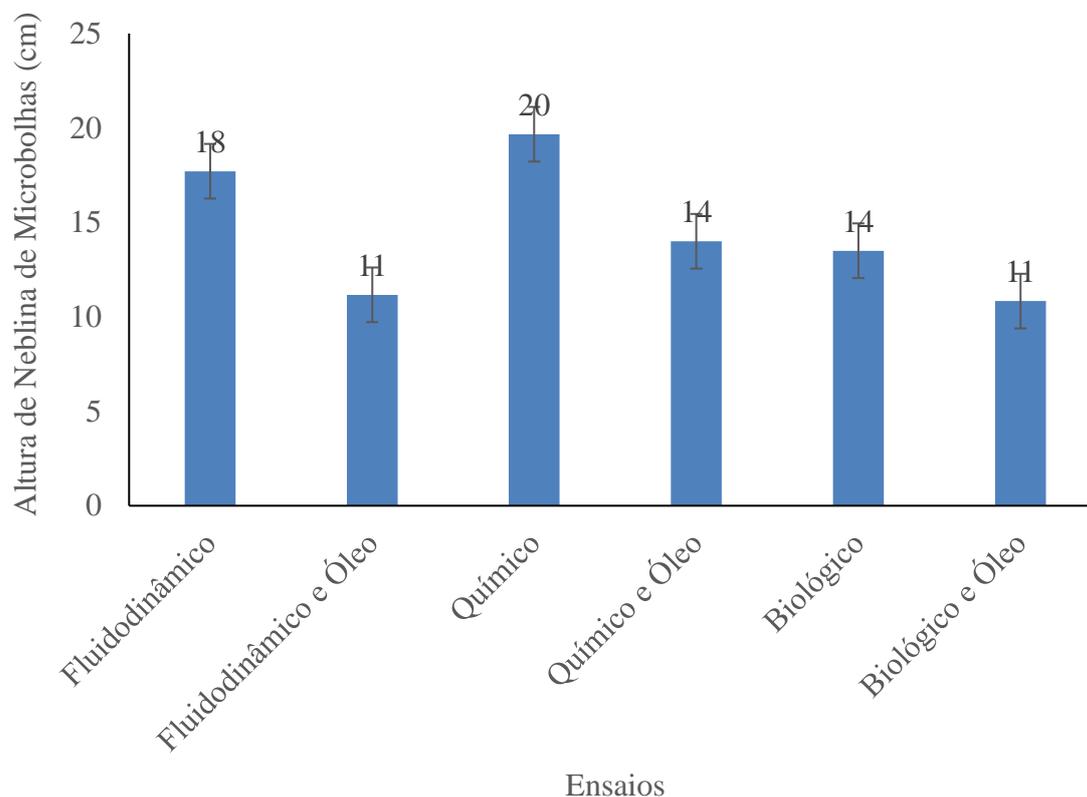


Figura 48 - Altura de Neblina de Microbolhas sem e com a Aplicação de uma Concentração de Óleo de $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ nos Melhores Experimentos dos Planejamentos Fatoriais

3.4 DADOS GERAIS DO PROCESSO

O trabalho possibilitou a medição de 22551 microbolhas, sendo 5003 microbolhas para o Planejamento Fluidodinâmico, 11863 microbolhas para o Planejamento Químico, 4822 microbolhas para o Planejamento Biológico e 863 microbolhas para os experimentos com óleo. O número total de microbolhas dividido pelos 71 experimentos realizados resultou em cerca de 318 microbolhas, sendo medidas ao longo de 45 dias manualmente, ou seja, cerca de 501 microbolhas por dia.

A Tabela 16 apresenta como os DSDs foram distribuídos nos Planejamentos Fluidodinâmico, Químico e Biológico, além dos experimentos com óleo, exaltando os excelentes resultados obtidos na presença de óleo com diâmetros de até $14 \mu\text{m}$.

Tabela 16 - Dados Gerais dos Diâmetros de *Sauter* Dinâmicos para os Experimentos Realizados

Parâmetros (μm)	Fluidodinâmico	Químico	Biológico	Óleo
Média	53	28	39	24
Mediana	52	28	38	25
Moda	44	27	41	31
Menor Diâmetro	32	18	22	14
Maior Diâmetro	74	40	73	33

Pagureva *et al.* (2016) identificaram diâmetros entre 300 e 2000 μm , enquanto que o maior DSD de microbolha encontrado foi 74 μm nos experimentos realizados neste trabalho. A forma de produção de microbolhas talvez seja o aspecto de distinção dos diâmetros obtidos, assim como a utilização do surfactante utilizado, o alquilbenzeno linear sulfonado.

Waters, Hadler e Cilliers (2008) observaram que quando o dodecilsulfato de sódio foi empregado, as microbolhas apresentaram um diâmetro de cerca de 50 μm , assemelhando-se aos diâmetros obtidos neste trabalho.

Calgaroto, Azevedo e Rubio (2016) evidenciaram diâmetros de microbolhas entre 30 e 100 μm , em um processo de flotação de espécies químicas de aminas insolúveis. Ademais, conseguiram mensurar também nanobolhas entre 150 e 800 nm.

Pérez-Garibay, Martínez-Ramos e Rubio (2012) perceberam a variação entre 60 e 150 μm de microbolhas com água sem contaminantes e com uma variação de temperatura entre 10 e 30°C, refletindo a importância da variação da temperatura, haja vista que utilizou-se uma temperatura fixa de 20°C neste trabalho.

5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

Ao longo do presente trabalho de pesquisa foi projetada e construída uma Unidade de Medição de Microbolhas executando os diferentes estágios desde do dimensionamento do Tanque de Medição de Microbolhas até a adaptação das lentes de microscópio na *GoPro Hero 6*, tendo disponibilizado uma ferramenta experimental para a equipe de pesquisa para avaliação do tamanho de bolhas com aplicação em sistemas de flotação.

5.1 CONCLUSÕES

Com emprego da Unidade de Medição de Microbolhas construída, foram analisados os efeitos dos parâmetros seguintes: Vazão de Ar, Vazão de Líquido, potencial hidrogeniônico (pH), concentração do surfactante químico ou concentração de biossurfactante e presença de óleo lubrificante na solução aquosa, sobre o tamanho das bolhas formadas (Diâmetro de *Sauter*) e a Altura de Neblina de Microbolhas. Com os resultados experimentais obtidos, adotando planejamentos estatísticos, conclui-se que:

- Na execução do Planejamento Fluidodinâmico, utilizando o sistema ar/água, os parâmetros estatisticamente significativos na definição do tamanho das bolhas de gás (diâmetro de *Sauter*) e na altura de neblina de microbolhas foram as vazões de ar e de líquido com destaque ao comportamento quadrático dos efeitos;

- Na execução do Planejamento Químico, sistema ar/água/surfactante químico, os parâmetros estatisticamente significativos na definição do tamanho das bolhas de gás a altura de neblina de microbolhas foram a Vazão de Líquido e a Concentração de Surfactante;

- Na execução do Planejamento Biológico, sistema ar/água/biossurfactante, permitiu observar que nenhum dos parâmetros estudados apresentou um efeito estatisticamente significativo na definição do tamanho das bolhas de gás e na altura de neblina de microbolhas, dentro os intervalos operacionais investigados;

- A adição de óleo lubrificante ($200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$), nas condições de menor diâmetro de *Sauter* e de elevada altura de neblina de microbolhas do Planejamento Fluidodinâmico, do Planejamento Químico e do Planejamento Biológico, favoreceu a redução ainda maior do Diâmetro de *Sauter*, porém com diminuição no mesmo tempo da Altura de Neblina de Microbolhas;

Finalmente, sugere-se que a Unidade de Medição de Microbolhas, projetada e construída ao longo deste trabalho, possa ser instalada em indústrias para um controle de qualidade do processo de flotação.

5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Os ensaios realizados na Unidade de Medição de Microbolhas, na sua versão atual, puderam mensurar com repetibilidade os diâmetros das microbolhas, independente do processo estar ou não em funcionamento, mas podem ser melhorados quanto da precisão da medição de tamanho das microbolhas e da tomada das informações. Inicialmente, fazem-se necessários uma iluminação mais potente, estável e submersa (> 200 lúmens); uma câmera de melhor resolução para fotografia do que a *GoPro Hero 6* ; um software hábil para avaliar o tamanho e a distribuição de tamanho das microbolhas e uma lente objetiva com aumento maior do que 10 vezes. Esses ajustes deverão: 1) averiguar a presença ou não de nanobolhas diante da densa neblina de microbolhas formada; 2) determinar o formato mais claro de cada microbolha; 3) reduzir o erro de medição; 4) possibilitar a medição de microbolhas diretamente na saída da tubulação com a finalidade de perceber a evolução do tamanho de microbolhas ao longo do processo, outrossim, a velocidade média e 5) permitir uma contagem precisa e total das microbolhas com quantificação da retenção gasosa.

A medição de Vazão de Ar precisa ser comparada com algum instrumento calibrado para permitir a validação do método. Por ser uma vazão muito baixa, torna-se inviável comprar um sensor pelo elevado custo de aquisição.

A concentração de óleo e a temperatura também podem ser empregadas como variáveis independentes para permitir maior compreensão dos mecanismos de geração de microbolhas. Enquanto que as medições da turbidez e do oxigênio dissolvido são duas variáveis dependentes e pertinentes a serem estudadas.

O aumento de pH tornou em alguns momentos a coloração da água esverdeada. Por isso, uma análise da água deve ser realizada para se investigar o seu impacto no mecanismo de geração de microbolhas e para tentar garantir uma reprodução efetiva dos resultados do processo.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, D.G.; SOARES DA SILVA, R.C.F.; LUNA, J.M.; RUFINO, R.D.; SANTOS, V.A.; BANAT, I.M.; SARUBBO, L.A. Biosurfactants: Promising Molecules for Petroleum Biotechnology Advances. **Frontiers in Microbiology**, v. 07, p. 1-14, 2016.
- AWAD, O.I.; MAMAT, R.; IBRAHIM, T.K.; ALI, O.M.; KARDIRGAMA, K.; LEMAN, A.M. Performance and combustion characteristics of an SI engine fueled with fusel oil-gasoline at different water content. **Applied Thermal Engineering**, v. 123, p. 1374-1385, 2017.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. **COMO FAZER EXPERIMENTOS**: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. 4. ed. Porto Alegre: Bookman, 2010. 424 p.
- BIRD, R.B.; STEWART, W.A.; LIGHTFOOT, E.N. **Transport Phenomena**. 2. ed. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 2002. 780 p.
- BRASIL. Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis. Óleo combustível. Disponível em: <<http://www.anp.gov.br/wwwanp/petroleo-derivados/155-combustiveis/1858-oleo-combustivel>>. Acesso em: 15 set. 2017.
- BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução 430/2011. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/legiabre.cfm?codlegi=646>>. Acesso em: 15 set. 2017.
- CALGAROTO, S.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Separation of amine-insoluble species by flotation with nano and microbubbles. **Minerals Engineering**, v. 89, p. 24-29, 2016.
- CALLAO, M.P. Multivariate experimental design in environmental analysis. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, v. 62, p. 86-92, 2014.
- CANDIOTI, L.V.; ZAN, M.M.D.; CÁMARA, M.S.; GOICOECHEA, H.C. Experimental design and multiple response optimization. Using the desirability function in analytical methods development. **Talanta**, v. 124, p. 123-138, 2014.
- CREMASCO, M.A. **OPERAÇÕES UNITÁRIAS EM SISTEMAS PARTICULADOS E FLUIDOMECÂNICOS**. 1. ed. São Paulo: Blucher, 2012. 422 p.
- ETCHEPARE, R.; OLIVEIRA, H.; AZEVEDO, A.; RUBIO, J. Separation of emulsified crude oil in saline water by dissolved air flotation with micro and nanobubbles. **Separation and Purification Technology**, v. 186, p. 326-332, 2017.
- FAINERMAN, V.B.; AKSENENKO, E.V.; KRÄGEL, J.; MILLER, R. Thermodynamics, interfacial pressure isotherms and dilational rheology of mixed protein-surfactant adsorption layers. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 233, p. 200-222, 2016.
- FROMETA, J.; DELORENZO, M.E.; PISARKI, E.C.; ELNOYER, P.J. Toxicity of oil and dispersant on the deep water gorgonian octocoral *Swiftia exserta*, with implications

for the effects of the Deepwater Horizon oil spill. **Marine Pollution Bulletin**, v. 122, p. 91-99, 2017.

HANOTU, J.; BANDULASENA, H.C.H.; CHIU, T.Y.; ZIMMERMAN, W.B. Oil emulsion separation with fluidic oscillator generated microbubbles. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 56, p. 119-125, 2013.

HERNANDEZ-ALVARADO, F.; KALAGA, D.V.; TURNEY, D.; BANERJEE, S.; JOSHI, J.B.; KAWAJI, M. Void fraction, bubble size and interfacial area measurements in co-current downflow bubble column reactor with microbubble dispersion. **Chemical Engineering Science**, v. 168, p. 403-413, 2017.

IATI. INSTITUTO AVANÇADO DE TECNOLOGIA E INOVAÇÃO (Recife-PE). Nathália Maria Padilha da Rocha e Silva; Valdemir Alexandre dos Santos; Leonie Asfora Sarubbo; Alex Élton de Moura; Rosangela Cristine da Silva Henauth; Mohand Benachour. **ADAPTADOR DE BOMBAS CENTRÍFUGAS PARA PRODUÇÃO ESTABILIZADA DE MICROBOLHAS**. BR n. 20201600212, 29/01/2016.

IATI. INSTITUTO AVANÇADO DE TECNOLOGIA E INOVAÇÃO (Recife-PE). Leonardo Bandeira de Melo; Pedro Pinto Ferreira Brasileiro; Valdemir Alexandre dos Santos; Leonie Asfora Sarubbo; Mohand Benachour; Rita de Cássia Freire Soares da Silva; Emmanuel Ferreira de Carvalho. **TORRE DE SATURAÇÃO INDUZIDA EM ESTÁGIOS**. BR n. 2020170160764, 27/07/2017.

JÚNIOR, J.P.T. **PASSANDO A LIMPO**: a flotação por ar dissolvido no tratamento de efluentes industriais. 1. ed. Jundiaí: Paco Editorial, 2015. 160 p.

KARN, A.; SHAO, S.; ARNDT, R.E.A.; HONG, J. Bubble coalescence and breakup in turbulent bubbly wake of a ventilated hydrofoil. **Experimental Thermal and Fluid Science**, v. 70, p. 397-407, 2016.

KITAGAWA, A.; DENISSENKO, P.; MURAI, Y. Effect of wall surface wettability on collective behavior of hydrogen microbubbles rising along a wall. **Experimental Thermal and Fluid Science**, v. 80, p. 126-138, 2017.

KYZAS, G.Z.; MATIS, K.A. Electroflotation process: A review. **Journal of Molecular Liquids**, v. 220, p. 657-664, 2016.

LEONE, A.; ROMANIELLO, R.; ZAGARIA, R.; TAMBORRINO, A. Mathematical modelling of the performance parameters of a new decanter centrifuge generation. **Journal of Food Engineering**, v. 166, p. 10-20, 2015.

LENIN, R.; JOY, P. Studies on the role of unsaturation in the fatty acid surfactant molecule on the thermal conductivity of magnetite nanofluids. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 506, p. 162-168, 2017.

LIU, M.; CHEN, J.; CAI, X.; HAN, Y.; XIONG, S. Oil–water pre-separation with a novel axial hydrocyclone. **Chinese Journal of Chemical Engineering**, DOI: 10.1016/j.cjche.2017.06.021, 2017.

MAZUMDAR, M.; JAMMORIA, A.S.; ROY, S. Effective rates of coalescence in oil–water dispersions under constant shear. **Chemical Engineering Science**, v. 157, p. 255-263, 2017.

MILLER, R.; AKSENENKO, E.V.; FAINERMAN, V.B. Dynamic interfacial tension of surfactant solutions. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 247, p. 115-129, 2017.

- OTZEN, D.E. Biosurfactants and surfactants interacting with membranes and proteins: Same but different?. **Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Biomembranes**, v. 1859, p. 639-649, 2017.
- PAGUREVA, N.; TCHOLAKOVA, S.; RUSANOVA, K.; DENKOV, N.; DIMITROVA, T. Factors affecting the coalescence stability of microbubbles. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 508, p. 21-29, 2016.
- PAINMANAKUL, P.; SASTARAVET, P.; LERSJINTANAKARN, S.; KHAODJIAR, S. Effect of bubble hydrodynamic and chemical dosage on treatment of oily wastewater by Induced Air Flotation (IAF) process. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 88, p. 693-702, 2010.
- PÉREZ-GARIBAY, R.; MARTÍNEZ-RAMOS, E.; RUBIO, J. Gas dispersion measurements in microbubble flotation systems. **Minerals Engineering**, v. 26, p. 34-40, 2012.
- RAMIREZ, M.I.; AREVALO, A.P.; SOTOMAYOR, S.; BAILON-MOSCOSO, N. Contamination by oil crude extraction e Refinement and their effects on human health. **Environmental Pollution**, v. 231, p. 415-425, 2017.
- RODRIGUES, M.I.; IEMMA, A.F. **Planejamento de Experimentos & Otimização de Processos**. 2. ed. Campinas: Cárita, 2009. 358 p.
- SAAVEDRA, L.C.C.; GÓMEZ, E.M.P.; OLIVEIRA, R.G.; FERNÁNDEZ, M.A. Aggregation behaviour and solubilization capability of mixed micellar systems formed by a gemini lipoamino acid and a non-ionic surfactant. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, DOI: 10.1016/j.colsurfa.2017.08.011, 2017.
- SANTOS DA SILVA, S.; CHIAVONE-FILHO, O.; BARROS NETO, E.L.; FOLETTI, E.L. Oil removal from produced water by conjugation of flotation and photo-Fenton processes. **Journal of Environmental Management**, v. 147, p. 257-263, 2015.
- SATHTHASIVAM, J.; LOGANATHAN, K.; SARP, S. An overview of oil-water separation using gas flotation systems. **Chemosphere**, v. 144, p. 671-680, 2016.
- SINZATO, Y.Z.; DIAS, N.J.S.; CUNHA, F.R. An experimental investigation of the interfacial tension between liquid-liquid mixtures in the presence of surfactants. **Experimental Thermal and Fluid Science**, v. 85, p. 370-378, 2017.
- SOARES DA SILVA, R.C.F.; ALMEIDA, D.G.; MEIRA, H.M.; JOSÉ DA SILVA, E.; FARIAS, C.B.B.; RUFINO, R.D.; LUNA, J.M.; SARUBBO, L.A. Production and characterization of a new biosurfactant from *Pseudomonas cepacia* grown in low-cost fermentative medium and its application in the oil industry. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, DOI: 10.1016/j.bcab.2017.09.004, 2017.
- SUMMERTON, E.; ZIMBITAS, G.; BRITTON, M.; BAKALIS, S. Low temperature stability of surfactant systems. **Trends in Food Science & Technology**, v. 60, p. 23-30, 2017.
- VAFAEI, S.; BORCA-TASCIUC, T.; WEN, D. Investigation of nanofluid bubble characteristics under non-equilibrium conditions. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 86, p. 116-124, 2014.
- VARJANI, S.J.; UPASANI, V.N. Critical review on biosurfactant analysis, purification and characterization using rhamnolipid as a model biosurfactant. **Bioresource Technology**, v. 232, p. 389-397, 2017.

WANG, G.; YIN, Q.; BAI, Y.; MA, X.; DU, Z.; WANG, W. Surface activities and aggregation behaviors of cationic - anionic fluorocarbon - hydrocarbon surfactants in dilute solutions. **Journal of Molecular Liquids**, v. 234, p. 142-148, 2017.

WANG, L.; PENG, Y.; RUNGE, K.; BRADSHAW, D. A review of entrainment: Mechanisms, contributing factors and modelling in flotation. **Minerals Engineering**, v. 70, p. 77-91, 2015.

WATERS, K.E.; HADLER, K.; CILLIERS, J.J. The flotation of fine particles using charged microbubbles. **Minerals Engineering**, v. 21, p. 918-923, 2008.

YU, L.; HAN, M.; HE, F. A review of treating oily wastewater. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 10, p. S1913-S1922, 2017.

APÊNDICE A – Código da Unidade de Produção de Microbolhas

```
#include <LiquidCrystal.h> // Biblioteca para o Liquid Cristal Display (LCD).

float flow; // Mede o fluxo em L·h-1.

int countPulse; // Mede a quantidade de giros do sensor de fluxo.

int pump = 10; // Define o pino digital 10 para o relê da bomba.

int LEDs = 11; // Define o pino digital 11 para o relê dos Light-emitting Diodes (LEDs).

LiquidCrystal lcd(8, 7, 6, 5, 4, 3); // Define os pinos digitais conectados ao LCD: 3, 4, 5,
6, 7 e 8.

void setup() // Execução de Inicialização.

{

  pinMode(2, INPUT); // Determinação do pino 2 como entrada digital dos dados do sensor
de fluxo.

  pinMode(pump, OUTPUT); // Determinação da bomba como saída de sinal.

  pinMode(LEDs, OUTPUT); // Determinação dos LEDs como saída de sinal.

  digitalWrite(pump, LOW); // Deixa a bomba sempre ligada, mas é necessária a ativação
física pelo botão.

  digitalWrite(LEDs, LOW); // Deixa os LEDs sempre ligados, mas é necessária a ativação
física pelo botão.

  lcd.begin(16, 2); // Inicialização do LCD.

  lcd.setCursor( 4, 0); // Posicionamento do Cursor do LCD na quarta coluna e na primeira
linha.

  lcd.print("Welcome,"); // Escrita de texto no LCD.
```

```
lcd.setCursor( 4, 1); // Posicionamento do Cursor do LCD na quarta coluna e na segunda linha.
```

```
lcd.print(" Pedro!"); // Escrita de texto no LCD.
```

```
delay(3000); // Demora de 3000 milissegundos (3 segundos).
```

```
lcd.clear(); // Limpeza da tela do LCD.
```

```
attachInterrupt(0, inpulse, RISING); // Função de interrupção para zerar o sensor de fluxo.
```

```
}
```

```
void loop() // Rotina do controlador.
```

```
{
```

```
countPulse = 0; // Anula o número de giros.
```

```
sei(); //Habilita interrupção
```

```
delay (1000); //Aguarda 1 segundo
```

```
cli(); //Desabilita interrupção
```

```
// Medição da Vazão
```

```
flow = countPulse*60 / 5.5; // Fórmula para conversão de pulsos para  $L \cdot h^{-1}$ .
```

```
lcd.setCursor(5, 0); // Posicionamento do Cursor do LCD na quinta coluna e na primeira linha.
```

```
lcd.print("Flow "); // Escreve o texto no LCD.
```

```
lcd.setCursor(3,1); // Posicionamento do Cursor do LCD na terceira coluna e na segunda linha.
```

```
lcd.print(flow); // Escreve no LCD o valor da vazão de água.
```

```
lcd.print(" L/h "); // Escreve o texto no LCD.
```

```
delay (1000);
```

```
}
```

```
void incpulse () // Função de aumento de pulsos
```

```
{
```

```
    countPulse++; // Aumenta a variável de pulsos.
```

```
}
```