



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

## **TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

RAYSSA KELEN DE MENDONÇA GOMES

**EXTRAÇÃO DE PECTINA DE RESÍDUOS AGROALIMENTARES  
PARA APLICAÇÃO COMO COAGULANTE NO TRATAMENTO DE  
EFLUENTES TÊXTEIS**

Recife-PE

2022

RAYSSA KELEN DE MENDONÇA GOMES

## **TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

### **EXTRAÇÃO DE PECTINA DE RESÍDUOS AGROALIMENTARES PARA APLICAÇÃO COMO COAGULANTE NO TRATAMENTO DE EFLUENTES TÊXTEIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Coordenação do Curso de Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial à obtenção do grau de Bacharel em Engenharia Química.

Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Daniella Carla Napoleão.

Recife

2022

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do programa de geração automática do SIB/UFPE

Gomes, Rayssa Kelen de Mendonça.

Extração de pectina de resíduos agroalimentares para aplicação como  
coagulante no tratamento de efluentes têxteis / Rayssa Kelen de Mendonça  
Gomes. - Recife, 2022.

51 : il., tab.

Orientador(a): Daniella Carla Napoleão

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de  
Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Engenharia Química -  
Bacharelado, 2022.

1. Coagulação. 2. Extração. 3. Hidrotérmico. I. Napoleão, Daniella Carla .  
(Orientação). II. Título.

660 CDD (22.ed.)

## **AGRADECIMENTOS**

À minha família, em especial minha mãe, Ediene Mendonça, pai, Charley Gomes, e irmão, Charley Gomes Filho, por todo carinho, incentivo, orientação, valores e por sempre acreditarem em mim.

À minha orientadora Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Daniella Carla Napoleão, por todo carinho, paciência, disponibilidade e suporte, bem como por todo conhecimento compartilhado e toda contribuição para o meu crescimento acadêmico e pessoal ao longo dos últimos anos.

À Rayany Magali da Rocha Santana por toda amizade, disposição em ensinar e ajudar, bem como pelas ideias maravilhosas e por ter me mostrado que fazer pesquisa é legal.

A todos do Laboratório de Engenharia Ambiental e da Qualidade (LEAQ), pelo carinho e suporte imenso, em especial à Vanessa Oliveira, Naiana Neves e Fernanda Sobreira, por toda ajuda, leveza e incentivo que vocês trouxeram.

À Marina Nunes, Raíssa Aguiar e Carolaine Oliveira por todas as tarde e noites juntas fazendo experimentos e por todas as risadas quando tudo parecia dar errado. Vocês tornaram tudo mais fácil.

À minha prima Gessika Dantas, por todo suporte, amizade e por todas as conversas e risadas que deixaram os dias mais leves.

Aos meus colegas de turma e amigos, em especial a Richardson Silveira, Lucas Amorim, Dennys Santana e Gabriel Braga por tornarem esses anos de curso muito especiais para mim, por todo companheirismo, por sempre me ensinarem a ver o lado bom das situações e por todos os momentos de descontração.

À Fundação de Apoio ao Desenvolvimento da Universidade Federal de Pernambuco (FADE/UFPE) e a Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco (FACEPE) pelo apoio financeiro.

## RESUMO

A indústria têxtil é um setor de grande relevância para a economia mundial e com perspectivas de crescimento significativo nos próximos anos. Entretanto, apesar de sua importância econômica, o seu processo produtivo tem um alto consumo de água e, consequentemente, gera uma elevada quantidade de efluentes. Dentre os principais componentes desses efluentes estão os corantes têxteis que quando presentes nos corpos receptores podem trazer prejuízos significativos para o meio ambiente. Nesse contexto, a coagulação é um processo físico-químico utilizado para a remoção de sólidos suspensos e dissolvidos, coloides e matéria orgânica. A pectina é um polissacarídeo com capacidade de produção de géis que pode ser produzido via método convencional hidrotérmico ou por métodos alternativos para aplicação como coagulante. Assim, o presente trabalho buscou extrair pectina das cascas de laranja e maracujá via método hidrotérmico e método alternativo empregando ultrassom, bem como caracterizar esse material e verificar sua aplicação como coagulante em uma solução de corantes têxteis. Para tanto foram realizados estudos utilizando planejamento fatorial  $2^3$  com ponto central em triplicata para o método convencional avaliando as variáveis: tempo (30, 75 e 120 min), razão casca/solvente extrator (1:20, 1:35 e 1:50) e temperatura (30, 55 e 80 °C). Para o método com emprego de ultrassom foi realizado um planejamento fatorial  $2^4$  com ponto central em triplicata avaliando: tempo (30, 75 e 120 min), razão casca/solvente extrator (1:20, 1:35 e 1:50), temperatura (30, 55 e 80 °C) e potência do equipamento (140, 170 e 200 W). As pectinas produzidas através dos dois métodos foram caracterizadas por espectroscopia de FT-IR e seus graus de esterificação foram determinados através do método titulométrico adaptado do *Food Chemical Codex* (1981). Por fim, foram realizados testes de coagulação-floculação com a pectina, com o cloreto férrico e com diferentes combinações dos dois (proporções de 1:1, 1:2, 1:3 e 3:1), sendo utilizado para isso um *jar test*. Os resultados obtidos permitiram verificar que as condições ótimas para o método convencional corresponderam a 120 min, razão casca/solvente extrator 1:20 e 80 °C; 120 min, razão 1:50 e 80 °C para a extração a partir da laranja e do maracujá, obtendo 15,32% e 33,61% de rendimento, nesta ordem. Para o método com ultrassom as melhores condições foram 120 min, razão casca/solvente extrator 1:50, 80 °C e 200 W; 120 min, razão casca/solvente extrator 1:20 30 °C e 200 W para a laranja e o maracujá, com rendimentos de 12,55% e 15,32%, respectivamente. As pectinas extraídas a partir dos diferentes métodos e matrizes ao serem avaliadas via FT-IR também se mostraram de acordo com o espectro descrito na literatura para esse material, apresentando ainda um grau de esterificação que indica um baixo teor de metoxila. No tocante ao estudo de coagulação-floculação, as diferentes concentrações de pectina utilizadas de forma isolada apresentaram baixo percentual de remoção da cor (< 2%), indicando que esse material não deve ser utilizado isoladamente para o tratamento de corantes têxteis. Além disso, verificou-se que o  $\text{FeCl}_3$  conduziu a uma remoção da cor de 93,96% ao ser empregado na concentração de 0, 25 g.L<sup>-1</sup>, enquanto o uso de  $\text{FeCl}_3$ /pectina (3:1) aumentou a eficiência em 5% e o tempo de decantação foi reduzido para cerca de 30 min. Desse modo, pode-se concluir que o método convencional se mostrou mais eficiente na extração da pectina das matrizes vegetais em estudo. Além disso, a pectina obtida não é um bom coagulante quando empregada de forma separada, entretanto quando combinada com um coagulante convencional foi possível atingir o objetivo desse trabalho, indicando que esta funciona no sistema como um biocoagulante.

Palavras-chaves: Coagulação. Extração. Hidrotérmico.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1 –</b>	Mecanismos de coagulação.....	16
<b>Figura 2 –</b>	Estrutura química da pectina.....	19
<b>Figura 3 –</b>	Estrutura da pectina para diferentes graus de esterificação: (A) Alto metoxil e (B) Baixo metoxil.....	20
<b>Figura 4 –</b>	Carta de Pareto da análise estatística da extração de pectina da casca de laranja pelo método convencional para um nível de confiança de 95% (Erro residual: 0,585).....	28
<b>Figura 5 –</b>	A análise estatística da extração de pectina da casca de maracujá pelo método convencional: (A) Carta de Pareto; (B) Superfície de resposta da interação entre a razão casca/solvente e a temperatura; (C) Superfície de resposta da interação entre o tempo e a temperatura, para 95% de confiança (Erro residual: 0,867).....	30
<b>Figura 6 –</b>	A análise estatística da extração de pectina da casca de laranja via método ultrassônico: (A) Carta de Pareto; (B) Cubo de resposta da interação entre a razão casca/solvente, potência e a temperatura; (C) Cubo de resposta da interação entre o tempo, potência e a temperatura, para 95% de confiança (Erro residual: 0,041).....	33
<b>Figura 7 –</b>	A análise estatística da extração de pectina da casca de maracujá via método ultrassônico: (A) Carta de Pareto; (B) Cubo de resposta da interação entre tempo, razão casca/solvente e potência; (C) Cubo de resposta da interação entre tempo, temperatura e potência; (D) Cubo de resposta da interação entre tempo, razão casca/solvente e temperatura, para 95% de confiança (Erro residual: 0,027).....	35
<b>Figura 8 –</b>	Espectros de FTIR para as pectinas provenientes do método hidrotérmico a partir da casca de laranja (MH – L) e de maracujá (MH – M) e do método empregando banho ultrassônico para as casca de laranja (US – L) e maracujá (US – M).....	37
<b>Figura 9 –</b>	Varreduras espectrais da solução inicial e após cada um dos ensaios de coagulação.....	40
<b>Figura 10 –</b>	Etapa de floculação utilizando: a) $\text{FeCl}_3$ sem pectina e b) com pectina.....	40

**Figura 11** – Resultado após 60 min de decantação para 0,25 g.L<sup>-1</sup> de FeCl<sub>3</sub> e: (A) 0,075 g. L<sup>-1</sup> de pectina; (B) 0,25 g. L<sup>-1</sup> de pectina; (C) 0,50 g. L<sup>-1</sup> de pectina e 41  
(D) 0,75 g. L<sup>-1</sup> de pectina.....

**Figura 12** – Comparação entre o tempo de decantação sem (à esquerda) e com pectina (3:1) (à direita) com: (A) Imediatamente após ser retirado do *jar test*; (B) 42  
após 5 min de decantação; (C) após 10 min de decantação; (D) após 15 min de decantação; (E) após 20 min de decantação; (F) após 30 min de decantação; (G) após 40 min de decantação; (H) após 60 min de decantação.....

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Avaliação da influência da agitação no processo de extração convencional.....	26
<b>Tabela 2</b> – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração convencional da laranja.....	27
<b>Tabela 3</b> – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração convencional do maracujá.....	29
<b>Tabela 4</b> – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração com banho ultrassônico da laranja.....	32
<b>Tabela 5</b> – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração com banho ultrassônico do maracujá.....	34
<b>Tabela 6</b> – Eficiência de remoção da cor para as diferentes combinações de $\text{FeCl}_3$ e pectina.....	39



## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

%GE	Grau de esterificação
ABIT	Associação Brasileira da Indústria Têxtil e de Confeção
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
CPRH	Agência Estadual do Meio Ambiente
DBO	Demanda bioquímica de oxigênio
DQO	Demanda química de oxigênio
ETE	Estação de tratamento de efluentes
FeCl <sub>3</sub>	Cloreto férrico
FT-IR	Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier
MH – L	Método hidrotérmico a partir da casca de laranja
MH – M	Método hidrotérmico a partir da casca de maracujá
PF	Planejamento fatorial
R	Rendimento
US – L	Método empregando banho ultrassônico para casca de laranja
US – M	Método empregando banho ultrassônico para casca de maracujá
USEPA	Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos da América
V <sub>f</sub>	Volume final
V <sub>i</sub>	Volume inicial

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	10
<b>2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	12
2.1. A INDÚSTRIA TÊXTIL E SEUS EFLUENTES	12
2.1.1. Corantes têxteis	13
2.2. LEGISLAÇÃO AMBIENTAL	14
2.3. TRATAMENTO DE EFLUENTES TÊXTEIS	15
<b>2.3.1. Coagulação</b>	15
2.3.1.1. <i>Coagulantes naturais</i>	17
2.4. PECTINA	18
2.4.1. Método convencional de extração	21
2.4.2. Métodos alternativos para extração de pectina: técnica assistida por ultrassom	22
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b>	23
3.1. EXTRAÇÃO DA PECTINA	23
3.2. CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA EXTRAÍDA	24
3.3. TESTE DE COAGULAÇÃO-FLOCULAÇÃO	24
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	26
4.1. EXTRAÇÃO DA PECTINA VIA MÉTODO CONVENCIONAL (HIDROTÉRMICO)	26
4.2. EXTRAÇÃO DA PECTINA COM AUXÍLIO DE UM BANHO ULTRASSÔNICO	31
4.3. CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA EXTRAÍDA PELOS DIFERENTES MÉTODOS	36
4.4. TESTE DE COAGULAÇÃO-FLOCULAÇÃO	38
<b>5. CONCLUSÕES</b>	44
REFERÊNCIAS	45

## 1. INTRODUÇÃO

As indústrias manufatureiras, como a têxtil (terceiro maior usuário de água doce do mundo), usualmente necessitam de altos volumes de água em suas diferentes etapas de processamento. É estimado que até 2050 esse setor apresentará um aumento do consumo de água doce em 400% (HAQUE *et al.* 2021). Em conjunto com o grande volume de água consumido por esse tipo de indústria, está também a utilização de diversos produtos químicos sintéticos nos diferentes estágios produtivos. Com isso, é gerada uma elevada quantidade de águas residuais contendo cor e outras características prejudiciais ao corpo receptor desses efluentes, o que é uma preocupação para as principais economias associadas ao setor como é o caso do Brasil, Índia, China, Paquistão, Malásia e Bangladesh (KISHOR *et al.* 2021a).

A indústria têxtil brasileira corresponde a quinta maior do mundo e trata-se da maior cadeia completa do Ocidente (CAVALCANTI; SANTOS 2022). A produção desse setor é uma importante fonte de renda para alguns estados como o de Pernambuco, que apresenta um polo entre os municípios de Caruaru, Toritama e Santa Cruz do Capibaribe (SILVA; BORGIANI 2021).

Entretanto, apesar da relevância do setor para a economia do país, a busca por processos mais sustentáveis, em conjunto com o surgimento de leis cada vez mais rígidas, acarreta a necessidade do correto tratamento dos efluentes gerados. Isso visa reduzir os efeitos adversos causados ao meio ambiente pela persistência de compostos como os corantes têxteis nas matrizes aquáticas, uma vez que esses dificultam uma série de processos biológicos essenciais à vida (SOUZA NETO *et al.* 2019).

Dentre os principais processos aplicados nas estações de tratamento de efluentes (ETE) no Brasil estão os processos físico-químicos, com ênfase para o processo de coagulação. Este age induzindo a produção de flocos contendo as impurezas da água e sua posterior precipitação por ação da gravidade, o que é bastante eficiente na eliminação de coloides e sólidos em suspensão (RAMOS *et al.* 2021).

Os coagulantes podem ser divididos de forma simplificada em coagulantes convencionais (sintéticos ou também inorgânicos) e coagulantes naturais. Estudos vêm demonstrando que apesar da maior eficiência dos primeiros, os classificados como naturais apresentam vantagens associadas à elevação da sustentabilidade do processo, com um lodo formado de menor toxicidade e em menores quantidades (ANG; MOHAMMAD 2020; PARRA *et al.* 2022; NIMESHA *et al.* 2022).

Dentre os coagulantes naturais que têm despertado interesse está a pectina, a qual corresponde a um polissacarídeo com larga aplicação nas indústrias alimentícia e farmacêutica e que apresenta propriedades favoráveis para o tratamento de águas residuais (TABAKI; ARDESTANI 2021). O processo utilizado para a extração desse polissacarídeo apresenta influência na estrutura obtida e, consequentemente, na sua forma de interação com o efluente industrial, sendo comumente utilizada a extração sólido-líquido com o emprego de ácidos fortes ou de agentes como o citrato (ALMAGRO *et al.* 2021). Entretanto, melhorias foram relatadas ao combinar o processo de extração química com diferentes técnicas como micro-ondas e ultrassom (KUMAR *et al.* 2020).

Tendo isso em vista, o presente trabalho buscou avaliar a eficiência da extração de pectina, de resíduo das cascas de laranja e maracujá, com o auxílio de banho ultrassônico em comparação com o método convencional de extração. Este trabalho teve ainda como objetivos específicos:

- Extrair pectina das cascas de laranja e maracujá por meio das técnicas de extração convencional e utilizando radiação ultrassônica;
- Avaliar a influência das variáveis descritas na literatura para as técnicas de extração em estudo;
- Otimizar as condições operacionais de extração;
- Realizar uma análise comparativa entre a pectina extraída das cascas de laranja e maracujá nos dois métodos avaliados;
- Estudar a possibilidade de utilização da pectina produzida nas melhores condições dos processos como coagulante para remoção da cor de soluções aquosas de uma mistura de corantes têxteis (preto direto 22, vermelho direto 23, vermelho direto 227 e azul reativo 21).

## 2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1. A INDÚSTRIA TÊXTIL E SEUS EFLUENTES

A indústria têxtil corresponde a uma das principais impulsionadoras da economia global, principalmente para os países em desenvolvimento, sendo considerado um dos maiores setores industriais, juntamente com o ramo alimentício, as refinarias de petróleo, as indústrias de metais refinados e de processos químicos associados à exploração das águas doces (BEHERA *et al.* 2021; KISHOR *et al.* 2021b). Tal setor está em constante expansão e as previsões indicam que, até 2025, esse ramo industrial apresentará um crescimento entre 20 e 30% da sua capacidade produtiva (ROSA *et al.* 2020).

No Brasil, esse setor também é bastante significativo para a economia, uma vez que o país possui a 5ª maior indústria têxtil do mundo e a maior cadeia completa do Ocidente (possuindo todas as etapas de produção, do cultivo do algodão à comercialização dos produtos acabados no varejo). Foram contabilizadas 25,5 mil empresas formais e uma produção média de 1,3 milhões de toneladas de tecidos, em 2018, conforme informado pela Associação Brasileira da Indústria Têxtil e de Confecção (ABIT) (RAMOS *et al.* 2021; CAVALCANTI; SANTOS 2022).

Porém, essa indústria é conhecida historicamente por utilizar uma alta carga de poluentes. Dessa forma, em conjunto ao seu crescimento está também a elevação da produção de resíduos, de modo que se estima que de 17 a 20% da poluição industrial das águas está associada à sua cadeia produtiva, a qual gera de 125 a 150 L de efluentes por quilograma de produto final (CHANIKYA *et al.* 2021). Dentre as principais etapas do processo produtivo dessa indústria (produção de fibras, fiação, tecelagem, tinturaria/tingimento, lavanderia, confecção e varejo), a etapa de tingimento é considerada aquela responsável pela maior parte de efluentes produzidos (NARIMATSU *et al.* 2020).

Em virtude dos insumos químicos utilizados, os efluentes têxteis são ricos principalmente em matéria orgânica, apresentando alta turbidez devido à presença de sólidos em suspensão e de substâncias complexas e recalcitrantes, como os corantes. Estes são perdidos entre 10 e 15% durante a etapa de tingimento (NARIMATSU *et al.* 2020; ALDERETE *et al.* 2021). Além disso, os efluentes descartados apresentam ainda tensoativos orgânicos (carboxilatos, sulfonatoses, fosfatos de éter alquílico), álcalis (hidróxido de sódio), solventes (hidrocarbonetos, diclorometano), sais (cloreto de sódio e de potássio) e metais pesados (zinco,

cobre, chumbo, cromo), de tal forma que a eliminação direta dessas águas residuais pode levar a desequilíbrios dos corpos receptores (ZHAN *et al.* 2020; ADANE *et al.* 2021; BEHERA *et al.* 2021).

Vale ainda salientar o alto consumo de água por parte do processo produtivo da indústria têxtil, que se dá especificamente nas etapas de acabamento e tingimento que utilizam cerca de 25% do total. Segundo a Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos da América (USEPA) é necessária uma quantidade média de 40 L de água para colorir 1 kg de tecido, o que pode aumentar com as particularidades do material produzido (FERREIRA *et al.* 2019; BEHERA *et al.* 2021).

### **2.1.1. Corantes têxteis**

Dentro do processo produtivo da indústria têxtil, em especial na etapa de tingimento, são empregados diversos produtos químicos, como corantes e fixadores para garantir que o tecido apresente a coloração desejada (NARIMATSU *et al.* 2020). Ao total são produzidos por volta de 70 milhões de toneladas de corantes sintéticos no mundo, dos quais aproximadamente 10 mil toneladas são direcionadas para uso têxtil (AL-TOHAMY *et al.* 2022).

Os corantes têxteis são compostos orgânicos, em sua maioria sintéticos, que apresentam estrutura química complexa e insaturada (BENKHAYA *et al.* 2020). Esses compostos são comumente divididos em diferentes categorias de acordo com sua origem, estrutura e aplicação (AL-TOHAMY *et al.* 2022). Podem ainda ser classificados de forma mais simplificada como solúveis ou insolúveis em água, diretos ou reativos (devido à forma de ligação com as fibras dos tecidos), em aniônicos ou catiônicos e ácidos ou básicos (associado à natureza da substância) (SHARMA *et al.* 2021).

Estes corantes quando presentes nos efluentes em pequenas concentrações são capazes de gerar diversos problemas ambientais nas matrizes aquáticas, como aumento de turbidez da água, dificuldade de penetração da luz e de solubilização de gases, bem como aumento da demanda bioquímica de oxigênio (DBO) e da demanda química de oxigênio (DQO) (LELLIS *et al.* 2019; SOUZA NETO *et al.* 2019). Além disso, estas substâncias podem apresentar caráter tóxico, mutagênico ou cancerígeno para o ser humano, bem como efeito de biomagnificação e dificuldade de degradação, o que faz com que o correto tratamento dos resíduos gerados seja importante para evitar problemas ambientais (TARKWA *et al.* 2019).

## 2.2. LEGISLAÇÃO AMBIENTAL

Em virtude de sua complexidade e potencial para causar danos ao meio ambiente, o tratamento dos efluentes provenientes do setor têxtil se faz necessário para atender à legislação ambiental (ROSA *et al.* 2020). No Brasil, o tratamento das águas residuais do processo têxtil deve ser realizado de modo a atender as legislações estabelecidas por órgãos federais e estaduais (RAMOS *et al.* 2021).

Em nível federal, a legislação que estabelece as condições e padrões de concentração de parâmetros orgânicos, inorgânicos e de ecotoxicidade para lançamento em corpos receptores é a Resolução n° 430, de 13 de maio de 2011 do Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). Dentre os parâmetros especificados podem ser citados pH na faixa entre 5 e 9, materiais sedimentáveis de 1 mL.L<sup>-1</sup>, temperatura abaixo de 40 °C e DBO máxima de 120 mg.L<sup>-1</sup> com eficiência de remoção mínima de 60%. Nesta resolução é vedada a diluição do efluente, logo é necessário que o tratamento realizado seja realmente eficiente na adequação das águas residuais para que o lançamento no corpo receptor seja possível (BRASIL, 2011). Vale salientar que apesar dos estados apresentarem certa autonomia para delimitar os seus padrões de lançamento de efluentes industriais, esses não podem desrespeitar as condições estabelecidas por essa resolução, devendo apresentar parâmetros iguais ou mais rígidos (VON SPERLING, 2014).

No estado de Pernambuco a Agência Estadual do Meio Ambiente (CPRH) é o órgão responsável por esse controle através de suas normas técnicas n° 2.001 e n° 2.007, as quais estabelecem critérios e padrões de emissão de efluentes industriais líquidos lançados direta ou indiretamente nos recursos hídricos do estado de Pernambuco. Uma diferença apresentada em relação à resolução n° 430/2011 do CONAMA é que a legislação do referido estado determina que a vazão ou carga poluente para avaliar o parâmetro de DBO deve obter uma redução de 70 a 90% dependendo da carga orgânica total gerada pela atividade poluidora (PERNAMBUCO, 2003).

Assim, para que seja realizado o correto lançamento desses efluentes, faz-se necessário um tratamento eficiente na adequação desses parâmetros à legislação vigente. Dentre os principais métodos utilizados com essa finalidade está o de coagulação, bastante empregado no tratamento de efluentes têxteis em virtude da sua facilidade e simplicidade de operação, bem como de seu baixo consumo de energia (FREITAS *et al.* 2017).

## 2.3. TRATAMENTO DE EFLUENTES TÊXTEIS

Segundo Von Sperling (1996), convencionalmente, o tratamento de efluentes é subdividido em níveis. No preliminar são empregados processos físicos para remoção de sólidos grosseiros; enquanto no primário são utilizados processos físico-químicos para remoção de sólidos sedimentáveis e parte da matéria orgânica. No nível secundário, faz-se uso de processos biológicos para remoção de matéria orgânica e alguns nutrientes e no terciário é feita a remoção de poluentes específicos.

Segundo Kishor *et al.* (2021b), vários métodos de tratamento físico-químicos, e biológicos podem ser empregados para o tratamento de efluentes têxteis. Entretanto, comumente nas ETE instaladas no Brasil, faz-se uso apenas de tratamentos primários e secundários, de modo que o processo consiste em peneiramento seguido de coagulação/floculação, podendo ou não ser seguido de um tratamento biológico (RAMOS *et al.* 2021).

### 2.3.1. Coagulação

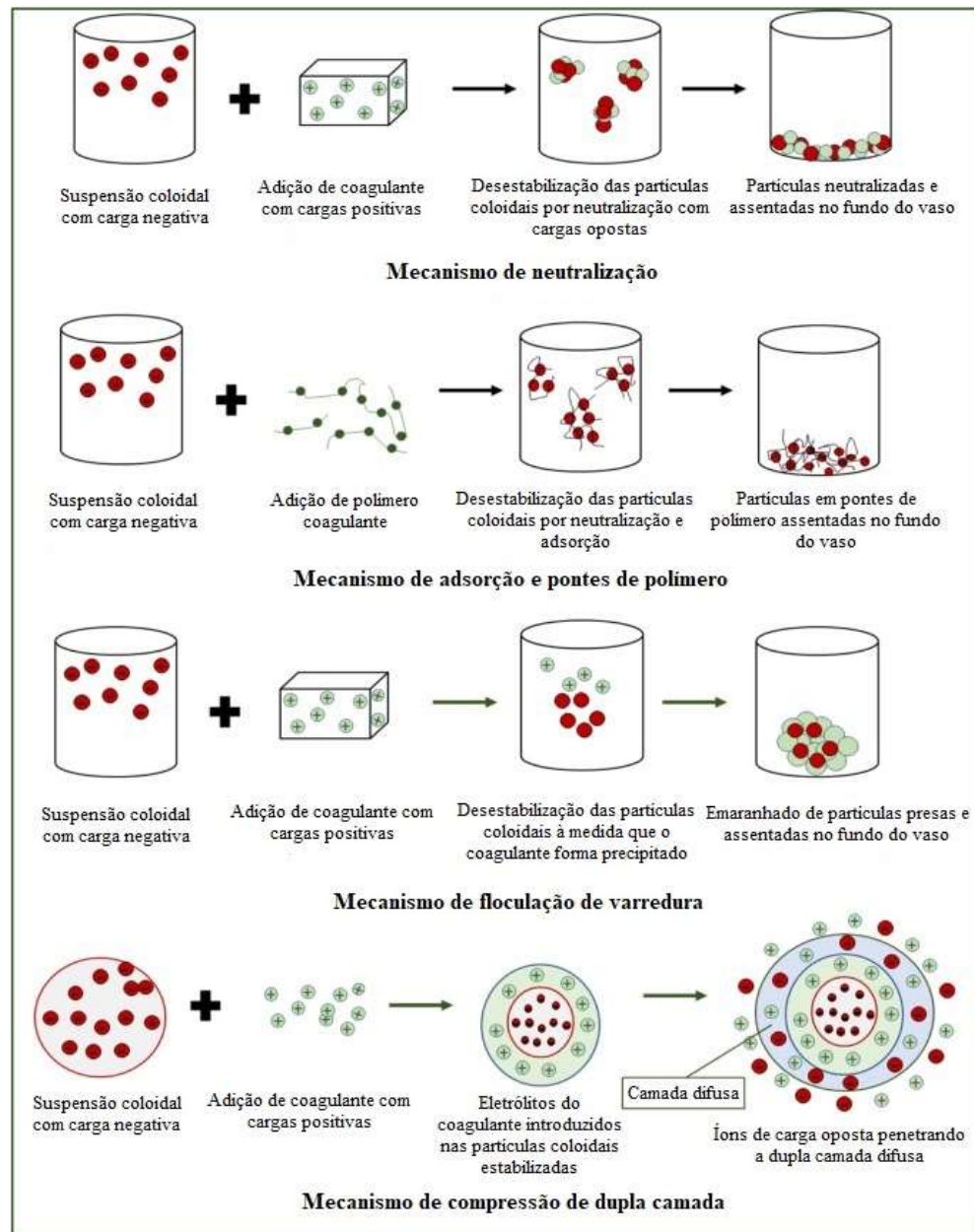
A coagulação é um processo físico-químico utilizado para a remoção de sólidos suspensos e dissolvidos, coloides e matéria orgânica. Essa técnica, que pode ser empregada antes ou após tratamento biológico, consiste em agregar os coloides e partículas dissolvidas, formando flocos maiores que sedimentam por ação da gravidade (MOHAMAD *et al.* 2022).

Esse processo se baseia no fato do coagulante desestabilizar as cargas dos compostos presentes em solução (coloides e sólidos em suspensão) para fazer com que seja alcançado o ponto isoelétrico. Nele, as partículas se aglomeram e há a formação de floculantes ou flocos que podem ser separados por processos de filtração, decantação ou flotação (NUNES, 2004).

Segundo Owodunni; Ismail (2021), a coagulação tem como principais mecanismos a floculação de varredura, compressão de dupla camada, neutralização de carga, adsorção de polímero e ponte entre partículas (conforme esquematizado na Figura 1).



**Figura 1 – Mecanismos de coagulação.**



Fonte: Owodunni; Ismail (2021).

A Figura 1 mostra que a floculação de varredura consiste no aprisionamento das partículas por parte do coagulante, o que faz com que essas tendam a precipitar. No mecanismo de compressão de dupla camada os íons do coagulante empregado penetram na dupla camada difusa que envolve os colóides uma vez que apresentam cargas opostas às das partículas em suspensão, conduzindo a redução da repulsão entre as partículas e, conseqüentemente, seu agrupamento. A neutralização de cargas ocorre quando o coagulante fornece íons com cargas opostas que atraem aquelas presentes em suspensão de modo que há uma redução da repulsão eletrostática. Por fim, no mecanismo de adsorção e ponte de polímero (associado a polímeros

não iônicos como coagulantes), a desestabilização das partículas em suspensão se dá devido às moléculas do polímero se ligarem a várias partículas por adsorção, formando aglomerados, unindo-as por meio de “pontes”.

Vale ressaltar que, além de ser um importante método de tratamento de efluentes industriais para redução de sólidos em suspensão e turbidez, estudos mostram que cerca de 40% da matéria orgânica e nitrogênio presentes nos efluentes podem ser removidos ao se empregar a coagulação (LOLOEI *et al.* 2014). A eficiência desse método está associada às características do efluente bruto (como pH e temperatura), dosagem do coagulante, intensidade e tempo de mistura. Sendo assim, um mesmo procedimento pode apresentar eficiência de remoção diferente ao ser empregado em efluentes diferentes, o que acentua a necessidade de avaliar esses parâmetros para garantir o correto tratamento das águas residuais (CUNHA *et al.* 2019).

Com base nos pontos descritos até aqui, faz-se necessária a realização de teste de coagulação para que sejam determinados dados importantes como dosagens de reagentes, tempo de detenção, volumes e características do lodo produzido, bem como eficiência de remoção para cada poluente específico. Dentre os procedimentos mais utilizados está o “Jar Test”, onde são obtidas as condições ótimas para o processo de coagulação (CAVALCANTI 2009).

Convencionalmente, sais de ferro e alumínio (que possuem cátions polivalentes) são utilizados como coagulantes no processo de tratamento de efluentes devido à sua alta capacidade de desestabilizar as partículas em suspensão via neutralização de cargas, tendo ênfase o uso de cloreto férrico ( $\text{FeCl}_3$ ), o qual apresenta melhor desempenho na remoção de corantes (KARAM *et al.* 2021). Além disso, segundo Adane *et al.* (2021), a principal desvantagem no emprego de coagulantes inorgânicos químicos está associada à produção e dificuldade de descarte da grande quantidade de lodo gerado. Por isso, é de extrema importância definir a correta dose do coagulante que deve ser empregada para evitar o aumento do lodo de sedimentação. Apesar de apresentar eficiência no tratamento de efluentes, a utilização de coagulantes convencionais está associada a efeitos prolongados na saúde humana (efeitos neurotóxicos e cancerígenos) e no meio ambiente, visto que o lodo produzido não é biodegradável (CUNHA *et al.* 2019). Nesse contexto, os coagulantes naturais vêm despertando interesse.

#### 2.3.1.1. Coagulantes naturais

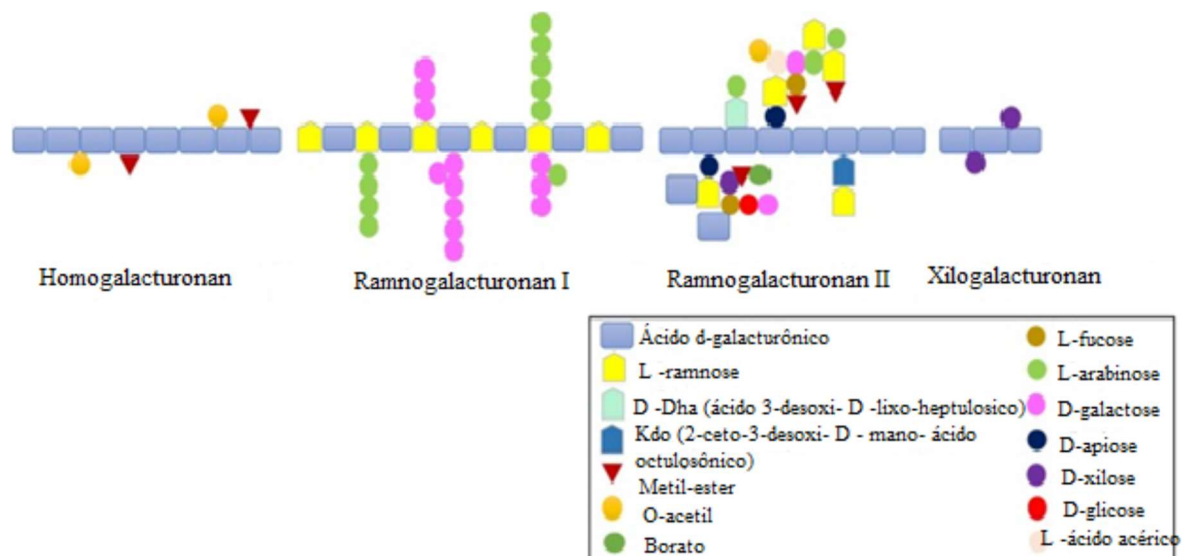
Coagulantes naturais ou verdes são aqueles que podem ser obtidos a partir de animais, plantas e biorresíduos (AHMAD *et al.* 2021). Tais compostos vêm sendo estudados por possuírem vantagens quanto a biodegradabilidade, menor toxicidade para a saúde humana e para o meio ambiente, bem como por não apresentarem poluição secundária e serem capazes de gerar menor quantidade de lodo quando em comparação aos coagulantes químicos ou convencionais. Associado a estas características, os materiais naturais podem ser tratados biologicamente ou simplesmente descartados no solo sem grandes problemas, uma vez que também não adicionam metais ao efluente gerado (BAHRODIN *et al.* 2021). Apesar de tenderem a apresentar menor capacidade de remoção quando usados de forma isolada, o emprego de coagulantes naturais, como coagulantes secundários, em conjunto com os inorgânicos (convencionais) aumenta sua eficiência e reduz o potencial tóxico (JALAL *et al.* 2021).

Prabhakaran *et al.* (2020), estudaram a aplicabilidade de sementes de nirmali e de jacinto de água e constataram que coagulantes naturais podem ser utilizados para o tratamento de resíduos têxteis (quando disponíveis em quantidade suficiente). Kristianto *et al.* (2018) alcançaram remoção de cerca de 80% da cor ao tratar uma solução aquosa de corantes com pó de sementes de papaia como coagulante. Resultados similares foram obtidos por Hussain; Haydar (2021) ao tratar um efluente têxtil com um coagulante natural à base de *Opuntia stricta*, que apresentou desempenho próximo à remoção da cor com emprego de alumínio (coagulante convencional). Kebaili *et al.* (2018) também observaram que o uso de pectina extraída de resíduo de casca de laranja em conjunto com bentonita sintética como coagulantes propiciou a remoção da turbidez de uma solução aquosa de azul de metileno em 99%.

## 2.4. PECTINA

As pectinas são tipos de polissacarídeos ácidos que estão presentes na lamela média e na parede celular primária e secundária do tecido vegetal. Apesar de sua estrutura química exata ainda estar em discussão o modelo mais aceito está descrito na Figura 2.

**Figura 2** – Estrutura química da pectina.

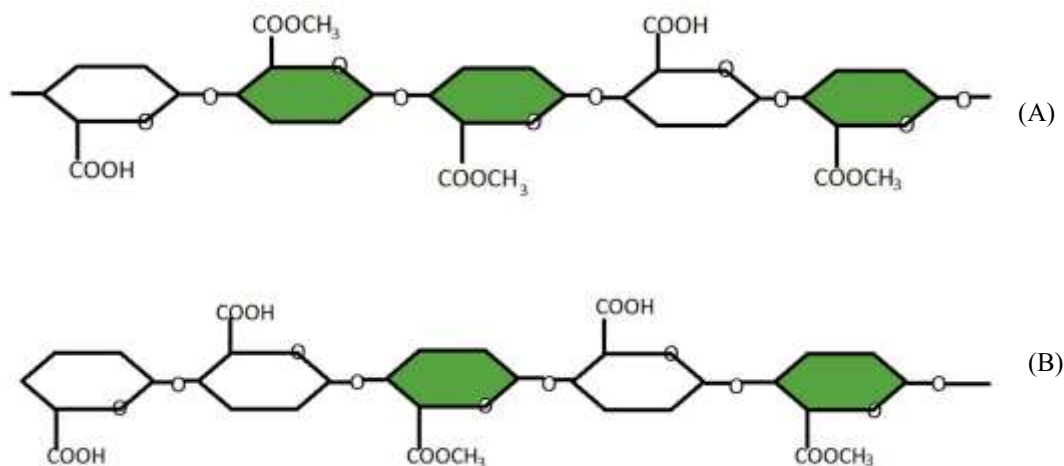


Fonte Merenda *et al.* (2019).

Conforme mostra a Figura 2, o modelo hipotético proposto na literatura para representação da estrutura da pectina apresenta os domínios estruturais de homogalacturonan (65% da molécula), ramnogalacturonan I (20 – 35% da molécula), ramnogalacturonan II (cerca de 10% da molécula) e, em alguns casos, xilogalacturonan (MERENDA *et al.* 2019). O homogalacturonan corresponde ao domínio presente em maior quantidade, possuindo como unidade fundamental o ácido d-galacturônico (produzido pela oxidação da d-galactose) e podendo ser descrito como um esqueleto linear de ácido  $\alpha$  (1-4) -D -galacturônico (MAO *et al.* 2020).

A estrutura da pectina está diretamente ligada às suas propriedades físico-químicas e, consequentemente, a suas aplicações (DAO *et al.* 2021). Dentre suas principais propriedades está o grau de esterificação (%GE), o qual pode ser definido como número total de grupos carboxila esterificados. Vale ressaltar que estes grupos estão presentes em graus variáveis (Figura 3).

**Figura 3** – Estrutura da pectina para diferentes graus de esterificação: (A) Alto metoxil e (B) Baixo metoxil.



Fonte Marić *et al.* (2018).

Conforme a Figura 3, as pectinas podem ser subdivididas em alto metoxil (%GE > 50%) quando apresentam uma maior quantidade de grupos carboxila esterificados (Figura 3 (A)) e baixo metoxil (%GE < 50%) quando esses grupos estão em menor quantidade (Figura 3 (B)) (SANTOS *et al.* 2020). Esse parâmetro tem relevância para as possíveis aplicações, uma vez que pectinas com alto teor de metoxila formam géis quando submetidas a temperaturas mais altas, em pH baixo (entre 2 e 3,5) e na presença de altos teores de açúcar, enquanto a pectina com baixo teor de metoxila consegue produzir géis na presença de íons multivalentes, em faixas mais amplas de pH (entre 2 e 6) e sem necessitar de altas concentrações de açúcar (MARIĆ *et al.* 2018; LI *et al.* 2019).

A pectina é comercializada como um pó de cor que varia entre branco e castanho claro e sua produção é realizada a partir da laranja. Além dela, o uso da casca de maracujá vem despertando interesse como resíduo que pode ser empregado como matriz para extração, uma vez que contém uma grande quantidade de compostos bioativos e polissacarídeos (como a pectina) e representa cerca de 60% do fruto (somando mesocarpo e epicarpo) (OLIVEIRA *et al.* 2016; DAO *et al.* 2021).

De grande relevância industrial, a pectina possui diversas aplicações que vão desde agente espessante e gelificante, estabilizador coloidal, texturizador e emulsificante na indústria alimentícia até agentes micro e nanoencapsulador para liberação de princípios ativos na indústria farmacêutica (MELLINAS *et al.* 2020). Apesar de existirem poucos estudos avaliando a utilização desse composto como coagulante para tratamento de efluentes, esses mostram que

seu emprego pode ser promissor em virtude da sua capacidade de formação de um gel em condições adequadas (SIN *et al.* 2020). Segundo Owodunni; Ismail (2021), por se tratar de um polímero, seu mecanismo de atuação se dá através da adsorção e formação de pontes de polímero com as partículas em suspensão.

A produção desse polissacarídeo em grande escala é comumente realizada via método convencional que consiste em um processo de extração sólido-líquido, em água acidificada e com temperaturas entre 80 e 100 °C (CHEN *et al.* 2021). Vale ressaltar que, segundo Fakayode; Abobi (2018), fatores como pH, temperatura, solvente extrator, tempo de extração, taxa de agitação, razão solvente-massa, entre outras variáveis afetam a eficiência de extração.

#### **2.4.1. Método convencional de extração**

A pectina é produzida industrialmente em um processo de 4 etapas: extração, purificação, precipitação e desesterificação, sendo o primeiro de grande relevância para se atingir altos rendimentos (DAO *et al.* 2021). A extração de pectina consiste em uma operação físico-química de hidrólise composta de várias etapas, o que leva à remoção dessa macromolécula dos tecidos vegetais (KUMAR *et al.* 2020). Vale também ressaltar que a estrutura real da pectina extraída depende não só das características da fonte vegetal utilizada, mas também do método de extração empregado (DRANCA *et al.* 2020).

Tradicionalmente esse processo (método hidrotérmico convencional) se dá em temperaturas entre 80 e 100 °C e tem como solvente extrator água acidificada com concentração de 0,05 a 2 mol.L<sup>-1</sup> dos ácidos acético, sulfúrico, nítrico, clorídrico ou fosfórico. Apesar de ser o método usualmente empregado, este tipo de recuperação da pectina utilizando ácidos minerais ou inorgânicos apresenta algumas desvantagens como perda de compostos voláteis da matriz vegetal, problemas ambientais e degradação de compostos de interesse industrial (MARIĆ *et al.* 2018).

Apesar das alternativas empregadas para diminuição do impacto ambiental, o método convencional, de um modo geral, pode levar ao desperdício de grandes quantidades de solventes, energia e tempo (MARIĆ *et al.* 2018; SENGAR *et al.* 2020). Sendo assim, diversos processos alternativos vêm sendo avaliados e demonstrando o aumento do rendimento do processo de extração, como por meio das técnicas de micro-ondas, ultrassom, fluido subcrítico e métodos assistidos por enzimas (KUMAR *et al.* 2020).

#### 2.4.2. Métodos alternativos para extração de pectina: técnica assistida por ultrassom

As ondas sonoras correspondem a vibrações mecânicas, nesse contexto, o ultrassom corresponde ao som que está acima da frequência capaz de ser detectada pela audição humana e pode ser empregada para diversos fins de: extração, secagem, emulsificação e homogeneização (MARIĆ *et al.* 2018).

A extração assistida por ultrassom é um método verde que emprega a energia acústica para obter diferentes compostos de matrizes vegetais, sendo a transferência de massa ocasionada pelo processo de cavitação acústica. Nele, há a formação de bolhas que sofrem colapso liberando grandes quantidades de energia para o meio, o que reduz, inclusive, o tempo de extração (SABATER *et al.* 2020).

Segundo Oliveira *et al.* (2016), uma vez que a pectina se trata de um polissacarídeo solúvel, a cavitação e o rompimento celular causado pelas ondas de ultrassom podem facilitar a transferência de massa, aumentando o rendimento da extração. Vale salientar também que esse método acelera o processo extrativo sem comprometer a estabilidade do produto, reduzindo perdas de energia (PATIENCE *et al.* 2021).

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1. EXTRAÇÃO DA PECTINA

Inicialmente foi realizada a coleta e limpeza das cascas (albedo e flavedo/epicarpo) de laranja e maracujá provenientes do comércio local de Recife/PE. Esse material foi separado dos resíduos das frutas, lavado em água corrente, seco em estufa (SP Labor) a  $80 \pm 1$  °C, triturado com auxílio de um liquidificador (MONDIAL) e classificado em peneiras de Tyler.

Em seguida, a análise teve início com a extração convencional da pectina. Inicialmente foi avaliado se a agitação apresentava relevância para o processo, tal variável foi estudada de forma univariada em virtude de limitações apresentadas pelo equipamento utilizado ao longo desse método de extração (shaker – SP Labor). Para isso foram utilizadas as condições de 2 e 6 g do material, razão casca/solvente extrator (ácido cítrico 1%) de 1:50, temperatura ambiente ( $25 \pm 3$  °C) e tempo de 120 min, levando em consideração a capacidade dos equipamentos utilizados, bem como a literatura de estudos anteriores (SANTOS; ANDRADE; GOUVEIA 2017, SANTOS; AZOUBEL; GOUVEIA 2017, KEBAILI *et al.* 2018). Os testes envolvendo agitação foram desenvolvidos a 180 rpm com o emprego de uma mesa agitadora (IKA).

Após a extração, o material foi resfriado, filtrado em tecido de Nylon (para remoção dos resíduos de casca) e ao conjunto foi adicionado etanol 96% (SANTA CRUZ) na proporção 1:1. Depois o material foi resfriado a 4 °C por 20 h. Finalizado esse período, a pectina produzida foi filtrada em tecido de Nylon, lavada com etanol 96% e seca, em estufa, a  $50 \pm 1$  °C. Em seguida, foi realizado o cálculo do rendimento (R), segundo a Equação 1.

$$R = \frac{\text{massa de pectina}}{\text{massa de resíduo de casca}} \times 100 \quad (1)$$

Os resultados obtidos foram avaliados segundo os valores de rendimento. Após a determinação da influência da agitação, foi realizado um planejamento fatorial (PF)  $2^3$  com ponto central (análise em triplicata) para determinação das melhores condições para o processo de extração convencional. As variáveis avaliadas foram tempo de extração, razão casca/solvente (m:v) e temperatura. Os níveis adotados como mínimo, central e máximo corresponderam a 30, 75 e 120 min; 1:20, 1:35 e 1:50 e 30, 55 e 80°C, para as variáveis elencadas nesta ordem. De forma similar ao estudo anterior, os resultados foram analisados considerando o rendimento, empregando o *software Statistica 10.0*.



Após a extração convencional, foi realizada a extração da pectina com o auxílio de um banho ultrassônico (Eco-Sonics). Para tal, foi realizado um planejamento fatorial (PF)  $2^4$  com ponto central (análise em triplicata). As variáveis avaliadas foram tempo de extração, razão casca/solvente (m:v), temperatura e potência do equipamento. Os níveis adotados como mínimo, central e máximo corresponderam a 30, 75 e 120 min; 1:20, 1:35, 1:50; 30, 55 e 80°C e 140, 170 e 200 W, para as variáveis elencadas nesta ordem. Por fim, os resultados foram analisados conforme descrito no PF 2<sup>3</sup>.

### 3.2. CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA EXTRAÍDA

Inicialmente, os materiais foram caracterizados via espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR). Os espectros de FT-IR foram obtidos utilizando a técnica de reflexão total atenuada (ATR), sendo empregado um espectrômetro de infravermelho (PerkinElmer, Spectrum 400). O intervalo de medição na faixa do infravermelho médio variou de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ , sendo os dados coletados com resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  em 64 varreduras.

Além disso, também foi verificado o grau de esterificação da pectina produzida através de um método adaptado do *Food Chemical Codex* (1981). Para isso, foram adicionados 2 mL de etanol PA (Dinâmica) e 100 mL de água destilada a um frasco de Erlenmeyer contendo 50 mg de pectina extraída e o conjunto foi colocado a 60 °C em um shaker sob agitação até dissolução do material. Depois de dissolvido, foram acrescentadas 5 gotas de fenolftaleína ao frasco de erlenmeyer, o conjunto foi titulado com NaOH 0,5  $\text{mol.L}^{-1}$  e o volume gasto foi registrado ( $V_i$ ). Posteriormente, à solução foram acrescentados 10 mL de NaOH 0,5  $\text{mol.L}^{-1}$  e o conjunto foi agitado vigorosamente e depois deixado em descanso por 15 min. Terminado esse período, foram acrescentados 10 mL de HCl 0,5  $\text{mol.L}^{-1}$  e o conjunto foi agitado até a solução voltar a ser incolor. Após esse procedimento, foram adicionadas mais 3 gotas de fenolftaleína ao frasco de Erlenmeyer e a solução foi novamente titulada com NaOH. O volume final foi registrado ( $V_f$ ), permitindo o cálculo do grau de esterificação (%GE), conforme Equação 2.

$$\%GE = \frac{V_f}{V_f + V_i} \times 100 \quad (2)$$

### 3.3. TESTE DE COAGULAÇÃO-FLOCULAÇÃO

Os testes de coagulação-floculação foram realizados com 400 mL de solução aquosa contendo  $15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  de uma mistura de corantes têxteis (preto direto 22, vermelho direto 23, vermelho direto 227 e azul reativo 21). Essa mistura de corantes foi escolhida dada uma pesquisa prévia realizada pelo grupo de pesquisa junto a uma lavanderia têxtil situada no município de Caruaru/PE (SANTANA *et al.* 2021). As análises realizadas utilizaram tanto o coagulante convencional cloreto férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) como a pectina extraída através do método de maior rendimento para cada uma das matrizes (casca de laranja e casca de maracujá).

Inicialmente foram realizados ensaios com pectina a uma concentração de  $6 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  (a escolha desta concentração foi baseada no trabalho de Kebaili *et al.* (2018)). De modo a avaliar a eficiência desse material na utilização como coagulante, também se optou por realizar estudos com concentrações de ordem de grandeza superior à descrita na literatura, assim, foram realizados ensaios com pectina a uma concentração de  $50 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $0,50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $1 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  e  $2 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . Também foram realizadas análises com  $\text{FeCl}_3$  a uma concentração de  $0,50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,  $0,375 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  e  $0,25 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . As concentrações avaliadas desse coagulante convencional foram definidas com base na literatura (BIDHENDI *et al.* 2007, DALVAND *et al.* 2017, KARAM *et al.* 2021). Por fim, foram realizados estudos considerando uma combinação entre a pectina e o  $\text{FeCl}_3$ . Para o teor de  $\text{FeCl}_3$  de melhor eficiência de remoção da cor da solução foi acrescida pectina nas proporções de 1:1, 1:2, 1:3 e 3:1. Também foi realizada uma avaliação reduzindo a concentração de  $\text{FeCl}_3$  quando em conjunto com a pectina para verificar a possibilidade de substituição parcial desse coagulante convencional. Essa análise foi efetuada com uma proporção entre  $\text{FeCl}_3$  e pectina de 1:2.

Para esses estudos o pH foi mantido no natural da solução (igual a 5). O procedimento consistiu em, com o auxílio do *jar test* (QUIMIS), agitar o conjunto a 200 rpm durante 5 min e depois a 40 rpm por 30 min. Em seguida, o material foi deixado em repouso por 1 h. Posteriormente, foi retirada uma amostra 5 cm abaixo da superfície e a concentração da mistura de corantes determinada com o auxílio de um espectrofotômetro de ultravioleta/visível (UV/Vis) (Thermoscientific). Esta determinação foi realizada no comprimento de onda característico da mistura de corantes (508 nm), utilizando metodologia descrita por Santana *et al.* (2021). Além disso, também foram realizadas análise de varreduras espectrais na solução, bem como medido o tempo de decantação e a variação de pH sofrida pela solução da mistura de corantes após o tratamento proposto.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. EXTRAÇÃO DA PECTINA VIA MÉTODO CONVENCIONAL (HIDROTÉRMICO)

Conforme descrito no item 3.1, foi avaliada a extração da pectina utilizando o método hidrotérmico. Os resultados obtidos estão descritos na Tabela 1.

**Tabela 1** – Avaliação da influência da agitação no processo de extração convencional

Ensaio	Agitação (rpm)	Massa de casca (g)	Rendimento (%)	
			Maracujá	Laranja
1	180	6	21,30	11,49
2	180	2	14,92	1,25
3	0	6	21,50	9,10
4	0	2	8,29	1,29

Fonte: a autora (2022).

Conforme mostra a Tabela 1, massas maiores conduziram a um maior rendimento. Isso provavelmente está associado ao fato de que uma maior quantidade de material apresenta maior massa proveniente do epicarpo (parte da matriz que contém pectina em maior quantidade), sendo assim, espera-se que o seu rendimento de extração tenda a ser mais elevado. Possíveis perdas de material na etapa de filtração também podem estar associadas a tal fato, uma vez que há depósito no tecido utilizado no processo extrativo, o que se torna mais significativo para quantidades menores de material.

No tocante à agitação, não foram observadas diferenças significativas para a maior massa utilizada (diferença de apenas 0,2% para o maracujá e de 2% para a laranja). Este comportamento se repetiu para a menor massa de laranja, mas não para a menor massa de maracujá. Por estas razões, optou-se por seguir os estudos com uma massa de 6 g de cada material e sem agitação.

Dessa forma, primeiramente deu-se prosseguimento com planejamento fatorial  $2^3$  com ponto central médio para avaliar as demais variáveis do processo (temperatura, razão casca/solvente e tempo de extração) para a extração com a casca de laranja. Os dados obtidos empregando a matriz de planejamento fatorial estão dispostos na Tabela 2.

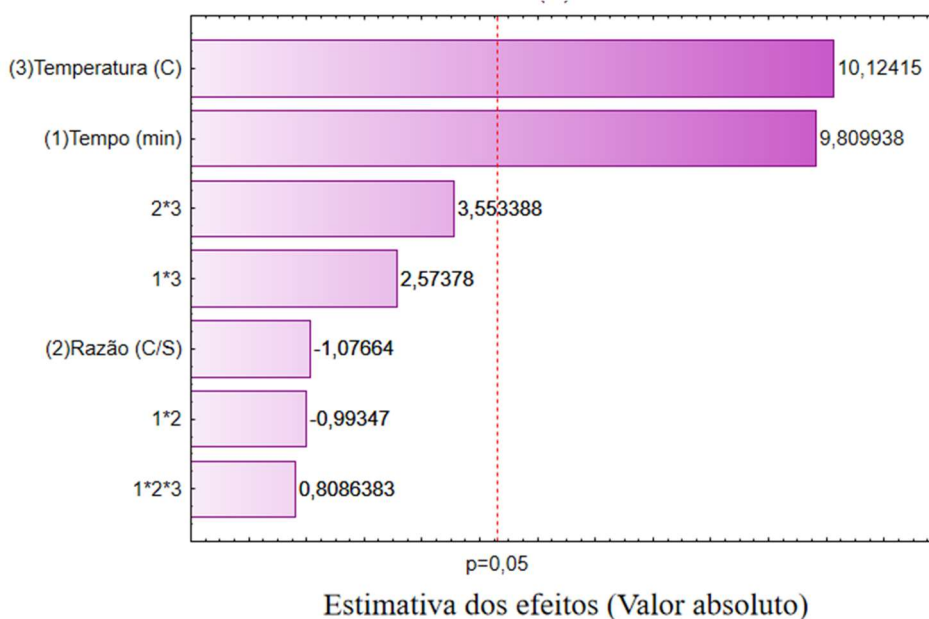
**Tabela 2** – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração convencional da laranja

<b>Ensaio</b>	<b>Tempo (min)</b>	<b>Razão C/S (m:v)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Rendimento (%)</b>
1	-1	-1	-1	5,92
2	1	-1	-1	10,81
3	-1	1	-1	4,39
4	1	1	-1	7,33
5	-1	-1	1	8,52
6	1	-1	1	15,32
7	-1	1	1	9,96
8	1	1	1	16,56
9	0	0	0	10,36
10	0	0	0	11,33
11	0	0	0	9,82

Fonte: a autora (2022).

Na Tabela 2 é possível verificar que os rendimentos obtidos para as variáveis em análise (tempo, razão casca/solvente e temperatura) variaram entre 4,39% e 16,56%. De posse desses resultados pôde-se tratá-los através do software *Statistica* 10.0, sendo gerada a Carta de Pareto conforme apresentada na Figura 4.

**Figura 4** – Carta de Pareto da análise estatística da extração de pectina da casca de laranja pelo método convencional para um nível de confiança de 95% (Erro residual: 0,585).



Fonte: a autora (2022).

Ao analisar a Figura 4, pode-se constatar que apenas os efeitos principais temperatura e tempo de extração se mostraram significativos. Ao analisar o efeito temperatura tem-se que um maior rendimento foi obtido no maior nível da variável, visto que apresentou um resultado positivo. Fato análogo foi observado para a variável tempo. Dessa forma, as melhores condições para a produção de pectina via método convencional utilizando casca de laranja foram os maiores níveis estudados para temperatura e tempo (80 °C e 120 min). Como o efeito razão casca/solvente não foi significativo optou-se por seguir os estudos com o menor nível (1:20), no qual foi obtido um rendimento de 15,32%.

No tocante à extração com a casca de maracujá, os resultados obtidos a partir do planejamento fatorial estão presentes na matriz de planejamento fatorial disposta na Tabela 3.

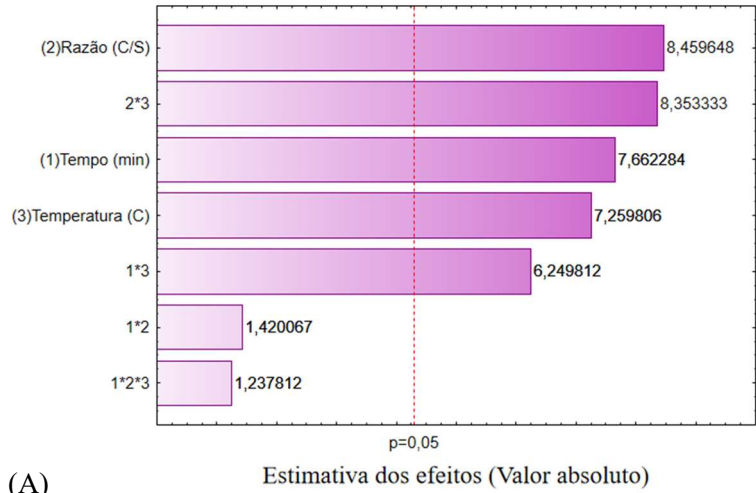
**Tabela 3** – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração convencional do maracujá

<b>Ensaio</b>	<b>Tempo (min)</b>	<b>Razão C/S (m:v)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Rendimento (%)</b>
1	-1	-1	-1	17,40
2	1	-1	-1	18,21
3	-1	1	-1	17,35
4	1	1	-1	18,40
5	-1	-1	1	13,38
6	1	-1	1	20,79
7	-1	1	1	22,70
8	1	1	1	33,61
9	0	0	0	21,56
10	0	0	0	20,71
11	0	0	0	19,70

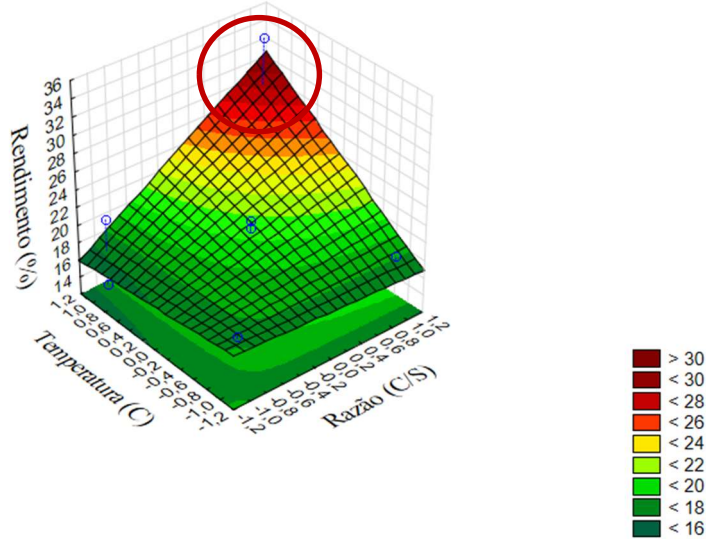
Fonte: a autora (2022).

Conforme mostra a Tabela 3, para os ensaios realizados, a extração da pectina da casca de maracujá via método hidrotérmico obteve rendimento variando entre 13,38% e 33,61%. Os dados expostos nesta tabela foram tratados no software *Statistica* 10.0, sendo gerada a Carta de Pareto e as superfícies de respostas presentes na Figura 5.

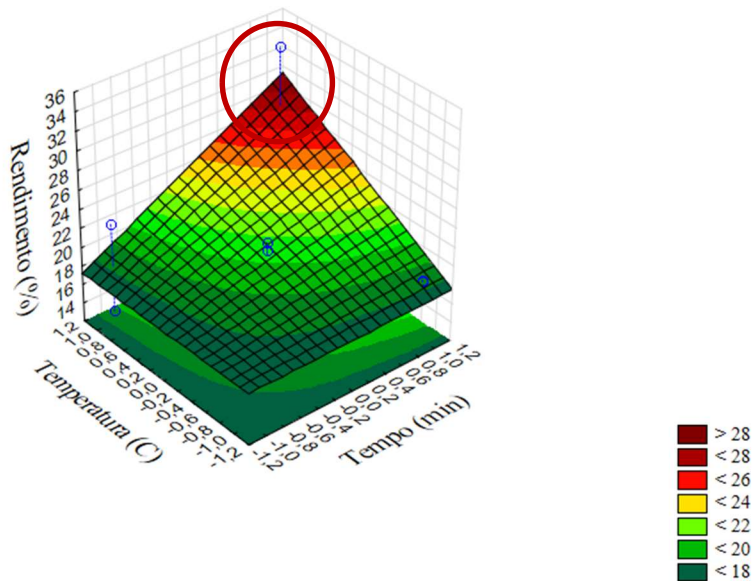
**Figura 5** – A análise estatística da extração de pectina da casca de maracujá pelo método convencional: (A) Carta de Pareto; (B) Superfície de resposta da interação entre a razão casca/solvente e a temperatura; (C) Superfície de resposta da interação entre o tempo e a temperatura, para 95% de confiança (Erro residual: 0,867).



(A)



(B)



(C)

Fonte: a autora (2022).

Como mostra a Figura 5 (A), na extração de pectina via método hidrotérmico utilizando casca de maracujá, tanto os efeitos principais, como as interações entre razão casca/solvente e temperatura e entre tempo e temperatura se mostraram significativos para 95% de confiança. Ao se avaliar os resultados considerando essas interações (Figuras 5 (B) e 5 (C)) é possível observar que o maior rendimento (33,61%) foi obtido ao combinar os maiores níveis das variáveis em estudo. Assim, as melhores condições para extração da pectina da casca de maracujá via método convencional se deram ao fazer uso de 80 °C, 120 min e razão casca/solvente 1:50.

Os resultados obtidos para ambos os processos estão de acordo com o observado na literatura, uma vez que, segundo Benassi *et al.* (2021), o método convencional tende a requerer aquecimento (entre 80 e 100 °C) e tempos de extração variando entre 30 e 180 min para obtenção de rendimento na faixa entre 2,5 e 30%. De acordo com Picot-Allain *et al.* (2022), a extração convencional da pectina em altas temperaturas também favorece a sua solubilização e a difusão do solvente na matriz vegetal, o que aumenta o rendimento do processo de extração. Adetunji *et al.* (2017) observaram que o aumento da porcentagem de solvente favorece o gradiente de concentração e diminui a viscosidade da solução, levando a uma maior taxa de extração e rendimento. Porém, quando em proporções excessivas, além de não demonstrar melhoria no processo extrativo, pode levar, inclusive, à hidrólise da pectina devido à super diluição da solução, o que pode explicar o resultado obtido para a extração utilizando a casca de laranja.

Também foi possível observar que a casca de maracujá propiciou um rendimento superior ao obtido para a laranja. Esse fato está de acordo com o descrito por Freitas *et al.* (2020), que afirmam existir uma diferença no teor de pectina obtida à medida que são utilizadas frutas diferentes, sendo possível observar cerca de 303 mg de pectina por grama de casca de maracujá, enquanto para a laranja apenas 248 mg.

#### 4.2. EXTRAÇÃO DA PECTINA COM AUXÍLIO DE UM BANHO ULTRASSÔNICO

Para avaliar a extração com banho ultrassônico foi utilizado um planejamento fatorial  $2^4$  com ponto central médio conforme descrito no item 3.1. Os dados obtidos para extração de pectina da casca de laranja, empregando a matriz de planejamento fatorial estão dispostos na Tabela 4.



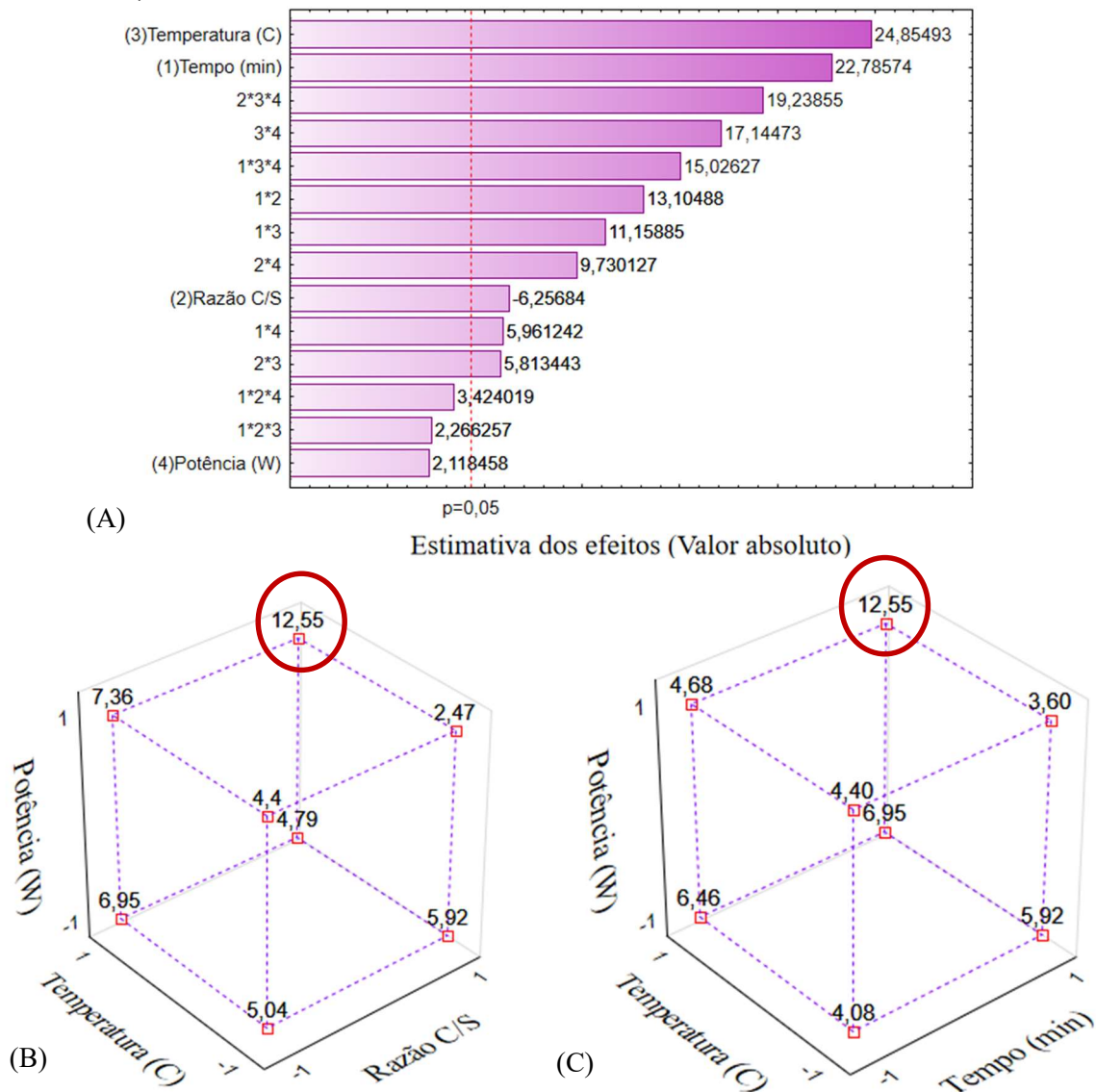
**Tabela 4** – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração com banho ultrassônico da laranja

<b>Ensaio</b>	<b>Tempo (min)</b>	<b>Razão C/S (m:v)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Potência (W)</b>	<b>Rendimento (%)</b>
1	-1	-1	-1	-1	4,08
2	1	-1	-1	-1	5,04
3	-1	1	-1	-1	2,68
4	1	1	-1	-1	5,92
5	-1	-1	1	-1	6,46
6	1	-1	1	-1	6,95
7	-1	1	1	-1	2,65
8	1	1	1	-1	4,79
9	-1	-1	-1	1	4,40
10	1	-1	-1	1	3,60
11	-1	1	-1	1	1,15
12	1	1	-1	1	2,47
13	-1	-1	1	1	4,08
14	1	-1	1	1	7,36
15	-1	1	1	1	4,68
16	1	1	1	1	12,55
17	0	0	0	0	4,65
18	0	0	0	0	4,25
19	0	0	0	0	4,39

Fonte: a autora (2022).

A partir dos dados expostos pela Tabela 4 foi possível verificar que o rendimento da extração a partir da casca de laranja utilizando método ultrassônico variou entre 1,15% e 12,55%. Assim, de modo a determinar as condições ótimas de extração, os dados expostos na Tabela 4 foram tratados no software *Statistica* 10.0, sendo gerada a Carta de Pareto e os gráficos de cubo conforme apresentado na Figura 6.

**Figura 6** – A análise estatística da extração de pectina da casca de laranja via método ultrassônico: (A) Carta de Pareto; (B) Cubo de resposta da interação entre a razão casca/solvente, potência e a temperatura; (C) Cubo de resposta da interação entre o tempo, potência e a temperatura, para 95% de confiança (Erro residual: 0,041).



Fonte: a autora (2022).

Conforme pode ser verificado na Figura 6 (A), na extração de pectina com banho ultrassônico utilizando casca de laranja, tanto os efeitos principais, como as interações entre dois e três fatores se mostraram significativas para 95% de confiança. Os resultados dispostos nas Figuras 6 (B) e 6 (C) mostram um maior rendimento (12,55%) ao combinar os maiores níveis das quatro variáveis em estudo (80 °C, 120 min, 200 W e razão casca/solvente 1:50).

Para a extração com a casca de maracujá, os resultados obtidos a partir do planejamento fatorial proposto estão dispostos na Tabela 5.

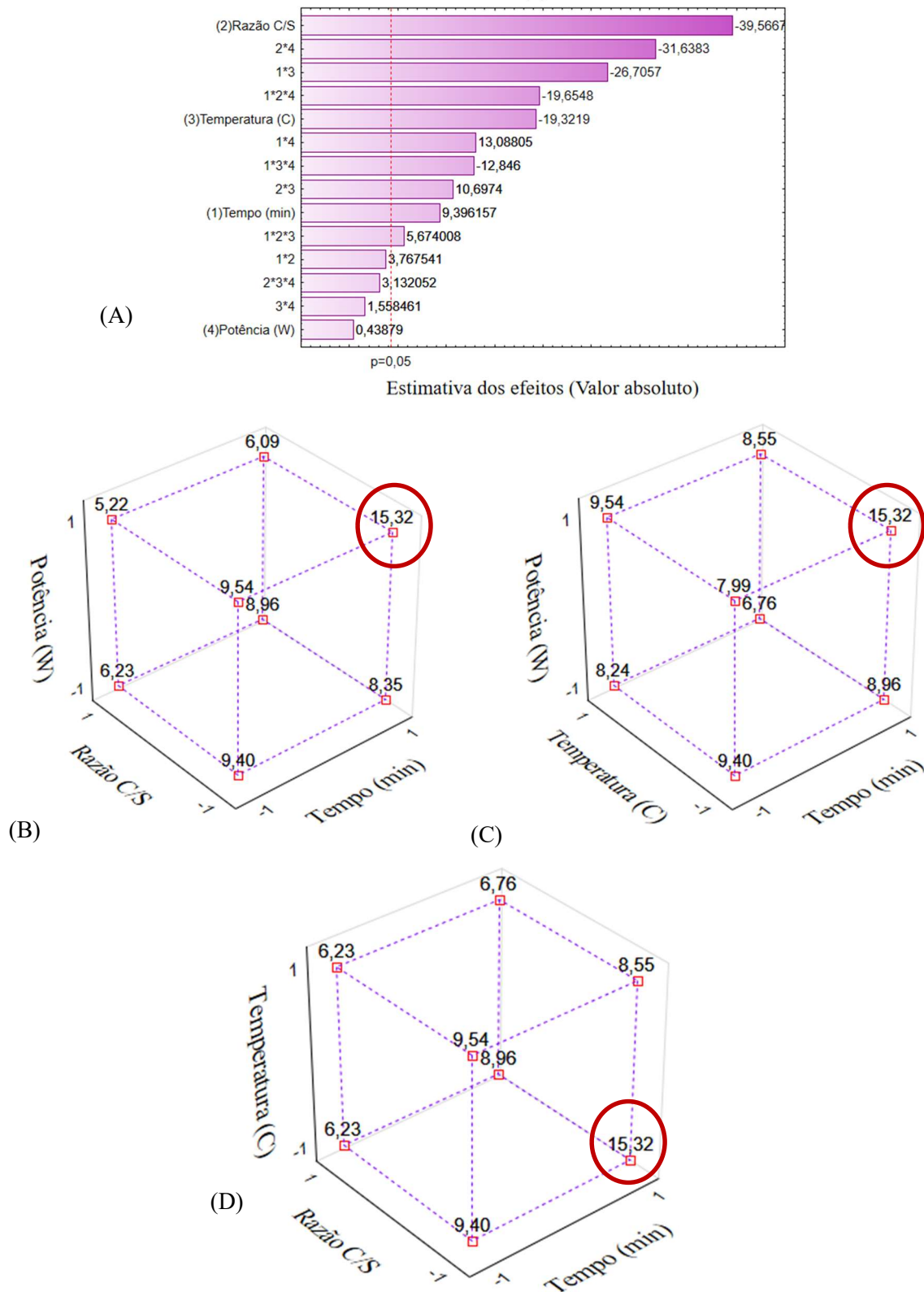
**Tabela 5** – Matriz do planejamento fatorial do processo de extração com banho ultrassônico do maracujá

<b>Ensaio</b>	<b>Tempo (min)</b>	<b>Razão C/S (m:v)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Potência (W)</b>	<b>Rendimento (%)</b>
1	-1	-1	-1	-1	9,40
2	1	-1	-1	-1	8,35
3	-1	1	-1	-1	6,23
4	1	1	-1	-1	8,96
5	-1	-1	1	-1	8,24
6	1	-1	1	-1	4,81
7	-1	1	1	-1	6,23
8	1	1	1	-1	6,76
9	-1	-1	-1	1	7,99
10	1	-1	-1	1	15,32
11	-1	1	-1	1	3,17
12	1	1	-1	1	6,09
13	-1	-1	1	1	9,54
14	1	-1	1	1	8,55
15	-1	1	1	1	5,22
16	1	1	1	1	3,39
17	0	0	0	0	7,07
18	0	0	0	0	7,22
19	0	0	0	0	7,40

Fonte: a autora (2022).

Conforme a Tabela 5, os rendimentos da extração a partir da casca de maracujá utilizando método ultrassônico variaram entre 3,17% e 15,32%. De forma análoga ao realizado para a extração com a casca de laranja, buscando as condições ótimas de extração, os dados da Tabela 5 foram tratados no software *Statistica* 10.0, sendo gerada a Carta de Pareto e os gráficos de cubo conforme apresentado presentes na Figura 7.

**Figura 7** – A análise estatística da extração de pectina da casca de maracujá via método ultrassônico: (A) Carta de Pareto; (B) Cubo de resposta da interação entre tempo, razão casca/solvente e potência; (C) Cubo de resposta da interação entre tempo, temperatura e potência; (D) Cubo de resposta da interação entre tempo, razão casca/solvente e temperatura, para 95% de confiança (Erro residual: 0,027).



Fonte: a autora (2022).

A Figura 7 (A) mostra que os efeitos principais, bem como parte das interações entre dois e três fatores se mostraram significativas para 95% de confiança. Tendo isso em vista, os resultados foram avaliados a partir dos gráficos de cubo-apresentados nas Figuras 7 (B), 7 (C) e 7 (D), que indicaram um rendimento de 15,32% para o maior nível de tempo e potência (120 min e 200 W) e para o menor nível de temperatura e razão casca solvente (30 °C e razão casca/solvente 1:20).

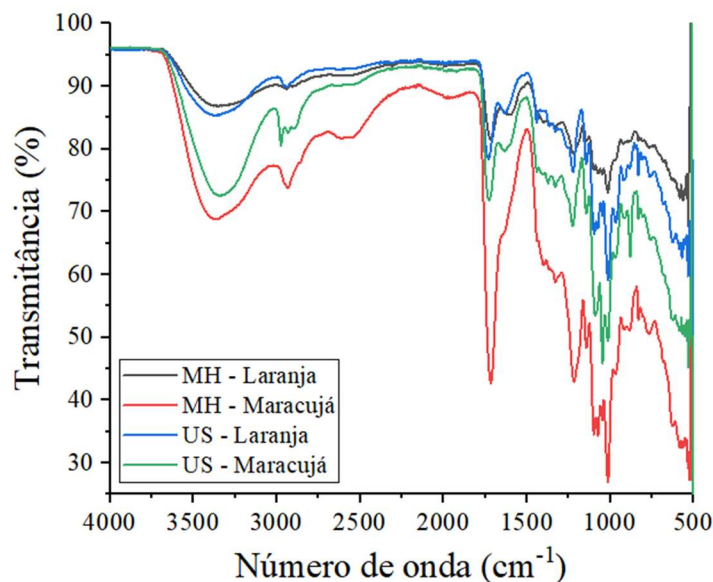
De forma análoga ao observado para a extração convencional, também foi obtido um maior rendimento para a extração utilizando maracujá, como descrito por Freitas *et al.* (2020). Entretanto, comparando-se com o processo de extração convencional, foi obtida uma redução da temperatura ótima para a extração com maracujá (de 80 °C para 30 °C). Isso, segundo Rodrigues; Silva (2017) e Adetunji *et al.* (2017), se deve ao fato da radiação ultrassônica propiciar, na maioria dos casos, uma tendência à redução do rendimento em temperaturas mais altas (a partir de 80 °C) devido aos fenômenos de despolimerização e desesterificação da pectina. Além disso, o maior rendimento de extração na menor razão casca/solvente que foi observado para o maracujá, de acordo com Ke *et al.* (2020), pode ser associado ao alcance do equilíbrio dinâmico entre o material sólido e a solução, o que faz com que o aumento dessa razão não apresente aumento de eficiência.

Vale ressaltar que, apesar dos rendimentos obtidos via utilização do método com banho ultrassônico não tenha apresentado valor superior ao obtido para o método convencional conforme esperado, ainda assim, esses rendimentos foram superiores aos encontrados no trabalho desenvolvido por Oliveira *et al.* (2016).

#### 4.3. CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA EXTRAÍDA PELOS DIFERENTES MÉTODOS

De modo a confirmar a identidade da pectina extraída, bem como para comparar a influência dos métodos de extração sobre a estrutura final desse polissacarídeo foi realizada a análise de FT-IR, conforme item 3.2. Os espectros obtidos estão apresentados na Figura 8.

**Figura 8** – Espectros de FTIR para as pectinas provenientes do método hidrotérmico a partir da casca de laranja (MH – L) e de maracujá (MH – M) e do método empregando banho ultrassônico para as casca de laranja (US – L) e maracujá (US – M).



Fonte: a autora (2022).

Ao avaliar os espectros da Figura 8, é possível verificar a presença de uma banda em torno de  $3346\text{ cm}^{-1}$ , que está associada à vibração de estiramento do grupo hidroxila (HOSSEINI *et al.* 2019). Já a banda observada em torno de  $2937\text{ cm}^{-1}$  corresponde ao estiramento dos grupos CH ( $-\text{CH}$ ,  $-\text{CH}_2$  e  $-\text{CH}_3$ ) das unidades de ácido D-galacturônico (ASGARI *et al.* 2020). Segundo Moghaddam *et al.* (2020), a banda por volta de  $1715\text{ cm}^{-1}$  corresponde a vibrações C=O de grupos metil-esterificado ( $\text{COO-R}$ ), enquanto aquela verificada em  $1601\text{ cm}^{-1}$  corresponde à absorção das vibrações C=O de grupos carboxila livres ( $\text{COO-}$ ).

Asgari *et al.* (2020) afirmam ainda que as bandas observadas entre  $1200$  e  $1450\text{ cm}^{-1}$  correspondem às vibrações de flexão do COH e alongamento de CO. De acordo com Demir *et al.* (2020), a faixa espectral entre  $1200$  e  $950\text{ cm}^{-1}$  está relacionado à região de impressão digital dos carboidratos que são específicos para cada polissacarídeo. No caso da pectina, é encontrado o ácido D-galacturônico. Vale salientar que a banda em torno de  $1225\text{ cm}^{-1}$  está relacionada à ligação C-C da estrutura do anel da pectina (MOGHADDAM *et al.* 2020). Além disso, as bandas entre  $625$  e  $640\text{ cm}^{-1}$  correspondem a vibrações de deformação C-C de menor frequência do anel pectina esquelético (SENGAR *et al.* 2020).

Ainda analisando os espectros presentes na Figura 8, pode-se afirmar que foram obtidos padrões de transmitância semelhantes para os diferentes métodos, entretanto os espectros da pectina extraída da casca de maracujá apresentam maiores intensidades que os da laranja. Segundo Sengar *et al.* (2020) tal fato pode ser associado à diferença de concentração da pectina no material de origem, ou seja, em virtude da matriz que foi utilizada. Já ao comparar os espectros, considerando o maracujá como matriz de extração, é possível verificar que o método convencional ou hidrotérmico apresenta picos de maior intensidade do que os obtidos através do emprego de radiação ultrassônica. Guo *et al.* (2021) afirmam que isso se deve a uma possível quebra de ligações da estrutura da pectina devido à cavitação proporcionada pelo ultrassom. Tal fato não foi observado para os espectros provenientes da laranja, o que pode ser um indicativo que o fenômeno de cavitação não levou a quebras de ligações da estrutura do material obtido de mesma intensidade como ocorreram para o maracujá.

Em relação ao grau de esterificação para o método convencional foram obtidos valores de 40% e 42,81% e para o método com ultrassom foram obtidos 30,77% e 34,13%, para laranja e maracujá, respectivamente. Estes resultados indicam que todas as amostras analisadas apresentaram pectina com baixo teor de metoxila (%GE < 50%). Deste modo, tem-se que o teste de coagulação pode ser realizado em uma faixa de pH entre 2 e 6. Vale ressaltar também que, ao se comparar os valores obtidos para um mesmo método em que houve variação de temperatura (método com banho ultrassônico), a amostra extraída com menor temperatura apresentou maior grau de esterificação. De acordo com Freitas *et al.* (2020), isso ocorre porque a temperatura tem uma influência redutora do %GE.

#### 4.4. TESTE DE COAGULAÇÃO-FLOCULAÇÃO

Para os testes de coagulação-floculação, inicialmente, foi realizada a avaliação da capacidade da pectina de ser utilizada como coagulante de forma isolada. Para isso foram empregadas concentrações de 6 mg·L<sup>-1</sup>, 50 mg·L<sup>-1</sup>, 0,5 g·L<sup>-1</sup>, 1 g·L<sup>-1</sup> e 2 g·L<sup>-1</sup> da pectina produzida via método hidrotérmico a partir das duas matrizes empregadas (método selecionado devido ao maior rendimento), entretanto, foi obtida remoção da cor inferior a 2% para todos os teores testados. Sendo assim, optou-se por avaliar sua ação conjunta com o FeCl<sub>3</sub>, coagulante com melhor desempenho no tratamento de efluentes têxteis (KARAM *et al.* 2021).

Assim, foi avaliado o teor de FeCl<sub>3</sub> necessário para o tratamento da solução, sendo obtidos percentuais de remoção da cor iguais a 81,43%, 87,30% e 93,96% para as concentrações

de 0,50 g.L<sup>-1</sup>, 0,375 g.L<sup>-1</sup> e 0,25 g.L<sup>-1</sup>, respectivamente. Karam *et al.* (2021) ao avaliarem a eficiência desse coagulante convencional no tratamento de efluentes têxteis também verificaram que as concentrações mais elevadas tendem a apresentar uma menor eficiência, o que associaram ao aumento do teor de ferro oxidado. A presença deste metal acarreta o surgimento de uma cor vermelha/amarelada além da cor dos corantes existentes na água, interferindo na análise da redução da cor.

Sendo assim, de modo a melhorar a capacidade do tratamento proposto a pectina e a solução de FeCl<sub>3</sub> foram empregados de forma conjunta em diferentes proporções descritas na Tabela 6. Nesta tabela estão apresentados os resultados obtidos para esses ensaios.

**Tabela 6** – Eficiência de remoção da cor para as diferentes combinações de FeCl<sub>3</sub> e pectina.

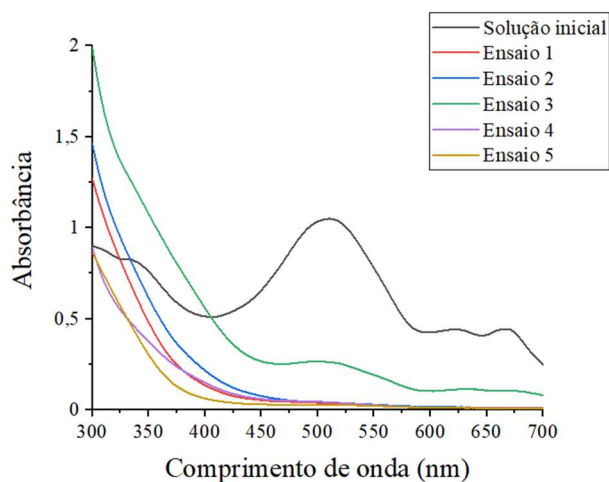
Ensaio	FeCl <sub>3</sub> (g.L <sup>-1</sup> )	Pectina (g.L <sup>-1</sup> )	Proporção	Remoção da cor (%)	
				Casca de Maracujá	Casca de Laranja
1	0,25	0,25	1:1	97,44	96,41
2	0,25	0,50	1:2	95,31	96,07
3	0,25	0,75	1:3	73,59	74,66
4	0,125	0,25	1:2	84,42	95,82
<b>5</b>	<b>0,25</b>	<b>0,075</b>	<b>3:1</b>	<b>98,33</b>	<b>98,23</b>

Fonte: a autora (2022).

Analisando a Tabela 6 é possível verificar que o tratamento de coagulação-floculação ocorreu de forma mais eficiente ao fazer uso de FeCl<sub>3</sub> e pectina 3:1 (Ensaio 5), independente da matriz vegetal utilizada (cascas de laranja e maracujá). Um dado importante de ser ressaltado reside no fato de que as eficiências obtidas para esta proporção de coagulantes foi cerca de 5% superior ao valor obtido quando se fez uso do coagulante sintético de forma isolada. Para cada um dos ensaios também foram realizadas análise de varreduras espectrais na solução que estão presentes na Figura 9.

**Figura 9** – Varreduras espectrais da solução inicial e após cada um dos ensaios de coagulação.





Fonte: a autora (2022).

Conforme pode ser observado na Figura 9, todos os ensaios apresentaram redução da absorbância no comprimento de onda característico da mistura de corantes (508 nm). Entretanto, os Ensaios 4 e 5 são aqueles que realmente apresentam redução da absorbância em todos os comprimentos de onda quando comparados com o espectro da solução antes do tratamento, sendo o Ensaio 5 aquele que apresentou essa redução de forma mais acentuada, principalmente após 350 nm. Vale ressaltar que esse comportamento foi observado para o tratamento com pectina proveniente tanto da laranja quanto do maracujá.

Owodunni; Ismail (2021) afirmam que polímeros como a pectina apresentam mecanismo de atuação através da adsorção e formação de pontes de polímero com as partículas em suspensão. Ao longo dos experimentos também foi possível observar tal mecanismo (Figura 10).

**Figura 10** – Etapa de floculação utilizando: a)  $\text{FeCl}_3$  sem pectina e b) com pectina.

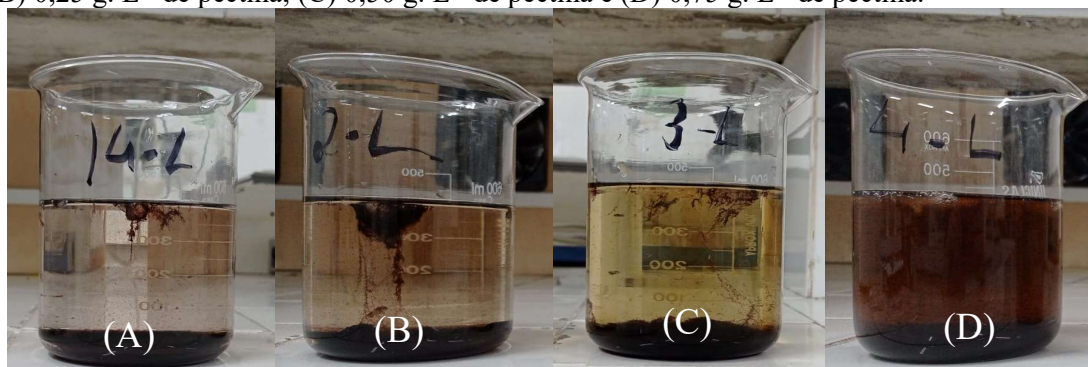


Fonte: a autora (2022).

Ao analisar a Figura 10 (B) é possível verificar a formação das aglomerações devido às pontes de polímero entre as partículas em solução e a pectina (de forma análoga ao esquema proposto por Owodunni; Ismail (2021) presente na Figura 1), produzindo flocos maiores que os produzidos pelo uso de  $\text{FeCl}_3$  de forma isolada (Figura 10 (A)).

Os resultados presentes na Tabela 6 também mostraram que à medida que a concentração de pectina é aumentada para um mesmo teor de  $\text{FeCl}_3$  ocorre uma redução da eficiência do processo, este fato pode ser compreendido através da análise visual do ensaio conforme apresentado na Figura 11.

**Figura 11** – Resultado após 60 min de decantação para  $0,25 \text{ g.L}^{-1}$  de  $\text{FeCl}_3$  e: (A)  $0,075 \text{ g.L}^{-1}$  de pectina; (B)  $0,25 \text{ g.L}^{-1}$  de pectina; (C)  $0,50 \text{ g.L}^{-1}$  de pectina e (D)  $0,75 \text{ g.L}^{-1}$  de pectina.



Fonte: a autora (2022).

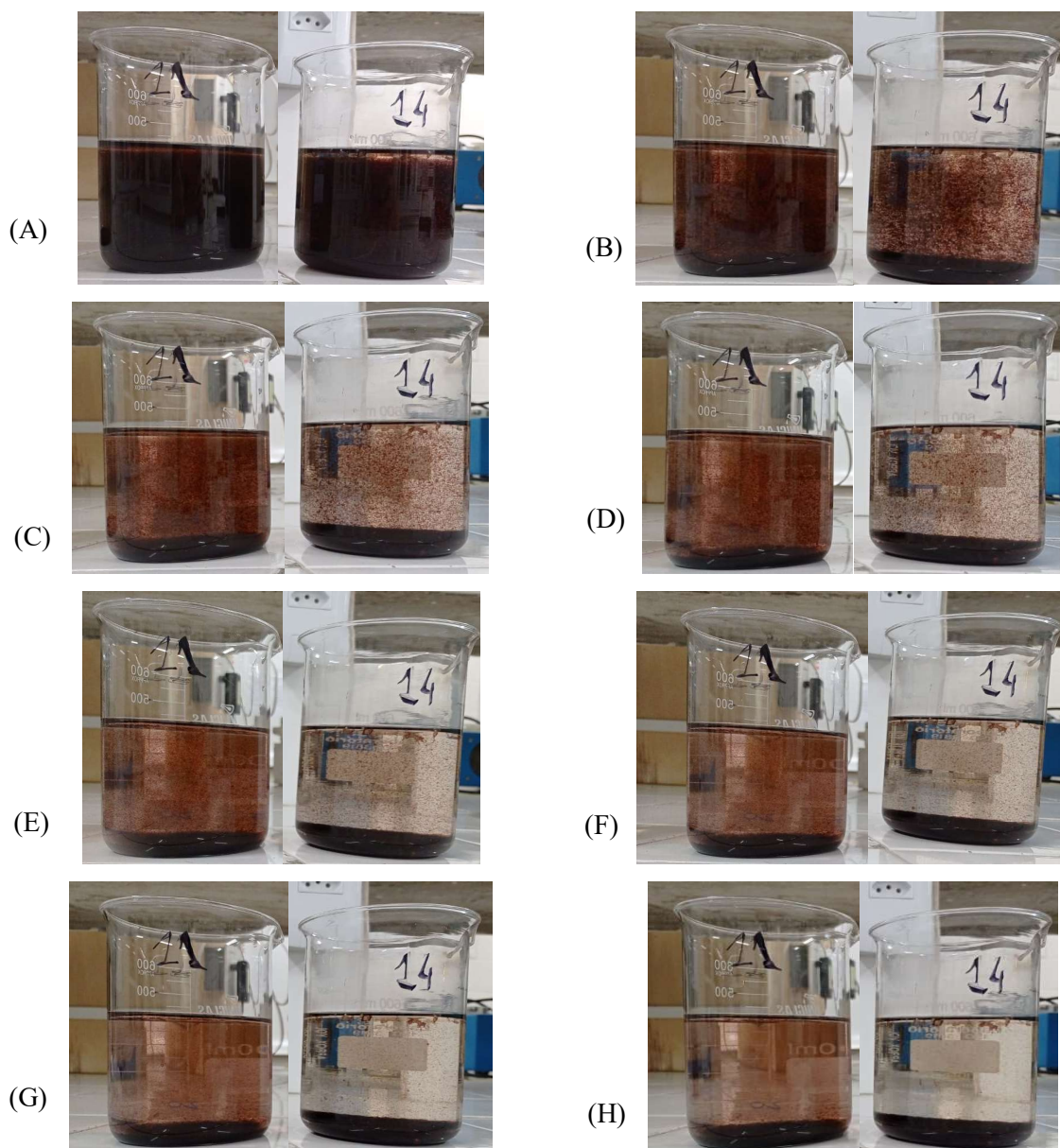
Na Figura 11, percebe-se que à medida que o teor de pectina aumenta a solução tende a apresentar uma coloração mais escura e é possível também verificar a presença de uma maior quantidade de material em suspensão. Segundo Mao *et al.* (2020) isso se deve ao fato de que se for utilizada uma quantidade elevada de polímero, ocorre uma inversão de cargas e dispersão das partículas em virtude desse excesso de material. Isto irá ocasionar uma espécie de revestimento das partículas, dificultando a formação dos flocos em um fenômeno chamado reestabilização.

Vale ressaltar, que ao tentar reduzir o teor de  $\text{FeCl}_3$ , mantendo-se o teor de pectina (Ensaio 1 e 4 da Tabela 6) também foi observada uma redução na eficiência do processo. Isto indica que o material extraído não pode ser utilizado como substituto do coagulante convencional nas proporções avaliadas, mas sim como complemento.

Também foi avaliado o pH das soluções, o qual variou de 5 (solução inicial) para 3,5 (tanto para os ensaios com  $\text{FeCl}_3$  isolado como para suas combinações com pectina). Isso explica a formação dos flocos (precipitado), uma vez que, segundo Santos Júnior *et al.* (2021),

uma faixa de pH ácida favorece a formação de precipitado para os íons  $\text{Fe}^{3+}$ . Por fim, os testes realizados permitiram observar a influência da pectina no tempo de decantação (Figura 12).

**Figura 12** – Comparação entre o tempo de decantação sem (à esquerda) e com pectina (3:1) (à direita) com: (A) Imediatamente após ser retirado do *jar test*; (B) após 5 min de decantação; (C) após 10 min de decantação; (D) após 15 min de decantação; (E) após 20 min de decantação; (F) após 30 min de decantação; (G) após 40 min de decantação; (H) após 60 min de decantação.



Fonte: a autora (2022).

Conforme mostra a Figura 12, a utilização de pectina auxiliou na formação de flocos maiores, reduzindo o tempo de decantação, de modo que após 30 min o processo foi estabilizado. Isso se dá, segundo Siti *et al.* (2013) pela ação da pectina como biofloculante.



## 5. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos no presente trabalho permitiram concluir que a extração de pectina das cascas (albedo e flavedo) de laranja e maracujá utilizando o método hidrotérmico (convencional) apresentou um maior rendimento do que o método empregando ultrassom. Este resultado está associado a fenômenos de despolimerização da pectina por parte da radiação ultrassônica utilizada. Percebeu-se ainda que para ambos os métodos, a extração a partir da casca de maracujá se mostrou mais eficiente, indicando um teor de pectina mais elevado nessa fruta.

Para o método hidrotérmico de extração de pectina a partir das matrizes vegetais empregadas a presença de agitação não se mostrou como uma variável significativa para o processo, sendo importante avaliar as variáveis tempo, razão casca/solvente e temperatura. O emprego do banho ultrassônico mostrou que as variáveis tempo, razão casca/solvente, temperatura e potência são relevantes para o processo.

As pectinas extraídas a partir dos diferentes métodos e matrizes mostraram conformidade com o espectro de FTIR descrito para esse polissacarídeo na literatura, indicando a eficiência em separá-lo das matrizes. A análise dos graus de esterificação permitiu observar que todas as amostras produzidas se tratam de pectina de baixo teor de metoxila, o que foi fundamental para determinação do pH dos testes de coagulação.

No tocante aos testes de coagulação-floculação, verificou-se que a pectina não deve ser utilizada de forma isolada. Os testes com o cloreto férrico, coagulante convencional, e a combinação desse com a pectina conseguiram atingir o objetivo deste trabalho. Constatou-se que o uso de  $\text{FeCl}_3$ /pectina na proporção de 3:1 aumentou a eficiência de remoção da cor e reduziu o tempo de decantação. Isso se deve a interação entre os dois coagulantes, que gerou flocos maiores através do mecanismo de formação de pontes de polímero otimizando o processo e se mostrando um biofloculante eficiente.

## REFERÊNCIAS

- ADANE, T.; ADUGNA, A. T.; ALEMAYEHU, E. Textile industry effluent treatment techniques. **Journal of Chemistry**, v. 2021, 2021.
- ADETUNJI, L. R.; ADEKUNLE, A.; ORSAT, V.; RAGHAVAN, V. Advances in the pectin production process using novel extraction techniques: A review. **Food Hydrocolloids**, v. 62, p. 239-250, 2017.
- AHMAD, A.; ABDULLAH, S. R. S.; HASAN, H. A.; OTHMAN, A. R.; ISMAIL, N. I. Potential of local plant leaves as natural coagulant for turbidity removal. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, n. 2, p. 2579-2587, 2022.
- ALDERETE, B. L.; DA SILVA, J.; GODOI, R.; SILVA, F. R.; TAFFAREL, S. R.; SILVA, L. P.; PICADA, J. N. Evaluation of toxicity and mutagenicity of a synthetic effluent containing azo dye after advanced oxidation process treatment. **Chemosphere**, v. 263, p. 128291, 2021.
- ALMAGRO, N. M.; TORRALBA, A. R.; MÉNDEZ-ALBIÑANA, P.; GUERRA-HERNÁNDEZ, E.; GARCÍA-VILLANOVA, B.; MORENO, R.; MONTILLA, A. Berry fruits as source of pectin: Conventional and non-conventional extraction techniques. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 186, p. 962-974, 2021.
- AL-TOHAMY, R.; ALI, S. S.; LI, F.; OKASHA, K. M.; MAHMOUD, Y. A. G.; ELSAMAHY, T.; SUN, J. A critical review on the treatment of dye-containing wastewater: Ecotoxicological and health concerns of textile dyes and possible remediation approaches for environmental safety. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, v. 231, p. 113160, 2022.
- ANG, W. L.; MOHAMMAD, A. W. State of the art and sustainability of natural coagulants in water and wastewater treatment. **Journal of Cleaner Production**, v. 262, p. 121267, 2020.
- ASGARI, K.; LABBAFI, M.; KHODAIYAN, F.; KAZEMI, M.; HOSSEINI, S. S. High-methylated pectin from walnut processing wastes as a potential resource: Ultrasound assisted extraction and physicochemical, structural and functional analysis. **International journal of biological macromolecules**, v. 152, p. 1274-1282, 2020.
- BAHRODIN, M. B.; ZAIDI, N. S.; HUSSEIN, N.; SILLANPÄÄ, M.; PRASETYO, D. D.; SYAFIUDDIN, A. Recent advances on coagulation-based treatment of wastewater: transition from chemical to natural coagulant. **Current Pollution Reports**, v. 7, n. 3, p. 379-391, 2021.
- BEHERA, M.; NAYAK, J.; BANERJEE, S.; CHAKRABORTTY, S.; TRIPATHY, S. K. A review on the treatment of textile industry waste effluents towards the development of efficient mitigation strategy: An integrated system design approach. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 4, p. 105277, 2021.
- BENASSI, L.; ALESSANDRI, I.; VASSALINI, I. Assessing green methods for pectin extraction from waste orange peels. **Molecules**, v. 26, n. 6, p. 1766, 2021.

BENKHAYA, S.; M'RABET, S.; EL HARFI, A. A review on classifications, recent synthesis and applications of textile dyes. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 115, p. 107891, 2020.

BIDHENDI, G. N.; TORABIAN, A.; EHSANI, H.; RAZMKHAH, N. Evaluation of industrial dyeing wastewater treatment with coagulants and polyelectrolyte as a coagulant aid. **Journal of Environmental Health Science & Engineering**, v. 4, n. 1, p. 29-36, 2007.

BRASIL. Conselho Nacional do Meio Ambiente (Conama). Resolução nº 430, de 13 de Maio de 2011. Brasília. DF. 2011.

CAVALCANTI, A. M.; SANTOS, G. F. A indústria têxtil no Brasil: uma análise da importância da competitividade frente ao contexto mundial. **Exacta**, v. 20, n. 3, p. 706-726, 2022.

CAVALCANTI, J. E. W. A. **Manual de tratamento de efluentes industriais**. São Paulo: Engenho Editora Técnica Ltda, p. 349-352, 2009.

CHANIKYA, P.; NIDHEESH, P. V.; BABU, D. S.; GOPINATH, A.; KUMAR, M. S. Treatment of dyeing wastewater by combined sulfate radical based electrochemical advanced oxidation and electrocoagulation processes. **Separation and Purification Technology**, v. 254, p. 117570, 2021

CHEN, J.; CHENG, H.; ZHI, Z.; ZHANG, H.; LINHARDT, R. J.; ZHANG, F.; YE, X. Extraction temperature is a decisive factor for the properties of pectin. **Food Hydrocolloids**, v. 112, p. 106160, 2021.

CUNHA, A. L. X.; NETO, L. M. P.; DE ARRUDA, V. C. M.; DE PAULO SILVA, V; CUNHA FILHO, M.; TAVARES, R. G. Tratamento físico-químicos de efluente têxtil utilizando Sulfato de Alumínio, Carvão Ativado e Moringa Oleifera. **Revista Geama**, v. 5, n. 3, p. 47-55, 2019.

DALVAND, A.; EHRAMPOUSH, M. H.; GHANEIAN, M. T.; MOKHTARI, M.; EBRAHIMI, A. A.; MALEK AHMADI, R.; MAHVI, A. H. Application of chemical coagulation process for direct dye removal from textile wastewater. **Journal of Environmental Health and Sustainable Development**, v. 2, n. 3, p. 333-339, 2017.

DAO, T. A. T.; WEBB, H. K.; MALHERBE, F. Optimization of pectin extraction from fruit peels by response surface method: Conventional versus microwave-assisted heating. **Food Hydrocolloids**, v. 113, p. 106475, 2021.

DEMIR, D.; CEYLAN, S.; GÖKTÜRK, D.; BÖLGEN, N. Extraction of pectin from albedo of lemon peels for preparation of tissue engineering scaffolds. **Polymer Bulletin**, v. 78, n. 4, p. 2211-2226, 2021.

DRANCA, F.; VARGAS, M.; OROIAN, M. Physicochemical properties of pectin from *Malus domestica* 'Fălticeni' apple pomace as affected by non-conventional extraction techniques. **Food Hydrocolloids**, v. 100, p. 105383, 2020.

FAKAYODE, O. A.; ABOBI, K. E. Optimization of oil and pectin extraction from orange (*Citrus sinensis*) peels: a response surface approach. **Journal of Analytical Science and Technology**, v. 9, n. 1, p. 1-16, 2018.

FERREIRA, V. X.; CINTRÃO, J. F. F.; SILVA, E. C. C.; IMACULADA, S. O uso sustentável da água: a produção mais limpa em uma indústria têxtil do estado de São Paulo. **Revista Brasileira Multidisciplinar**, v. 22, n. 3, p. 119-143, 2019.

FREITAS, C. M. P.; SOUSA, R. C. S.; DIAS, M. M. S.; COIMBRA, J. S. R. Extraction of pectin from passion fruit peel. **Food Engineering Reviews**, v. 12, n. 4, p. 460-472, 2020.

FREITAS, T. K. F. S.; ALMEIDA, C. A.; MANHOLER, D. D.; GERALDINO, H. C. L.; SOUZA, M. T. F. D.; GARCIA, J. C. **Review of utilization plant-based coagulants as alternatives to textile wastewater treatment. In: Detox Fashion.** Springer, Singapore, 2018. p. 27-79.

GUO, Z.; GE, X.; YANG, L.; GOU, Q.; HAN, L.; YU, Q. L. Utilization of watermelon peel as a pectin source and the effect of ultrasound treatment on pectin film properties. **LWT**, v. 147, p. 111569, 2021.

HAQUE, M. S.; NAHAR, N.; SAYEM, S. M. Industrial water management and sustainability: development of SIWP tool for textile industries of Bangladesh. **Water Resources and Industry**, v. 25, p. 100145, 2021.

HOSSEINI, S. S.; KHODAIYAN, F.; KAZEMI, M.; NAJARI, Z. Optimization and characterization of pectin extracted from sour orange peel by ultrasound assisted method. **International journal of biological macromolecules**, v. 125, p. 621-629, 2019.

HUSSAIN, G.; HAYDAR, S. Textile effluent treatment using natural coagulant *Opuntia stricta* in comparison with alum. **CLEAN–Soil, Air, Water**, v. 49, n. 10, p. 2000342, 2021.

JALAL, G.; ABBAS, N.; DEEBA, F.; BUTT, T.; JILAL, S.; SARFRAZ, S. Efficient removal of dyes in textile effluents using aluminum-based coagulant. **Chemistry International**, v. 7, n. 3, p. 197-207, 2021.

KARAM, A.; BAKHOUM, E. S.; ZAHER, K. Coagulation/flocculation process for textile mill effluent treatment: experimental and numerical perspectives. **International Journal of Sustainable Engineering**, v. 14, n. 5, p. 983-995, 2021.

KE, J.; JIANG, G.; SHEN, G.; WU, H.; LIU, Y.; ZHANG, Z. Optimization, characterization and rheological behavior study of pectin extracted from chayote (*Sechium edule*) using ultrasound assisted method. **International journal of biological macromolecules**, v. 147, p. 688-698, 2020.

KEBAILI, M.; DJELLALI, S.; RADJAI, M.; DROUCHE, N.; LOUNICI, H. Valorization of orange industry residues to form a natural coagulant and adsorbent. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 64, p. 292-299, 2018.

KISHOR, R.; PURCHASE, D.; SARATALE, G. D.; SARATALE, R. G.; FERREIRA, L. F. R.; BILAL, M.; BHARAGAVA, R. N. Ecotoxicological and health concerns of persistent coloring pollutants of textile industry wastewater and treatment approaches for environmental safety. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 2, p. 105012, 2021a.



KISHOR, R.; PURCHASE, D.; SARATALE, G. D.; FERREIRA, L. F. R.; BILAL, M.; IQBAL, H. M.; BHARAGAVA, R. N. Environment friendly degradation and detoxification of Congo red dye and textile industry wastewater by a newly isolated *Bacillus cohnii* (RKS9). **Environmental Technology & Innovation**, v. 22, p. 101425, 2021b.

KRISTIANTO, H.; KURNIAWAN, M. A.; SOETEDJO, J. N. M. Utilization of papaya seeds as natural coagulant for synthetic textile coloring agent wastewater treatment. **International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology**, v. 8, n. 5, p. 2071-2077, 2018.

KUMAR, M.; TOMAR, M.; SAURABH, V.; MAHAJAN, T.; PUNIA, S.; DEL MAR CONTRERAS, M.; KENNEDY, J. F. Emerging trends in pectin extraction and its anti-microbial functionalization using natural bioactives for application in food packaging. **Trends in Food Science & Technology**, v. 105, p. 223-237, 2020.

LELLIS, B.; FÁVARO-POLONIO, C. Z.; PAMPHILE, J. A.; POLONIO, J. C. Effects of textile dyes on health and the environment and bioremediation potential of living organisms. **Biotechnology Research and Innovation**, v. 3, n. 2, p. 275-290, 2019.

LI, J.; ZHANG, L.; LI, J. F.; LI, D. Q. Comparative studies of combined influence of variables on the esterification degree of pectin extracted by sulfuric acid and citric acid. **Advances in Polymer Technology**, v. 2019, 2019.

LOLOEI, M.; ALIDADI, H.; NEKONAM, G.; KOR, Y. Study of the coagulation process in wastewater treatment of dairy industries. **International Journal of Environmental Health Engineering**, v. 3, n. 1, p. 12, 2014.

MAO, Y.; MILLETT, R.; LEE, C. S.; YAKUBOV, G.; HARDING, S. E.; BINNER, E. Investigating the influence of pectin content and structure on its functionality in bio-flocculant extracted from okra. **Carbohydrate polymers**, v. 241, p. 116414, 2020.

MARENDIA, F. R. B.; MATTIODA, F.; DEMIATE, I. M.; DE FRANCISCO, A.; DE OLIVEIRA PETKOWICZ, C. L.; CANTERI, M. H. G.; DE MELLO CASTANHO AMBONI, R. D. Advances in studies using vegetable wastes to obtain pectic substances: A review. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 27, n. 3, p. 549-560, 2019.

MARIĆ, M.; GRASSINO, A. N.; ZHU, Z.; BARBA, F. J.; BRNČIĆ, M.; BRNČIĆ, S. R. An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and by-products: Ultrasound-, microwaves-, and enzyme-assisted extraction. **Trends in Food Science & Technology**, v. 76, p. 28-37, 2018.

MELLINAS, C.; RAMOS, M.; JIMÉNEZ, A.; GARRIGÓS, M. C. Recent trends in the use of pectin from agro-waste residues as a natural-based biopolymer for food packaging applications. **Materials**, v. 13, n. 3, p. 673, 2020.

MOGHADDAM, M. J.; SHADDEL, R.; PEIGHAMBARDOUST, S. H. Sugar beet pectin extracted by ultrasound or conventional heating: A comparison. **Journal of Food Science and Technology**, v. 58, n. 7, p. 2567-2578, 2021.

MOHAMAD, N. A.; HAMZAH, S.; HARUN, M. H. C.; ALI, A.; RASIT, N.; AWANG, M.; SAAD, R. Copperas as iron-based coagulant for water and wastewater treatment: A review. **Biointerface Res Appl Chem**, v. 12, n. 3, p. 4155-4176, 2022.

NARIMATSU, B. M. G.; DO BEM, N. A.; WACHHOLZ, L. A.; LINKE, P. P.; LIZAMA, M. D. L. A. P.; REZENDE, L. C. S. H. Corantes naturais como alternativa sustentável na indústria têxtil. **Revista Valore**, v. 5, p. 5030, 2020.

NIMESHA, S.; HEWAWASAM, C.; JAYASANKA, D. J.; MURAKAMI, Y.; ARAKI, N.; MAHARJAN, N. Effectiveness of natural coagulants in water and wastewater treatment. **Global Journal of Environmental Science and Management**, v. 8, n. 1, p. 101-116, 2022.

NUNES, J. A. **Tratamento físico-químico de águas residuárias industriais**. Editora J. Andrade, 2004.

OLIVEIRA, C. F.; GIORDANI, D.; LUTCKEMIER, R.; GURAK, P. D.; CLADERA-OLIVERA, F.; MARCZAK, L. D. F. Extraction of pectin from passion fruit peel assisted by ultrasound. **LWT-Food Science and Technology**, v. 71, p. 110-115, 2016.

OLIVEIRA, C. F.; GIORDANI, D.; LUTCKEMIER, R.; GURAK, P. D.; OLIVEIRA, F. C.; MARCZAK, L. D. F. Extraction of pectin from passion fruit peel. **Food Engineering Reviews**, v. 12, n. 4, p. 460-472, 2020.

OWODUNNI, A. A.; ISMAIL, S. Revolutionary technique for sustainable plant-based green coagulants in industrial wastewater treatment—A review. **Journal of Water Process Engineering**, v. 42, p. 102096, 2021.

PARRA, D. M. C.; CORREA-MAHECHA, F.; RODRÍGUEZ-MIRANDA, J. P.; SALCEDO-PARRA, O. J.; RIVAS-TRUJILLO, E. Extraction of Polyphenols from Unripened Coffee (*Coffea Arabica*) Residues and Use as a Natural Coagulant for Removing Turbidity. **Processes**, v. 10, n. 6, p. 1105, 2022.

PATIENCE, N. A.; SCHIEPPATI, D.; BOFFITO, D. C. Continuous and pulsed ultrasound pectin extraction from navel orange peels. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 73, p. 105480, 2021.

PERNAMBUCO. Agência Estadual de Meio Ambiente (CPRH). **CPRH N 2.007**. Coliformes termotolerantes – Padrões de Lançamento para efluentes domésticos e/ou industriais. Recife, PE, 2007.

PERNAMBUCO. Agência Estadual de Meio Ambiente de Pernambuco (CPRH). **CPRH N 2.001**: Controle de carga orgânica em efluentes. Recife, PE, 2003.

PICOT-ALLAIN, M. C. N.; RAMASAWMY, B.; EMMAMBUX, M. N. Extraction, characterisation, and application of pectin from tropical and sub-tropical fruits: a review. **Food Reviews International**, v. 38, n. 3, p. 282-312, 2022.

PRABHAKARAN, G.; MANIKANDAN, M.; BOOPATHI, M. Treatment of textile effluents by using natural coagulants. **Materials Today: Proceedings**, v. 33, p. 3000-3004, 2020.

RAMOS, M. D. N.; LIMA, J. P. P.; AQUINO, S. F.; AGUIAR, A. A critical analysis of the alternative treatments applied to effluents from Brazilian textile industries. **Journal of Water Process Engineering**, v. 43, p. 102273, 2021.

RODRIGUES, G. M.; SILVA, C.. EXTRAÇÃO ÁCIDA DA PECTINA DA CASCA DE MARACUJÁ ASSISTIDA POR ULTRASSOM. **e-xacta**, v. 10, n. 1, p. 45-52, 2017.

ROSA, J. M.; TAMBOURGI, E. B.; VANALLE, R. M.; GAMARRA, F. M. C.; SANTANA, J. C. C.; ARAÚJO, M. C. Application of continuous H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/UV advanced oxidative process as an option to reduce the consumption of inputs, costs and environmental impacts of textile effluents. **Journal of cleaner production**, v. 246, p. 119012, 2020.

SABATER, C.; SABATER, V.; OLANO, A.; MONTILLA, A.; CORZO, N. Ultrasound-assisted extraction of pectin from artichoke by-products. An artificial neural network approach to pectin characterisation. **Food Hydrocolloids**, v. 98, p. 105238, 2020.

SANTANA, R. M. R.; NAPOLEÃO, D. C.; SANTOS JÚNIOR, S. G.; GOMES, R. K. M.; MORAES, N. F. S.; ZAIDAN, L. E. M. C.; ELIHIMAS, D. R. M.; NASCIMENTO, G. E.; DUARTE, M. M. M. B. Photo-Fenton process under sunlight irradiation for textile wastewater degradation: monitoring of residual hydrogen peroxide by spectrophotometric method and modeling artificial neural network models to predict treatment. **Chemical Papers (ONLINE)**, v. 75, p. 1, 2021.

SANTOS JUNIOR, S. G.; SANTANA, R. M. R.; GOMES, R. K. M.; MORAES, N. F. S.; SILVA, P. M.; PAIVA, P. M. G.; NAPOLEAO, D. C. Treatment of persistent organic pollutants in led reactor using ferrous sulfate and iron waste for Fenton process. **Environmental Engineering and Management Journal**, v. 20, n. 6, p. 883-893, 2021.

SANTOS, E. E.; AMARO, R. C.; BUSTAMANTE, C. C. C.; GUERRA, M. H. A.; SOARES, L. C.; FROES, R. E. S. Extraction of pectin from agroindustrial residue with an ecofriendly solvent: Use of FTIR and chemometrics to differentiate pectins according to degree of methyl esterification. **Food Hydrocolloids**, v. 107, p. 105921, 2020.

SANTOS, E. K. R.; AZOUBEL, P. M.; GOUVEIA, E. R. Better pectin yield from passion fruit peel (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*): from shaker or ultrasound? A comparison. **Waste and biomass valorization**, v. 8, n. 3, p. 905-910, 2017.

SANTOS, E.; ANDRADE, R.; GOUVEIA, E. Utilization of the pectin and pulp of the passion fruit from Caatinga as probiotic food carriers. **Food Bioscience**, v. 20, p. 56-61, 2017.

SENGAR, A. S.; RAWSON, A.; MUTHIAH, M.; KALAKANDAN, S. K. Comparison of different ultrasound assisted extraction techniques for pectin from tomato processing waste. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 61, p. 104812, 2020.

SHARMA, J.; SHARMA, S.; SONI, V. Classification and impact of synthetic textile dyes on Aquatic Flora: A review. **Regional Studies in Marine Science**, v. 45, p. 101802, 2021.

SILVA, J. E. S.; BORGIANI, D. S. S. Guidelines for upcycling from a perspective of design management applied in a small factory of women's clothes in Caruaru-PE (Brazil). **International Journal of Advanced Engineering Research and Science**, v. 8, p. 6, 2021.

SIN, L. K.; YHAYA, M. F. B.; TALEBI, A.; ISMAIL, N. Synthesis, characterisation and application of quaternised pectin as flocculant in wastewater treatment. **International Journal of Environmental Engineering**, v. 10, n. 3, p. 243-262, 2020.

SITI, A. I.; SITI, N.; NUR, F.; MEGAT, A.; NORLI, I. Optimization studies on textile wastewater decolourization by Fe<sup>3+</sup>/pectin. **International Proceedings of Chemical, Biological and Environmental Engineering (IPCBE)**, v. 58, p. 6-10, 2013.

SOUZA-NETO, A. L.; COELHO, C. M.; MOREIRA, F. M. S.; ARDISSON, J. D.; URZEDO, A. P. F. M.; SILVA, A. C. B. Aplicação da Cinza Volante em Reações Tipo Fenton Heterogêneo na Degradação do Corante Índigo Carmim. **Revista Virtual Química**, v. 11, n. 3, p. 1054-1066, 2019.

TABAKI, S.; ARDESTANI, F. Evaluation of Natural and Chemical Coagulants Performance in Treatment of Municipal Wastewater of Behshahr City. **Avicenna Journal of Environmental Health Engineering**, v. 8, n. 2, p. 110-115, 2021.

TARKWA, J. B.; OTURAN, N.; ACAYANKA, E.; LAMINSI, S.; OTURAN, M. A. Photo-Fenton oxidation of Orange G azo dye: process optimization and mineralization mechanism. **Environmental Chemistry Letters**, v. 17, n. 1, p. 473-479, 2019.

VON SPERLING, M. **Introdução à qualidade das águas e ao tratamento de esgotos**. 4 ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2014.

VON SPERLING, M. **Introdução à qualidade das águas e aos tratamentos de esgotos**. 2 ed. Belo Horizonte: Editora UFMG, 1996.

ZHAN, B. J.; LI, J. S.; XUAN, D. X.; POON, C. S. Recycling hazardous textile effluent sludge in cement-based construction materials: Physicochemical interactions between sludge and cement. **Journal of hazardous materials**, v. 381, p. 121034, 2020.