



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

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

MARIA JÚLIA DE OLIVEIRA COSTA

**EXTRAÇÃO E APLICAÇÃO DA PECTINA DO ALBEDO DE MARACUJÁ PARA
TRATAMENTO DE MATRIZES TÊXTEIS**

Recife-PE

2023

MARIA JÚLIA DE OLIVEIRA COSTA

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

EXTRAÇÃO E APLICAÇÃO DA PECTINA DO ALBEDO DE MARACUJÁ PARA TRATAMENTO DE MATRIZES TÊXTEIS

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

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Daniella Carla Napoleão.

Recife

2023

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

Costa, Maria Júlia de Oliveira.

Extração e aplicação da pectina do albedo de maracujá para tratamento de matrizes têxteis / Maria Júlia de Oliveira Costa. - Recife, 2023.

61 p : il., tab.

Orientador(a): Daniella Carla Napoleão

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Química Industrial - Bacharelado, 2023.

1. Coagulação. 2. Floculação. 3. Pectina. 4. Sulfato de alumínio. I. Napoleão, Daniella Carla. (Orientação). II. Título.

540 CDD (22.ed.)

MARIA JÚLIA DE OLIVEIRA COSTA

EXTRAÇÃO E APLICAÇÃO DA PECTINA DO ALBEDO DE MARACUJÁ PARA TRATAMENTO DE MATRIZES TÊXTEIS

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

Aprovado em: 28/09/2023.

BANCA EXAMINADORA

Documento assinado digitalmente



DANIELLA CARLA NAPOLEAO

Data: 03/10/2023 17:16:54-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof^a. Dr^a. Daniella Carla Napoleão (Orientadora)
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

Documento assinado digitalmente



MARTA MARIA MENEZES BEZERRA DUARTE

Data: 03/10/2023 18:46:49-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof^a. Dr^a. Marta Maria Menezes Bezerra Duarte (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

Documento assinado digitalmente



RAFAELLA DE FIGUEIREDO SALES

Data: 03/10/2023 19:41:32-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof^a. Dr^a. Rafaella de Figueiredo Sales (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

Aos meus pais, Aquesia e João,
e às minhas irmãs, Jamile e Janine,
a quem tanto amo.

AGRADECIMENTOS

À minha família, principalmente aos meus pais, Aquesia Gonçalves de Oliveira Costa e João Iltemberg de Farias Costa, que me deram todo apoio emocional e financeiro por toda a minha vida e acreditaram em mim, me dando forças para continuar.

À minha orientadora, Prof^ª. Dr^ª. Daniella Carla Napoleão, por toda dedicação, ajuda, paciência e disponibilidade. Sua contribuição foi essencial para minha perseverança na realização deste trabalho.

À Rayany Magali da Rocha Santana por tanto suporte na realização dos experimentos e por compartilhar tanto conhecimento, tornando tudo mais fácil.

Ao meu querido amigo Danilo Ricardo Almeida Gonzaga (*in memorian*) por todo o apoio durante quase toda a graduação, pelos valiosos conselhos, pelas inúmeras vezes que estudamos juntos para as provas e por todos os trabalhos que realizamos em conjunto. Penso em você todos os dias desde a sua partida. Embora sua jornada neste plano tenha chegado ao fim, as lições que você deixou estarão comigo por toda a minha vida.

Aos meus amigos Júlia Sena, Maria Eduarda Oliveira, Paulo Sóstenes, Rafael Tomaz, Rodolfo Martins, Roney Soares, Sérgio Leal e Yasmim Alves pela companhia na realização dos trabalhos e estudos em grupo, pelas conversas e risadas. Vocês tornaram a graduação mais leve e prazerosa.

Ao meu namorado e melhor amigo Danilo Hans Marques de Lima por todo apoio, carinho e por estar sempre disponível para me ouvir, me ajudando a manter o equilíbrio emocional e alcançar a conclusão deste TCC.

A todos do Laboratório de Engenharia Ambiental e da Qualidade pela receptividade e suporte, em especial a Marina Nunes e Rayssa Gomes pela grande ajuda na execução das análises.

Ao Laboratório de Combustíveis da UFPE (LAC) pela realização da análise de FT-IR. À Lavanderia Nossa Senhora do Carmo por ceder as amostras de efluentes.

À FADE/UFPE e à FACEPE (APQ 0947-3.06/22) pelo aporte financeiro.

RESUMO

Efluentes têxteis contêm diversos poluentes, com destaque para os corantes devido às suas características capazes de provocar sérios danos ao ecossistema. Para o tratamento deste rejeito, frequentemente emprega-se a coagulação seguida de floculação. Neste processo, são utilizados coagulantes químicos responsáveis pela desestabilização dos colóides, o que possibilita a agregação das partículas. Apesar de amplamente utilizadas, essas substâncias também podem acarretar em diversos males. Como um meio de reduzir ou substituir o uso de coagulantes químicos, estuda-se o emprego de materiais naturais. Logo, o objetivo deste trabalho foi investigar a possibilidade de utilizar a pectina do albedo de maracujá em conjunto com o sulfato de alumínio para o tratamento de matrizes têxteis, bem como avaliar as variáveis do método convencional de extração de pectina a fim de obter maiores rendimentos. Para a extração, foi realizado um planejamento fatorial 2^3 com triplicata do ponto central, no qual foram estudadas as variáveis: agitação, temperatura e tempo. Os ensaios de coagulação/floculação foram realizados com auxílio de *jar test*, sendo avaliados através de um planejamento fatorial 2^4 com três réplicas do ponto central, cujos fatores foram: concentração de sulfato de alumínio, concentração de pectina, tempo de mistura lenta e pH. Foi realizada também as análises de FT-IR e do grau de esterificação do biopolímero pelo método titulométrico. Por meio dos dados fornecidos pelo *software Statistica 12.0*, pode-se afirmar que as três variáveis da extração estudadas são significativas e atuam de forma independente. As condições que conduziram ao maior rendimento (23,67%) foram 180 rpm de agitação, 80°C e 120 min. Os ensaios preliminares de coagulação/ floculação evidenciaram que o uso da pectina proporcionou mais que o dobro de eficiência, aumentando de 36,95 para 80,37%. Pode-se concluir que a pectina é eficaz atuando apenas como floculante, pois, quando utilizada sozinha, promoveu apenas 1,33% de remoção de corante. O planejamento experimental empregado para avaliar a coagulação/floculação, identificou que os fatores concentração de sulfato de alumínio, concentração de pectina, pH e a interação entre concentração de $Al_2(SO_4)_3$ e pH são significativos. Em virtude da falta de ajuste do modelo linear, foi realizado um planejamento estrela a partir da ampliação do fatorial, com rotação de $\alpha = 1,333$. Entretanto, os dados não se ajustaram ao modelo quadrático devido ao tamanho dos resíduos. O ensaio que proporcionou maior eficiência de remoção de cor (86,26%) foi realizado com 500 mg·L⁻¹ $Al_2(SO_4)_3$, 75 mg·L⁻¹ de pectina, 30 min e pH 6. O estudo foi procedido com experimentos univariados realizados com amostras de efluente têxtil coletadas em lavanderia localizada em Caruaru/PE. Os ensaios executados possibilitaram encontrar a melhor condição dos parâmetros físico-químicos, que obteve coeficiente de absorção (4,2 (DFZ₄₃₆), 2,4 (DFZ₅₂₅) e 1,5 (DFZ₆₂₀) m⁻¹), turbidez (3,16 UNT) e remoção de DQO (74,77%), resultados alcançados com 200 mg·L⁻¹ de $Al_2(SO_4)_3$ e sem pectina. Tem-se que o efluente apresenta comportamento muito diferente da solução de corantes. O presente trabalho comprova que o uso do polissacarídeo não surtiu o efeito esperado, mas permitiu estudar a viabilidade do uso do biopolímero no tratamento do efluente têxtil.

Palavras-chaves: Coagulação. Floculação. Pectina. Sulfato de alumínio.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura química da pectina.....	24
Figura 2 - Gráfico de Pareto para a extração da pectina.....	36
Figura 3 - Gráfico dos resíduos da extração.....	38
Figura 4 - Espectro de FT-IR da pectina.	38
Figura 5 - Gráfico de Pareto da coagulação/floculação.....	42
Figura 6 - Gráfico do quadrado para interação entre pH e concentração de sulfato de alumínio.....	43
Figura 7 - Gráfico de Pareto do planejamento em estrela da coagulação/floculação.	46
Figura 8 - Gráfico de resíduos da coagulação.....	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Níveis das variáveis independentes da extração da pectina.	30
Tabela 2 - Níveis das variáveis independentes do processo de coagulação/floculação.	32
Tabela 3 - Níveis das variáveis independentes do processo de coagulação/floculação do planejamento CCD.	33
Tabela 4 - Resultados do planejamento experimental para a extração da pectina...	35
Tabela 5 - Tabela ANOVA para a Equação 11, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores significativos em negrito	37
Tabela 6 - Ensaio preliminares da coagulação/floculação.	40
Tabela 7 - Resultados do planejamento experimental de coagulação/floculação.....	41
Tabela 8 - Tabela ANOVA para o planejamento fatorial da coagulação, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e falta de ajuste significativos em negrito.	43
Tabela 9 - Tabela ANOVA com teste de curvatura, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e curvatura significativos em negrito.	44
Tabela 10 - Resultados do planejamento em estrela (CCD) de coagulação/floculação.	45
Tabela 11 - Tabela ANOVA para o planejamento em estrela da coagulação, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e falta de ajuste significativos em negrito.	46
Tabela 12 - Parâmetros físico-químicos dos efluentes bruto e tratado pela lavanderia.	48
Tabela 13 - Ensaio de coagulação/floculação do efluente têxtil.....	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

%GE	Grau de esterificação
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	Sulfato de alumínio
CCD	<i>Central Composite Design</i>
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
CPRH	Agência Estadual do Meio Ambiente
DBO	Demanda bioquímica de oxigênio
DQO	Demanda química de oxigênio
INPM	Instituto de Pesos e Medidas
PAC	Policloreto de alumínio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1	EFLUENTES TÊXTEIS	15
2.1.1	Parâmetros para lançamento de efluentes tratados	16
2.1.2	Corantes têxteis	17
2.2	TIPOS DE TRATAMENTOS DE EFLUENTES	18
2.2.1	Coagulação	19
2.2.1.1	Mecanismos de coagulação.....	19
2.2.2	Floculação	21
2.2.3	Coagulantes químicos	21
2.2.3.1	Sulfato de alumínio	22
2.2.4	Coagulantes naturais	23
2.2.4.1	Pectina	24
2.3	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	26
3	MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1	EXTRAÇÃO DA PECTINA	29
3.1.1	Planejamento experimental da extração	30
3.2	CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA	30
3.3	ENSAIOS DE COAGULAÇÃO/FLOCULAÇÃO	31
3.3.1	Planejamento experimental da coagulação/floculação	32
3.4	CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE TÊXTIL	33
3.5	TRATAMENTO DO EFLUENTE TÊXTIL.....	34
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
4.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA A EXTRAÇÃO DA PECTINA.	35
4.2	CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA.....	38

4.3	ENSAIOS DE COAGULAÇÃO/FLOCULAÇÃO	40
4.4	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DA COAGULAÇÃO/FLOCULAÇÃO.	41
4.5	CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE TÊXTIL	48
4.6	TRATAMENTO DO EFLUENTE TÊXTIL.....	49
5	CONCLUSÃO	52
	REFERÊNCIAS.....	54

1 INTRODUÇÃO

A água potável é de extrema importância para a qualidade de vida da população e preservação da fauna e da flora, pois a contaminação desse recurso provoca a disseminação de doenças e aumento da mortalidade de animais e plantas. Historicamente, as civilizações buscaram se desenvolver ao redor de rios e outros corpos d'água, pois, além de ter importância vital, ela também é essencial para atividades econômicas e, conseqüentemente, para o desenvolvimento humano (MALSAWMTLUANGA, 2018; NOURI *et al.*, 2021)

No passado era comum o descarte de efluentes em cursos d'água sem qualquer tipo de tratamento. Contudo, essa prática passou a se tornar bastante problemática com o aumento da densidade populacional e a industrialização, uma vez que estes fatores são responsáveis pela geração de grandes quantidades de efluentes com alta carga poluidora (WEN; SCHOUPS; GIESEN, 2017; CHAUBEY, 2021)

A indústria têxtil é uma das maiores ameaças ao meio ambiente devido ao alto volume de efluente gerado em seu processo produtivo e a sua composição, que contém diversos corantes, sais, enzimas, surfactantes, metais pesados, agentes redutores e oxidantes. Esses componentes tornam difícil o tratamento dos efluentes têxteis. A presença de corantes é preocupante, pois eles são muito solúveis, difíceis de serem degradados naturalmente, podendo causar diversos efeitos adversos para a fauna e flora. A contaminação com esse tipo de efluente, além de causar danos ao ecossistema, também prejudica a economia local, uma vez que diminui a disponibilidade de água limpa, que poderia ser usada para diversos fins (MADHAV *et al.*, 2018; WANG; JIANG; GAO, 2022).

Apesar da existência de legislação específica que proíbe o lançamento de resíduos sem tratamento em rios, essa conduta ainda é recorrente, especialmente em pequenas manufaturas têxteis, que carecem de recursos para tratar adequadamente seus resíduos (MADHAV *et al.*, 2018; FARKHARI; BAHZAD; FARID, 2023; GARCIA; CHANG; HERNANDEZ, 2023). Em trabalho realizado por Silva Filho *et al.* (2021), no qual foram estudadas onze lavanderias do município de Caruaru, Pernambuco, verificou-se que todas realizavam o tratamento de seus efluentes de forma ineficiente, com destaque para o parâmetro de remoção da demanda química de oxigênio (DQO), cujo valor foi em média de 46,56%, em desacordo com a legislação local vigente.

A fim de mitigar os impactos causados pelo lançamento de efluentes brutos na natureza, estes são submetidos a uma série de tratamentos físico-químicos e biológicos. Os processos pelos quais o resíduo deverá ser submetido dependerá de suas características e para qual finalidade ele será destinado (HOLKAR *et al.*, 2016).

A coagulação seguida de floculação é largamente utilizada como uma importante etapa no tratamento de vários efluentes devido a sua eficiência, facilidade de operação e rapidez. Por conta dessas vantagens, a maioria das lavanderias de pequeno porte aderem a esse método de tratamento. Entretanto, existem oportunidades de melhoria no processo de tratamento relacionadas aos parâmetros operacionais e às quantidades de reagentes utilizados. A coagulação se baseia na adição de substâncias químicas, geralmente sais inorgânicos, que desestabilizam as suspensões coloidais. Os sais mais utilizados são o sulfato de alumínio, o sulfato férrico e o cloreto férrico (RAMOS *et al.*, 2021; GARVASIS *et al.*, 2020).

Apesar dos sais inorgânicos apresentarem satisfatória eficácia e facilidade de operação, também existem desvantagens atreladas ao seu uso. Os coagulantes químicos podem provocar danos ao ecossistema local e à saúde humana. A presença de alumínio na água tratada com sais de alumínio pode favorecer o surgimento de problemas de saúde como mal de Alzheimer, cólicas e constipação intestinal e perda de energia. Além disso, os sedimentos formados após a coagulação com coagulantes químicos são tóxicos e precisam de tratamento subsequente antes de sua disposição final (OWODUNNI; ISMAIL, 2021).

Diante dessa problemática, fica notória a necessidade de encontrar meios alternativos que possam substituir ou diminuir o uso de coagulantes químicos. Para esse feito, tem sido cada vez mais estudada a possibilidade de substituição ou combinação com coagulantes naturais, uma vez que estes são biodegradáveis. Além disso, estes materiais reduzem a quantidade de lodo formada, diminuem o custo com o tratamento, não contêm metais tóxicos e são abundantes na natureza, podendo ser extraídos de animais, plantas e microrganismos (OWODUNNI; ISMAIL, 2021).

A pectina é um polímero natural e biodegradável, composto majoritariamente por ácido galacturônico, que pode ser extraído de plantas. Essa substância apresenta-se como uma opção de coagulante natural devido à presença de grupos carboxila e hidroxila, que a tornam atrativa para os contaminantes. Outras vantagens do uso da pectina no tratamento de efluentes são o baixo custo e a abundância na natureza (MARTÍNEZ-SABANDO *et al.*, 2023).

Para encontrar a combinação ideal de dosagens de coagulante e floculante, bem como outros parâmetros relevantes para a pesquisa, é necessário realizar ensaios laboratoriais. Os testes podem seguir diferentes estratégias, como exemplo, tem-se o estudo univariado e o planejamento de experimentos (SIBIYA et al., 2022).

A abordagem experimental de variar um parâmetro por vez, apesar de ser muito utilizada, não é a forma mais eficiente de conduzir uma pesquisa, pois diferentes fatores podem interagir entre si, de forma que a combinação entre eles pode gerar um resultado diferente. O estudo univariado dos parâmetros operacionais frequentemente conduz o pesquisador à realização de mais experimentos, aumentando os custos da pesquisa. Ademais, a probabilidade do experimentador encontrar a combinação de parâmetros que resulte na melhor resposta é ínfima (KEERTHI; VANI, 2022).

Por outro lado, o uso do planejamento experimental é interessante, visto que se trata de uma ferramenta estatística mais completa, que fornece robustez à análise de dados, uma vez que é possível descobrir quais parâmetros estudados são realmente significativos para obtenção da resposta. Através desta técnica é possível também verificar a existência de possíveis interações entre eles. Assim, é possível otimizar os parâmetros do processo em estudo, de forma a garantir a eficiência máxima do processo e evitar desperdícios de reagentes, energia, tempo e outros recursos (BEHERA *et al.*, 2018).

Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a possibilidade do uso da pectina em conjunto com o sulfato de alumínio para remoção de corantes têxteis. Como objetivos específicos têm-se:

- Extrair a pectina do albedo de maracujá pelo método convencional;
- Estudar a influência dos parâmetros operacionais no rendimento utilizando planejamento fatorial;
- Comprovar identidade da pectina extraída através da análise de FT-IR, bem como determinar seu grau de esterificação;
- Avaliar a eficácia da pectina nos processos de coagulação e floculação em conjunto com o sulfato de alumínio;
- Investigar a influência da concentração do sulfato de alumínio, concentração de pectina, tempo de mistura lenta e pH na eficiência de coagulação;

- Analisar os parâmetros físico-químicos do efluente têxtil antes e após o tratamento realizado pela lavanderia a fim de identificar as oportunidades de melhoria;
- Aplicar a melhor condição dos parâmetros operacionais determinados pelo planejamento experimental realizado com a solução de corantes.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

O uso de coagulantes naturais vem sendo estudado como uma alternativa à diminuição da utilização de substâncias químicas com características nocivas ao meio ambiente. Neste contexto, a pectina apresenta-se como uma importante opção de coagulante natural, tendo em vista sua ampla disponibilidade. Este polissacarídeo pode exercer o papel de auxiliar da coagulação, aumentando sua eficiência. Tal possibilidade torna interessante seu uso para tratamento de efluentes têxteis, visto que estes contêm grande quantidade de poluentes, especialmente corantes (HARYANTO *et al.*, 2023).

2.1 EFLUENTES TÊXTEIS

Os efluentes têxteis são heterogêneos, com a presença de várias substâncias químicas não biodegradáveis, que são extremamente danosas ao meio ambiente, quando descartadas de forma inadequada. Em geral, o resíduo têxtil contém alta concentração de corantes, metais tóxicos, sais, surfactantes, agentes redutores e oxidantes. Sua composição rica em poluentes confere altos valores de demanda bioquímica de oxigênio (DBO), demanda química de oxigênio (DQO), sólidos totais dissolvidos e sólidos suspensos, tornando necessária a combinação de diversos tratamentos capazes de eliminar seus componentes (YUSUF, 2018).

O descarte inadequado de rejeitos provenientes de indústrias têxteis é muito comum em países em desenvolvimento ou subdesenvolvidos, visto que nesses locais esse tipo de beneficiamento é feito majoritariamente por pequenas manufaturas, que muitas vezes não têm condições financeiras para realizar o tratamento necessário. Outro fator que corrobora com este cenário é a fiscalização ineficiente ou inexistente por parte do poder público. Devido a isso, há uma degradação ambiental dos cursos d'água nas proximidades dessas pequenas fábricas (MADHAV *et al.*, 2018).

O lançamento de efluentes não tratados e ricos em corantes traz uma série de problemas para o ecossistema aquático, pois, além de prejudicar a estética do local, afeta a solubilidade de gases e a penetração de luz solar no corpo hídrico. Assim, tem-se prejuízos à realização de fotossíntese e à atuação de bactérias aeróbicas. Além

disso, a contaminação de cursos d'água com corantes também pode gerar efeitos carcinogênicos, mutagênicos e teratogênicos (EL-TAWHEEL *et al.*, 2023).

Diante do exposto, é necessário propor tratamentos que consigam reduzir os níveis de contaminação atendendo aos padrões de lançamento exigidos pela legislação vigente. Vale ressaltar que tais especificações visam evitar a modificação das características dos corpos receptores, de forma a prevenir a degradação do meio ambiente (BAWA *et al.*, 2023).

2.1.1 Parâmetros para lançamento de efluentes tratados

É possível realizar o despejo de efluentes em corpos d'água de maneira segura, mas, para isso, é necessário tratá-los previamente, de forma que as características naturais do corpo hídrico não sejam significativamente alteradas. No Brasil, a regulamentação de parâmetros para lançamento de efluentes é feita pela Resolução nº 430/2011 do Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA).

Esta lei estabelece que o efluente destinado ao descarte em quaisquer cursos de água precisa ter pH entre 5 e 9, temperatura menor que 40°C, não podendo alterar a temperatura do corpo receptor acima de 3°C. Além disso, a concentração de substâncias sedimentáveis deve ser de até 1 mL·L⁻¹, não pode conter materiais flutuantes, possuir uma DBO máxima de 120 mg·L⁻¹, podendo este limite ser ultrapassado, caso a remoção mínima de DBO seja igual ou superior a 60% ou diante da comprovação de alcance às metas do corpo receptor por meio de estudo de autodepuração, entre outros requisitos. Esta resolução responsabiliza os próprios geradores dos efluentes pelo monitoramento destes, devendo o responsável apresentar anualmente uma declaração de carga poluidora, contendo dados qualitativos e quantitativos, ao respectivo órgão ambiental (BRASIL, 2011).

Em Pernambuco, o órgão ambiental responsável pela proteção dos recursos naturais é a Agência Estadual de Meio Ambiente (CPRH). Com o objetivo de conservar os corpos receptores de efluentes industriais, foram emitidas as normas CPRH nº 2.001 e CPRH nº 2.007, que versam sobre o controle da carga orgânica e padrão de lançamento de efluentes industriais. As normas mencionadas estabelecem que a eficiência de remoção de DBO deve ser de, no mínimo, 70 e 90% para cargas orgânicas inferiores a 100 kg·dia⁻¹ e superiores a 100 kg·dia⁻¹, respectivamente, a

remoção de DQO deve ser de 80% para indústrias têxteis. Além disso, são estabelecidos limites para os parâmetros de turbidez, pH, coliformes, DBO, entre outros para as diferentes classes de corpos receptores. Isto mostra que os padrões de exigência do estado de Pernambuco são mais restritivos do que o nacional, devendo, portanto, ser seguidos (PERNAMBUCO, 2003; PERNAMBUCO, 2007).

A remoção de corantes é de suma importância para o cumprimento dos padrões exigidos, uma vez que esse tipo de poluente geralmente não é biodegradável, contribuindo com o aumento da DQO. Ademais, essa substância também influencia em outros parâmetros, como pH, DBO, concentração de sólidos suspensos e compostos orgânicos. Outrossim, existem corantes que possuem metais tóxicos em sua composição, outro parâmetro controlado pela legislação (GARVASIS *et al.*, 2020).

2.1.2 Corantes têxteis

Corantes são compostos orgânicos solúveis, cuja estrutura química consiste em duas partes: uma responsável por conferir coloração, chamada de grupo cromóforo, e outra capaz de ligar-se fortemente às moléculas poliméricas que compõem os tecidos, que recebe o nome de auxocromo. O grupo cromóforo confere coloração por meio da absorção de radiação eletromagnética no espectro de luz visível, ou seja, na faixa de comprimento de onda de 400 a 700 nm (MAHAPATRA, 2016).

Há uma variedade de corantes (com valor superior a 100.000), e uma produção mundial de 700.000 toneladas por ano. Os efluentes têxteis contêm cerca de 10% a 50% do total de corante usado no processo de beneficiamento. Estes compostos podem ser classificados de várias formas, dentre elas: de acordo com a estrutura química do grupo cromóforo (classificação química) ou pelo método de fixação ao tecido, sendo esta mais utilizada, uma vez que é a classificação adotada pelo *Colour Index*, um sistema de classificação internacional (ZANONI; YAMANAKA, 2016).

Ainda segundo Zanoni e Yamanaka (2016), as principais classes, de acordo com a forma de aplicação, são: 1) ácido, o corante adere-se à fibra por meio de forças de Van der Waals, interações iônicas ou ligações de hidrogênio, estabelecidas entre o grupo funcional aniônico do corante e o catiônico da fibra, que ocorre em solução ácida ou neutra; 2) direto, a fixação do corante ao tecido se dá através de adsorção

por meio de forças intermoleculares de Van der Waals em solução neutra ou com baixa alcalinidade, sendo o tecido tingido diretamente quando colocado em uma solução aquosa e quente de corante (IQBAL, 2008); 3) reativo, neste caso o corante se liga ao tecido por meio de ligações covalentes feitas entre os sítios ativos do corante e os grupos funcionais do tecido. O pH e o calor são fatores importantes para sua atuação, visto que são muito solúveis em água e possuem baixa capacidade de fixação (IQBAL, 2008).

A grande concentração de corantes, DBO, DQO e metais dificulta o tratamento dos efluentes têxteis, sendo necessária a combinação de diferentes tipos de tratamento. Para tornar o descarte desse resíduo seguro, são necessários métodos de tratamento físicos, químicos e biológicos (KUMBASAR; KÖRLÜ, 2016).

2.2 TIPOS DE TRATAMENTOS DE EFLUENTES

Segundo Metcalf e Eddy (2016), os tipos de tratamento podem ser classificados em três categorias. Os processos físicos consistem na remoção física de poluentes maiores e facilmente removíveis. Os métodos químicos, por sua vez, envolvem reações químicas e adição de substâncias. Por outro lado, as técnicas biológicas são utilizadas para remover compostos biodegradáveis pela ação de microrganismos.

Outra forma de classificação é quanto aos níveis de tratamento de efluentes, sendo eles: 1) preliminar, no qual ocorre a remoção de materiais grosseiros por meio de operações como gradeamento, por exemplo; 2) primário, nessa etapa também são utilizados processos físicos com objetivo de remover matéria orgânica e sólidos em suspensão, podendo incluir métodos como filtração e adição de substâncias químicas a fim de obter melhores resultados; 3) secundário, são empregadas técnicas químicas e biológicas com a finalidade de eliminar componentes biodegradáveis e nutrientes; 4) terciário, são retiradas substâncias suspensas remanescentes e nutrientes; 5) avançado, busca extinguir compostos dissolvidos ou em suspensão restantes (METCALF; EDDY, 2016).

A coagulação é um processo de tratamento físico-químico muito empregado em indústrias têxteis por ser eficaz para remoção de DQO, sólidos suspensos, cor, metais tóxicos, matéria orgânica e turbidez. Devido a sua simplicidade e baixo custo, muitas indústrias de pequeno porte aderem a esse método (SILVA *et al.*, 2019).

2.2.1 Coagulação

A coagulação é um importante processo utilizado para promover a sedimentação de sólidos em suspensão por meio da adição de substâncias, que são capazes de eliminar a repulsão eletrostática entre as partículas da solução, permitindo sua agregação. A fim de distribuir melhor o coagulante, é feita uma mistura rápida, que promove maior contato entre os componentes da solução (TEH *et al.*, 2016).

Além das vantagens mencionadas no item 2.2, a popularidade deste tipo de tratamento também pode ser explicada pela sua facilidade de operação e versatilidade, uma vez que pode ser utilizado como pré-tratamento, tratamento principal ou pós-tratamento (TEH *et al.*, 2016; HOLKAR *et al.*, 2016).

A eficiência da coagulação depende de diversos parâmetros, como pH, tipo de coagulante utilizado, dosagem de reagentes, velocidade de agitação, tempo de mistura, entre outros. A combinação dessas variáveis é diferente para cada tipo de efluente. Dessa forma, é necessária a realização de testes de jarros (ou *jar test*) que modelam a formação de flocos durante o tratamento, simulando o que ocorre em escala industrial. Este equipamento contém agitadores (pás), cuja velocidade e tempo de agitação são programadas pelo operador. A coagulação/floculação pode ser realizada em jarros ou béqueres. O *jar test* deve ser realizado sempre no início da operação de uma estação de tratamento. Entretanto, no cotidiano de uma unidade cujos processos já estão validados, pode ser necessário utilizar esse equipamento para otimização de parâmetros ajustáveis (dosagem de coagulantes e pH) sempre houver alguma alteração na qualidade da água bruta (BRATBY, 2016; Pivokonský *et al.*, 2022).

Uma vez desestabilizadas, as partículas se agregam, possibilitando a floculação e posterior sedimentação. A coagulação pode ocorrer de quatro formas diferentes: compressão da dupla camada elétrica, neutralização de cargas, varredura e ponte entre partículas (SAWYER; MCCARTY; PARKIN, 2003).

2.2.1.1 Mecanismos de coagulação

A compressão da dupla camada elétrica ocorre principalmente por meio da adição de eletrólitos simples, como o cloreto de sódio. A adição de eletrólitos eleva a concentração de íons da solução. Com isso, há o aumento da densidade de cargas na camada difusa, que se comprime para que a neutralidade seja mantida. Uma vez

que a camada difusa é reduzida, a repulsão eletrostática também é minimizada, causando a desestabilização da suspensão, o que possibilita a agregação das moléculas. Esse mecanismo também ocorre com a adição de sais metálicos, porém em proporção muito menor devido à tendência que essas substâncias têm de sofrerem hidrólise (SHENG; BILAD; SHAMSUDDIN, 2022).

Quando sais metálicos, como o sulfato de alumínio, são adicionados em meio aquoso, são formados complexos com as moléculas de água. Os aquocomplexos se combinam e se transformam em polímeros, que possuem alta adsorvidade. Dessa forma, há a adsorção dessas moléculas à superfície dos coloides, neutralizando suas cargas. Uma vez neutralizadas, as partículas deixam de se repelir. Portanto, elas se aglutinam e sedimentam. A adição de coagulante em excesso leva à reversão de cargas dos coloides e subsequente reestabilização da suspensão, uma vez que o coagulante em excesso também é adsorvido. Esse mecanismo recebe o nome de adsorção e neutralização de cargas. Ele depende muito do pH do meio (NOWACKA; WŁODARCZYK-MAKUŁA; MACHERZYNSKI, 2014).

A adição de coagulantes químicos, como sulfato de alumínio ou cloreto férrico, em excesso pode levar à precipitação. O precipitado formado atrai e aprisiona os coloides, arrastando-os para o fundo do recipiente. Esse processo recebe o nome de coagulação por varredura. A escolha desse mecanismo acarreta no aumento dos custos, uma vez que requer maior dosagem de coagulante. Além disso, maior quantidade de lodo é formada, dificultando tratamentos posteriores. Por outro lado, o processo de coagulação torna-se mais fácil de controlar, visto que ele não é tão sensível a variações de dosagem de coagulante quanto o mecanismo de neutralização de cargas (SHENG; BILAD; SHAMSUDDIN, 2022).

Frequentemente emprega-se no processo de coagulação-floculação polímeros orgânicos naturais ou sintéticos que atuam como auxiliares, proporcionando o crescimento dos flocos (floculação). Esses polímeros são adsorvidos nas superfícies das partículas, reduzindo a repulsão entre elas. A adsorção pode ocorrer por atração eletrostática ou forças intermoleculares (forças de dipolo, ligações de hidrogênio ou interações de Van der Waals). Uma dada cadeia polimérica pode ser adsorvida por diferentes partículas, formando “pontes”. A adição de polímero em excesso pode acarretar no completo envolvimento das partículas pelas moléculas poliméricas, que geralmente são carregadas positivamente, causando, portanto, a reversão de cargas

e reestabilização da suspensão. Esse mecanismo é denominado ponte entre partículas (ZHAO *et al.*, 2020).

Na coagulação ocorre a desestabilização das partículas coloidais, que permite a agregação destas. Para que haja a sedimentação dos flocos formados, é necessário que as partículas continuem se unindo, aumentando o tamanho do floco até que este se deposite no fundo do recipiente devido à ação da gravidade. Esse processo é chamado de floculação (TEH, *et al.*, 2016).

2.2.2 Floculação

A floculação é uma continuidade da coagulação, nela os flocos formados são aumentados pela agregação de mais partículas. Este processo é dividido em dois estágios, sendo o primeiro resultado da agitação térmica e aleatória das moléculas (movimento Browniano), cujo nome é floculação pericinética (SHENG; BILAD; SHAMSUDDIN, 2022).

O segundo estágio é a floculação ortocinética, proporcionada por agitação mecânica em reator de floculação. O gradiente de velocidade promove maior contato entre as partículas, sendo o principal parâmetro que determina a taxa de floculação ortocinética. O tempo de floculação também exerce um papel muito importante. Esses dois parâmetros influenciam na taxa de formação e de quebra dos flocos (BRATBY, 2016).

A eficiência desta etapa pode ser aumentada com o uso de floculantes, que geralmente são polímeros naturais ou sintéticos, capazes de proporcionar a formação de flocos maiores e mais fortes. Esses polímeros atuam pelo mecanismo de ponte entre partículas, conforme descrito anteriormente (ZHAO *et al.*, 2020).

Como as partículas coloidais são muito pequenas, elas não sedimentam naturalmente por ação da gravidade, sendo necessária a adição de substâncias químicas capazes de desestabilizar a suspensão coloidal. Para tanto, podem ser utilizados coagulantes químicos ou naturais (BRATBY, 2016).

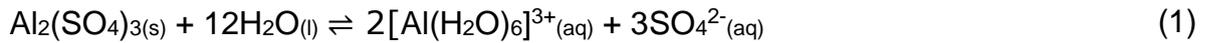
2.2.3 Coagulantes químicos

Coagulantes químicos são amplamente utilizados no tratamento de diversos efluentes devido a sua eficiência e facilidade de manipulação. Os coagulantes mais

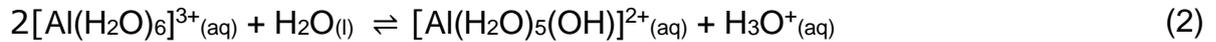
utilizados são o sulfato de alumínio, o cloreto férrico e o policloreto de alumínio (MOHD-SALLEH; MOHD-ZIN; OTHMAN, 2019).

2.2.3.1 Sulfato de alumínio

Segundo El-Taweel *et al.* (2023), o sulfato de alumínio em meio aquoso sofre uma série de transformações. Inicialmente ele se dissocia, conforme a Equação 1.

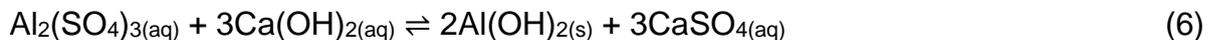


O complexo formado na Equação 1 reage com a água, sofrendo sucessivas hidrólises, como mostram as Equações 2, 3, 4 e 5.



Como pode-se observar nas Equações 2, 3, 4 e 5, a adição de sulfato de alumínio aumenta a acidez do meio pela liberação de íons hidrônio. Os complexos formados pelas hidrólises se combinam e formam polímeros, sendo os mais comuns: $[\text{Al}_6(\text{OH})_{15}]^{3+}$, $[\text{Al}_7(\text{OH})_{17}]^{4+}$, $[\text{Al}_8(\text{OH})_{20}]^{4+}$ e $[\text{Al}_{13}(\text{OH})_{34}]^{5+}$ (NOWACKA; WŁODARCZYK-MAKUŁA; MACHERZYNSKI, 2014).

Como dito no trabalho de El-Taweel *et al.* (2023), a faixa de pH em que o sulfato de alumínio tem melhor desempenho de coagulação é de 5 a 8. Para ajuste de pH, a cal hidratada é amplamente utilizada. Ela aumenta o pH do meio, reagindo com o sulfato para formar hidróxido de alumínio, como mostra a Equação 6.



Apesar do uso dos coagulantes químicos ser bastante difundido nas indústrias, também existem desvantagens atreladas a ele, como: grande geração de lodo tóxico e danos ao ecossistema e à saúde humana. O sulfato de alumínio, especificamente, é capaz de causar doenças como: mal de Alzheimer, constipação, cólica, perda de energia e convulsões. Neste contexto, é interessante buscar alternativas sustentáveis e eficientes para o tratamento de efluentes. Dessa forma, tem-se estudado, cada vez mais, a possibilidade do uso de coagulantes naturais (MOHD-SALLEH; MOHD-ZIN; OTHMAN, 2019).

2.2.4 Coagulantes naturais

Os coagulantes naturais têm-se mostrado como uma importante opção para o tratamento de efluentes, pois não contêm metais em sua composição, produzem menos lodo, tem baixo custo e são biodegradáveis, causando, portanto, menos impacto ao meio ambiente. Eles podem ser classificados de acordo com sua fonte em: originado de plantas ou gerado de outras origens. Aqueles à base de plantas podem ser extraídos de frutas, sementes, folhas, cascas de árvores, entre outras procedências (ALAZAIZA *et al.*, 2022).

Geralmente, polímeros naturais são utilizados como auxiliares de coagulantes químicos, pois apresentam melhor eficiência quando usados desta forma. Quando exercem essa função, atuam pelo mecanismo de ponte entre partículas (MOHD-SALLEH; MOHD-ZIN; OTHMAN, 2019).

Os coagulantes provenientes de plantas geralmente são mais utilizados devido a sua grande disponibilidade. Entre eles destaca-se a pectina, um biopolímero presente em frutas e vegetais, amplamente utilizado para diversas finalidades devido a sua segurança, baixo custo, fácil acessibilidade e variadas funcionalidades (ALAZAIZA *et al.*, 2022; MARTÍNEZ-SABANDO *et al.*, 2023).

Sudirgo *et al.* (2023) estudaram o uso da goma xantana como floculante, extraída da bactéria *Xanthomonas campestris*, para a remoção do corante vermelho Congo juntamente com o policloreto de alumínio (PAC). A maior remoção (93,81%) foi obtida com 15 mg·L⁻¹ de PAC, 2 mg·L⁻¹ de goma xantana e 50 mg·L⁻¹ de corante. Por outro lado, quando o coagulante e o floculante foram empregados separadamente, proporcionaram eficiência de 81,16 e 7,18%, nesta ordem, indicando que a goma xantana aumentou consideravelmente o desempenho do tratamento.

O desempenho de outro coagulante natural foi avaliado por Karyab *et al.* (2023), que constataram que o uso de quitosana proporciona a diminuição da concentração de PAC necessária para coagulação de uma solução de corantes composta por vermelho direto 195, amarelo reativo 145 e azul reativo 19. A maior eficiência (92%) foi proporcionada por 80 mg·L⁻¹ de PAC, 150 mL·L⁻¹ de nanopartícula de quitosana e pH 6,6.

Hussain e Haydar (2021) compararam a performance de coagulação do sulfato de alumínio e de um coagulante natural extraído de cacto (*Opuntia stricta*). Os resultados indicaram que o sulfato de alumínio, com uma dosagem de 103 mg·L⁻¹ e

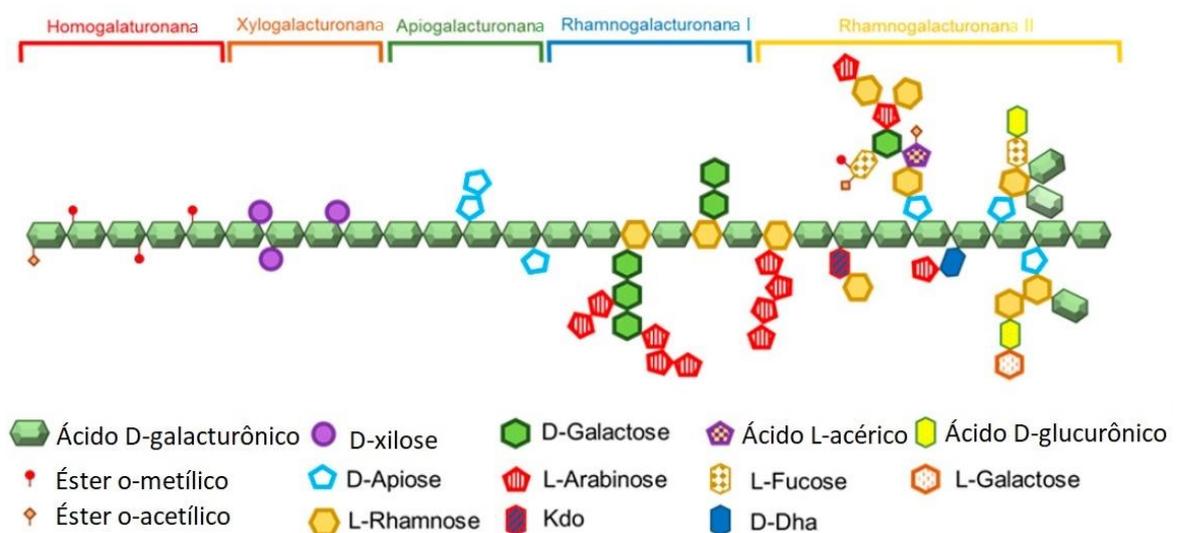
um pH de 9, demonstrou uma eficácia superior no tratamento, alcançando uma remoção de 87% para sólidos suspensos totais (SST), 75,9% para DQO e 79,6% para a cor. Em contrapartida, o *Opuntia stricta*, com uma dosagem de 162,2 mg.L⁻¹ e um pH de 10,3, obteve valores inferiores, com remoção de 80,2% para SST, 58,4% para DQO e 77,3% para a cor. Os experimentos foram realizados utilizando efluente têxtil.

Redha (2020) otimizou o uso de coagulante natural proveniente de sementes de moringa oleifera através da metodologia de superfície de resposta. O ponto ótimo foi de 81% para a turbidez e 77% para a cor. Estes resultados foram atingidos utilizando 4 mL de extrato de semente, pH 2 e 21 min de sedimentação. O tratamento foi aplicado em efluente têxtil.

2.2.4.1 Pectina

A pectina é um polissacarídeo muito abundante na natureza porque é um constituinte da parede celular de plantas, sendo presente em maior quantidade nas cascas de frutas cítricas e no bagaço de maçã. No entanto, cascas de maracujá e de banana também são importantes fontes usadas para extração da pectina. Esse biopolímero é composto, em sua maioria, por ácido galacturônico, como mostra a Figura 1 (KONTOGIORGOS, 2020).

Figura 1 - Estrutura química da pectina.



Fonte: MARTÍNEZ-SABANDO *et al.* (2023).

Como é possível observar na Figura 1, a cadeia principal da molécula é formada pelo ácido D-galacturônico α -(1,4)-ligados. As carboxilas presentes nesse

ácido podem ser esterificadas por um grupo metila ou acetila, formando a homogalacturonana, que é a estrutura responsável por cerca de 60% da composição da pectina (KONTOGIORGOS, 2020).

A pectina pode apresentar diferentes graus de esterificação, pois as carboxilas da homogalacturonana podem sofrer metil esterificação ou não. As carboxilas têm afinidade com a água e são capazes de formar complexos com íons metálicos, os metil-esterificados, por outro lado, não têm afinidade. Dessa forma, o baixo grau de esterificação aumenta a adsorção de metais. É possível, portanto, classificar as pectinas de acordo com seu grau de esterificação em pectinas de: alta metoxilação (AM), quando mais de 50% das carboxilas foram transformadas em éster; ou baixa metoxilação, quando menos de 50% das carboxilas não se encontram metoxiladas (BM) (KONTOGIORGOS, 2020).

Na extração da pectina ocorre a transferência de massa para o solvente extrator, geralmente um ácido. A extração convencional da pectina usualmente leva de 1 a 3 horas, com o pH do meio entre 1,5 e 3,0 e temperatura de 75 a 100°C. O rendimento e a qualidade da pectina podem ser afetados por diferentes fatores, sendo eles: pH, temperatura, tempo de extração, tamanho da partícula e razão sólido-líquido. Ácidos minerais, como os ácidos clorídrico, sulfúrico e nítrico são comumente utilizados para esta extração. No entanto, com o objetivo de difundir o uso de alternativas mais sustentáveis e menos custosas, a tendência é que eles sejam progressivamente substituídos por ácidos orgânicos, como os ácidos cítrico e acético (PICOT-ALLAIN; RAMASAWMY; EMMAMBUX, 2020).

O meio ácido e a alta temperatura desempenham um importante papel para a obtenção de maiores rendimentos do polímero, visto que estes fatores permitem a solubilização da pectina. A temperatura também é responsável pelo rompimento da parede celular, possibilitando a difusão do polissacarídeo no meio. Entretanto, temperaturas muito altas podem quebrar as longas cadeias em moléculas menores, que não se precipitam pela adição de etanol, prejudicando o rendimento da extração (PICOT-ALLAIN; RAMASAWMY; EMMAMBUX, 2020).

Mao *et al.* (2020) utilizaram a pectina obtida de cascas de quiabo para o tratamento de uma suspensão de caulim, cuja concentração foi de 80 g·L⁻¹. Este estudo comprovou que a homogalacturonana, presente no biofloculante, é a substância responsável pela capacidade coagulante do extrato de quiabo, tendo sido encontrada uma relação linear entre a capacidade de floculação e a razão em peso

de homogalacturonana/ramnogalacturonana I, com coeficiente de determinação de 0,93. Na melhor condição desta pesquisa, $25 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ de extrato de quiabo foi possível reduzir 97,6% de sólidos suspensos.

A fim de aumentar a eficiência de floculação da pectina, Ismail *et al.* (2020) a modificaram por quaternização. O polissacarídeo foi utilizado para tratar efluente proveniente de fábrica de óleo de palma. A melhor performance de redução de turbidez (97,68%), sólidos suspensos (97,59%), DQO (81,97%) e cor (88,73%) foi alcançada através da combinação de $927 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de cloreto férrico e $6,4 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ do biopolímero a pH 5.

Haryanto *et al.* (2023) estudaram o uso da pectina aliada ao sulfato de alumínio para remoção do corante vermelho Congo em solução aquosa de $50 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. A aplicação de $30 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e $15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ do biopolímero em pH 6 promoveu 97,7% de remoção e $14 \text{ mL}\cdot\text{L}^{-1}$ de volume de lodo. Quando usados isoladamente, os coagulantes químico e natural apresentaram eficiência de 75,6 e 3,19%, respectivamente. Além de aumentar o desempenho da coagulação, o polissacarídeo atuando como floculante diminuiu o volume de lodo formado pela metade.

Tendo em vista que a mudança de parâmetros influencia diretamente no resultado da extração e da aplicação da pectina como coagulante auxiliar, percebe-se a importância de estudar como os fatores interferem na resposta a fim de obter os melhores desempenhos possíveis nos experimentos. Nesse contexto, o planejamento experimental se insere como uma importante ferramenta para essa finalidade.

2.3 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Planejamento experimental consiste em uma série de testes, nos quais são feitas mudanças propositais nas variáveis de entrada a fim de observar como essas alterações influenciam na resposta. Dessa forma, é possível identificar quais variáveis produzem modificações significativas no resultado, bem como gerar um modelo capaz de prever resultados e, com isso, promover melhorias no processo (RIGDON *et al.*, 2022).

O uso dessa técnica é mais assertivo e econômico do que trabalhar com experimentos univariados, pois é possível avaliar se existe interação entre os fatores estudados. Além disso, é feito um menor número de experimentos. Essa ferramenta

provê as informações necessárias para melhoria de um processo, o que torna seu uso extremamente vantajoso (SHINA, 2022).

Convencionalmente, o planejamento experimental é iniciado com o planejamento fatorial, no qual é testado se os dados se ajustam a um modelo linear. Apenas quando isso não acontece são usados outros modelos capazes de gerar um modelo quadrático, como o planejamento em estrela, por exemplo (BARROS NETO, 2001).

No planejamento do tipo fatorial, após definir os níveis e fatores de interesse, devem ser realizados experimentos contendo todas as combinações possíveis dos diferentes níveis dos parâmetros. Também é necessário realizar repetições de todos ou alguns experimentos para cálculo do erro experimental. Cada experimento produz diferentes resultados, a partir dos quais pode-se calcular os efeitos principais e de interação entre os fatores (SHINA, 2022).

Em um planejamento fatorial 2^2 (com dois fatores e dois níveis). As respostas observadas, representadas por $y(x_1, x_2)$, podem ser expressas pela Equação 7.

$$y(x_1, x_2) = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \varepsilon(x_1, x_2) \quad (7)$$

Em que x_1 e x_2 são as variáveis independentes, β_0 é a média da população de respostas, β_1 , β_2 e β_{12} são os efeitos dos fatores x_1 , x_2 e da interação $x_1 x_2$. Já $\varepsilon(x_1, x_2)$ é o erro aleatório da resposta. Vale salientar que a equação 7 utiliza parâmetros populacionais (BARROS NETO, 2001).

Na área da química, esta metodologia tem sido utilizada com diferentes propósitos, sendo eles: triagem, otimização e modelagem. Para a triagem, são usados planejamentos que demandam menos experimentos, visto que, na maioria dos casos, é necessário estudar uma maior quantidade de variáveis. A título de exemplificação, podem ser mencionados os delineamentos: fatorial completo de dois níveis, fatorial fracionário e Plackett-Burman. Para otimização e modelagem, são usados planejamentos capazes de gerar um modelo quadrático, que possibilitem a identificação do ponto de máxima ou mínima resposta, como exemplos tem-se: fatorial de três níveis, em estrela, Box-Behnken, entre outros (LEE *et al.*, 2022).

Lee *et al.* (2022) relataram em sua revisão bibliográfica que, na área de tratamento de água e efluentes, o planejamento fatorial tem sido utilizado no estudo dos processos de adsorção, biossorção, síntese e processos de oxidação avançada. Para a otimização, o planejamento composto central, do inglês *central composite*

design (CCD), foi utilizado em tratamentos empregando processo Fenton, ozonização, adsorção, coagulação e processos biológicos.

Gaayda *et al.* (2022) otimizaram a eficiência de coagulação, com auxílio de um CCD. As respostas adotadas foram redução de turbidez e cor de um efluente sintético, contendo o corante amido preto 10B e $0,2 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ de argila caulinita. O tratamento foi realizado com pó de sementes de moringa oleifera. O emprego de $0,34 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ do coagulante natural, $7,88 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ do corante, 113,15 min de tempo de sedimentação, 135 rpm de agitação, 13,52 min de agitação e pH inicial de 6,93 conduziram à máxima eliminação de turbidez (98,5%) e cor (92,2%).

Keerthi e Vani (2022) utilizaram o CCD para otimizar a remoção de cor de efluente têxtil, considerando as variáveis: tipo de coagulante natural, concentração de coagulante, pH e tempo de mistura. Neste estudo, foi possível encontrar o ponto ótimo com remoção de 98,7%, utilizando $55 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de coagulante proveniente de sementes de moringa, utilizando pH 6,5 e tempo de mistura de 62,5 min. A partir dos experimentos realizados pelos autores, foi obtido um modelo bem ajustado com coeficiente de determinação de 0,9868.

A abordagem apresentada também é útil para a otimização das variáveis envolvidas no processo de extração de coagulantes naturais, tendo sido empregada por Tran *et al.* (2023) para alcançar maiores rendimentos de pectina obtida através dos métodos convencional e assistido por micro-ondas, de forma a comparar as duas técnicas. Para tal, foi realizado um CCD, no qual estudou-se os efeitos do pH, taxa de sólido-líquido, tempo e temperatura. Os resultados mostraram que a extração assistida por micro-ondas demandou menores temperatura ($65,99 \text{ }^\circ\text{C}$) e tempo de reação (10,56 min).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Antes de aplicar a pectina para o tratamento de matrizes têxteis, foi realizado um planejamento experimental 2^3 a fim de aprimorar o processo convencional de extração do biopolímero. Após a obtenção do polissacarídeo, este foi utilizado para a remoção de corantes, tendo sido executado um planejamento experimental 2^4 seguido de um *Central Composite Design* (CCD). Por fim, o polímero natural foi utilizado para o tratamento de efluente têxtil, que foi previamente submetido a ensaios de caracterização. As metodologias empregadas estão descritas a seguir.

3.1 EXTRAÇÃO DA PECTINA

A metodologia de extração foi realizada conforme Gomes (2022). Inicialmente, realizou-se a coleta das cascas de maracujá em um estabelecimento comercial localizado no município de Paulista, PE. Estas cascas foram lavadas com água corrente e, em seguida, separou-se o albedo (mesocarpo) e o epicarpo. Após cortar o albedo em pedaços menores, este foi colocado em recipiente de vidro secado a 60°C. O material seco foi triturado em liquidificador (Mondial) e peneirado em peneira de Tyler com abertura de 170 mesh.

Na sequência, houve a pesagem de 3 g de amostra em frasco de Erlenmeyer, no qual adicionou-se 150 mL de solução de ácido cítrico 1%. O frasco de Erlenmeyer foi colocado no agitador, cuja velocidade de agitação e temperatura foram programadas de acordo com os níveis de cada ensaio do planejamento experimental. Após o tempo determinado para cada teste, retirou-se o frasco de Erlenmeyer do agitador e seu conteúdo foi filtrado com auxílio de tecido de nylon. Em seguida, transferiu-se o filtrado para um béquer, ao qual foi adicionado álcool hidratado 92,8^o Instituto de Pesos e Medidas (INPM), ou seja, 92,8% de etanol em massa, na proporção de 1:1. A mistura foi homogeneizada e armazenada em geladeira a 4°C por 20 h. Findado o tempo estabelecido, filtrou-se o conteúdo do béquer e lavou-se três vezes com álcool hidratado 92,8^o INPM. A pectina retida no tecido foi levada ao agitador para secar a temperatura de 50°C. Depois de seca, pesou-se a pectina e calculou-se seu rendimento (R%) de acordo com a Equação 8.

$$R(\%) = \frac{\text{massa final de pectina}}{\text{massa inicial de albedo}} \times 100 \quad (8)$$

3.1.1 Planejamento experimental da extração

A fim de encontrar as melhores condições operacionais para realização da extração da pectina do albedo de maracujá, fez-se um planejamento experimental 2^3 , acrescido de triplicata do ponto central, cujas variáveis independentes (fatores) são agitação (rpm), temperatura (°C) e tempo de extração (min). A variável dependente é o percentual de rendimento de pectina. Dessa forma, foram realizados 11 experimentos, cujos níveis podem ser visualizados na Tabela 1.

Tabela 1 - Níveis das variáveis independentes da extração da pectina.

Variáveis independentes	Níveis		
	-1	0	1
Agitação (rpm)	100	140	180
Temperatura (°C)	40	60	80
Tempo (min)	60	90	120

Fonte: a autora (2023).

Os dados obtidos a partir dos ensaios foram tratados com auxílio do software *Statistica* 12.0. Assim, foram geradas a tabela ANOVA e a carta de Pareto, a fim de determinar quais variáveis exercem influência no processo.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA

Em seguida, foi realizada a caracterização do polímero, apenas com a pectina obtida nos níveis responsáveis pelo maior valor de rendimento. Primeiramente, realizou-se a caracterização da pectina por meio da técnica de espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR). Para isso, empregou-se o método de reflexão total atenuada (ATR) utilizando um espectrômetro de infravermelho da marca PerkinElmer, modelo Spectrum 400. A faixa de medição no

infravermelho médio abrangeu o intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , com a coleta de dados realizada a uma resolução de 4 cm^{-1} e a execução de 64 varreduras.

A análise do grau de esterificação foi feita conforme Gomes (2022). Iniciou-se com a pesagem de 50 mg de pectina em frasco de Erlenmeyer, ao qual foram adicionados 2 mL de álcool etílico P.A. e 100 mL de água destilada. O frasco foi levado ao agitador *shaker* (SP Labor), cuja temperatura e agitação foram programadas em 60°C e 100 rpm. O frasco de Erlenmeyer foi retirado após dissolução do material. Adicionou-se 5 gotas de solução alcoólica fenolftaleína 1% e titulou-se com hidróxido de sódio (NaOH) 0,5 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$. O volume gasto inicial foi registrado (V_i).

Na sequência, adicionou-se 10 mL de NaOH 0,5 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ e agitou-se vigorosamente o frasco de Erlenmeyer, que foi deixado em repouso durante 15 minutos. Em seguida, foram adicionados 10 mL de ácido clorídrico 0,5 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$. O frasco foi agitado até seu conteúdo tornar-se incolor. Por fim, foram adicionadas 3 gotas de fenolftaleína 1% e novamente foi feita titulação com NaOH 0,5 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$. O volume final (V_f) foi anotado e foi feito o cálculo do percentual do grau de esterificação (%GE), conforme Equação 9.

$$\%GE = \frac{V_f}{V_f + V_i} \times 100 \quad (9)$$

3.3 ENSAIOS DE COAGULAÇÃO/FLOCULAÇÃO

Os testes de coagulação/floculação foram realizados no equipamento *jar test* (Quimis) com 400 mL de uma solução aquosa contendo uma mistura de 4 corantes têxteis: vermelho direto 227, vermelho direto 23, azul reativo 21 e preto direto 22 (concentração de 15 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de cada). Essa escolha de corantes foi feita a partir de um estudo realizado em uma lavanderia têxtil localizada em Caruaru, PE, por Santana *et al.* (2021). Foram utilizados o coagulante sulfato de alumínio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), o auxiliar óxido de cálcio (CaO) e a pectina.

Inicialmente, adicionou-se óxido de cálcio (CaO) e sulfato de alumínio ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), nesta ordem. Em seguida, iniciou-se a etapa de mistura rápida com agitação de 120 rpm durante 2 min, conforme trabalho realizado por Silva *et al.* (2019). Finalizado esse período, adicionou-se a pectina, dando início à floculação, cuja agitação foi fixada em 40 rpm, com base no estudo realizado por Kebaili *et al.* (2018).

As massas de sulfato de alumínio e pectina, bem como o tempo de mistura lenta e o pH foram determinados de acordo com os experimentos do planejamento experimental (Item 3.2.1). A massa de CaO foi determinada a partir de cálculo estequiométrico de acordo com a concentração de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ empregada. Nos experimentos que exigem ajuste de pH, este foi feito antes da adição de pectina, com auxílio de solução de ácido sulfúrico $5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Após a floculação, a solução foi deixada em repouso para sedimentação por 20 min.

Subsequentemente, foi retirada uma alíquota da solução para análise em espectrofotômetro UV-VIS Genesys 10S, realizada no comprimento de onda de 508 nm, no qual o pico de absorção é mais intenso para essa mistura de corantes, conforme Santana *et al.* (2021).

3.3.1 Planejamento experimental da coagulação/floculação

Com o objetivo de otimizar o processo de coagulação e floculação, foi realizado um planejamento fatorial 2^4 , sendo avaliados os fatores: concentração de sulfato de alumínio ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$), concentração de pectina ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$), tempo de mistura lenta (min) e pH. A resposta foi o percentual de remoção de cor. Foram, portanto, realizados 19 experimentos, contando com a triplicata do ponto central, cujos níveis constam na Tabela 2.

Tabela 2 - Níveis das variáveis independentes do processo de coagulação/floculação.

Variáveis independentes	Níveis		
	-1	0	1
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	150	300	450
Pectina ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	50	75	100
Tempo de mistura lenta (min)	15	30	45
pH	3	6	9

Fonte: a autora (2023).

Os níveis dos fatores apresentados na Tabela 2 foram escolhidos com base nas pesquisas desenvolvidas por Gomes (2022) (concentração de pectina), Kebaili *et*

al. (2018) (tempo de mistura lenta) e Garvasis *et al.* (2020) (concentração de sulfato de alumínio e pH).

Com base nos resultados obtidos a partir do planejamento fatorial, este foi ampliado para um CCD, com os níveis listados na Tabela 3.

Tabela 3 - Níveis das variáveis independentes do processo de coagulação/floculação do planejamento CCD.

Variáveis independentes	Níveis				
	- α	-1	0	1	α
Al ₂ (SO ₄) ₃ (mg·L ⁻¹)	100	150	300	450	500
Pectina (mg·L ⁻¹)	42	50	75	100	108
Tempo de mistura lenta (min)	10	15	30	45	50
pH	2	3	6	9	10

Fonte: a autora (2023).

3.4 CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE TÊXTIL

As análises das características físico-químicas consistiram na determinação dos parâmetros: cor, DBO, DQO, pH, turbidez, metais pesados (cobre, níquel, ferro, zinco, chumbo, manganês e cádmio), condutividade e série de sólidos. Os ensaios foram realizados de acordo com o *Standard Methods for Examination of Water and Wastewater*, tendo sido utilizados os métodos: 5210B, 5220D, 4500B, 2130B, 3111B (adaptado), 2510, 2540B, D, E e F, respectivamente (BAIRD; EATON; RICE, 2017).

A determinação da cor foi realizada com base em norma explicitada pela *International Organization for Standardization* (ISO 7887:2011), visto que, no Brasil, este parâmetro não é contemplado pela legislação vigente. Analisou-se o coeficiente de absorção *DurchsichtFarbZahl* (DFZ) conforme o método B, contido na versão alemã EN ISO 7887:2012-04. Os ensaios foram realizados em três comprimentos de onda diferentes: 436 (amarelo), 525 (vermelho) e 620 (azul) nm, cujos valores de absorbância foram utilizados para cálculo do coeficiente (em m⁻¹) segundo a Equação 10.

$$DFZ_{(nm)} = A / c \quad (10)$$

Em que A é a absorvância e c é o caminho ótico em metro.

3.5 TRATAMENTO DO EFLUENTE TÊXTIL

Os experimentos de coagulação/floculação foram realizados de forma semelhante à metodologia descrita no item 3.3. Foram realizados 17 experimentos univariados, nos quais foram testadas as melhores condições de concentração de sulfato de alumínio, entre 100 e 500 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ e concentração de pectina, de 0 a 125 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$. Optou-se por realizar experimentos sem pectina apenas para as concentrações de sulfato de alumínio de 200 e 300 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$, pois essas concentrações já proporcionam remoção de cor e turbidez legalmente satisfatórias. Nestes ensaios foram avaliados como resposta: o coeficiente de absorção DFZ, a turbidez e a remoção de DQO.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção, serão expostos os resultados e discussão do estudo, sendo apresentados os dados obtidos a partir dos planejamentos experimentais da extração e da coagulação, bem como a caracterização e ensaios realizados com o elfuente têxtil.

4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL PARA A EXTRAÇÃO DA PECTINA

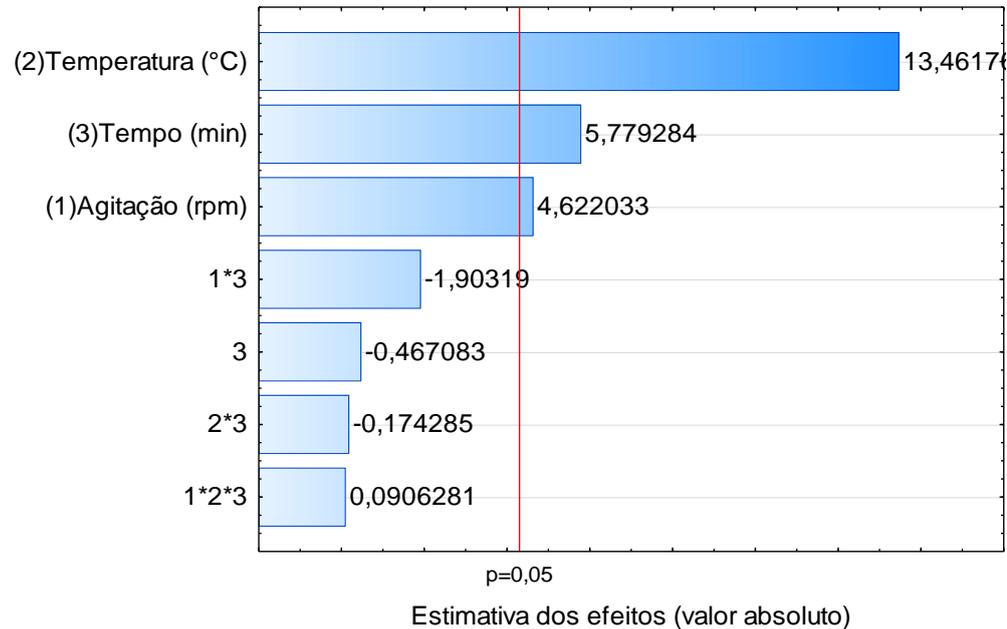
A fim de realizar a extração da pectina em condições capazes de proporcionar maiores valores de rendimento, foi realizado um planejamento experimental 2³, conforme descrito no item 3.1.1, a partir do qual foram obtidos os resultados apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Resultados do planejamento experimental para a extração da pectina.

Experimento	Agitação (rpm)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Rendimento (%)
1	100	40	60	15,08
2	180	40	60	17,62
3	100	80	60	20,17
4	180	80	60	22,31
5	100	40	120	17,93
6	180	40	120	19,04
7	100	80	120	22,83
8	180	80	120	23,67
9	140	60	90	20,27
10	140	60	90	19,33
11	140	60	90	19,47

Fonte: a autora (2023).

Com os dados da Tabela 4, foi possível obter, com auxílio do *Software Statistica* 12.0, o gráfico de Pareto (Figura 2).

Figura 2 - Gráfico de Pareto para a extração da pectina.

Fonte: a autora (2023).

A partir da Figura 2, pode-se perceber que apenas os efeitos principais são significativos, para 95% de confiança, atuando de forma independente. Nota-se também que a temperatura exerce maior influência na resposta. Este resultado condiz com a bibliografia, visto que temperaturas maiores favorecem a solubilização da pectina, bem como são capazes de romper a parede celular, permitindo melhor desempenho da extração (PICOT-ALLAIN; RAMASAWMY; EMMAMBUX, 2020). Segundo Kontogiorgos (2020), maiores rendimentos de pectina foram obtidos em uma faixa de temperatura de 70 a 90°C.

De acordo com Freitas *et al.* (2020), o incremento da velocidade de agitação proporciona maior obtenção do biopolímero devido ao aumento da taxa de transferência de massa, o que justifica a intensificação da resposta proporcionada pelo maior nível desta variável.

Uma vez que a transferência de massa ocorre até que o equilíbrio seja alcançado, o aumento do tempo tende a melhorar a eficiência da extração, o que explica sua significância. Entretanto, quando o equilíbrio é atingido, o tempo prolongado promove a degradação do polissacarídeo, minimizando a quantidade obtida. O tempo de extração costuma ser de 60 a 180 min, resultando em um

rendimento que pode variar de 8,0 a 30,8% (FREITAS *et al.*, 2020; RIPOLL; HINCAPIÉ-LLANOS, 2023).

Além disso, ao examinar a carta de Pareto, percebe-se que todos os efeitos apresentaram valores positivos, indicando que o aumento dos níveis das variáveis estudadas leva a maior eficiência.

Com as variáveis significativas é possível gerar um modelo capaz de prever a resposta, conforme a Equação 11.

$$\hat{y} = 19,7927 + 0,8288x_1 + 2,4138x_2 + 1,0362x_3 \quad (11)$$

O modelo não foi testado experimentalmente, mas pode-se verificar seu ajuste na tabela de análise de variância (Tabela 5).

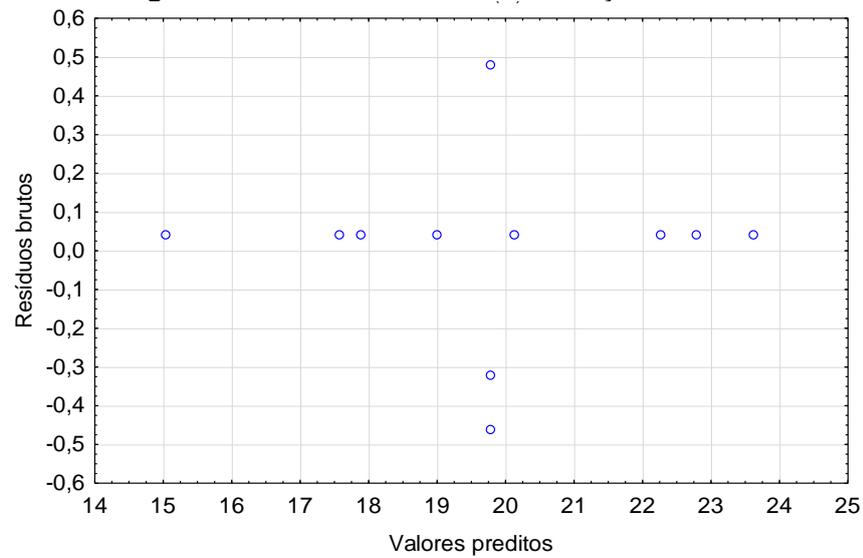
Tabela 5 - Tabela ANOVA para a Equação 11, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores significativos em negrito

Fator	SS	df	MS	F	p
(1)Agitação (rpm)	5,4946	1	5,4946	21,3632	0,0438
(2)Temperatura (°C)	46,6095	1	46,6095	181,2189	0,0055
(3)Tempo (min)	8,5905	1	8,5905	33,4001	0,0286
Falta de ajuste	0,0435	1	0,0435	0,1692	0,7207
Erro puro	0,5144	2	0,2572		
Total	62,2502	10			

Fonte: a autora (2023).

Como mostra a Tabela 4, a falta de ajuste do modelo não é significativa, com 95% de confiança, possibilitando a realização de previsões. O coeficiente de determinação apresenta um valor alto de 99,10%, em comparação com a variância máxima explicável (99,17%). Este resultado indica que a soma quadrática da falta de ajuste é pequena frente à soma quadrática total. Além disso, o erro puro da análise é pequeno, como exposto na Tabela 5.

Em seguida, foi gerado o gráfico dos resíduos (Figura 3), o que permite a realização de uma análise mais completa.

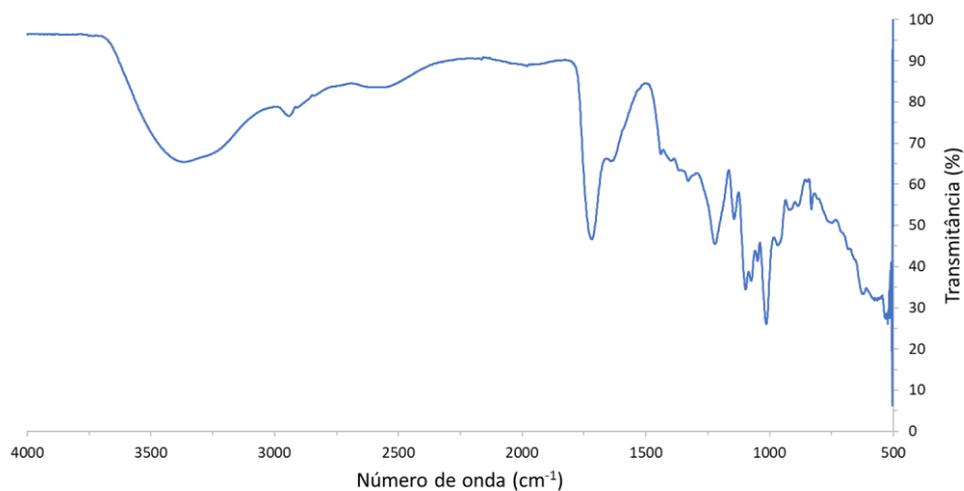
Figura 3 - Gráfico dos resíduos da extração.

Fonte: a autora (2023).

Como ilustra a Figura 3, os resíduos deixados pelo modelo, apesar de não serem aleatórios, são pequenos, o que condiz com a expectativa, visto que a falta de ajuste não é significativa e o erro puro é pequeno.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DA PECTINA

Com o objetivo de obter informações a respeito da composição química do biopolímero, foi realizada a análise de FT-IR, cujo espectro pode ser observado na Figura 4.

Figura 4 - Espectro de FT-IR da pectina.

Fonte: a autora (2023).

A partir da Figura 4, percebe-se a presença de uma banda entre 3363 e 3366 cm^{-1} , característica da vibração do estiramento da ligação O–H intra e intermolecular. Além disso, a banda localizada entre 2942-2943 cm^{-1} indica o alongamento da união C–H contida nos grupos CH, CH₂ e CH₃ (HENAO-DÍAZ *et al.*, 2021). De acordo com Kontogiorgos (2020), os sinais situados em 1717 e 1642 cm^{-1} foram gerados pela carbonila presente no metil éster (–COOCH₃) e na carboxila livre (–COO⁻), respectivamente.

A ocorrência dos picos na faixa de 1329 a 1440 cm^{-1} pode ser atribuída à tensão de flexão da ligação C–O–H. Adicionalmente, a presença das ligações C–C nos anéis da pectina é evidenciada pelas bandas de absorção observadas em 620, 920, 967 e 1220 cm^{-1} . Os sinais entre 1014 e 1144 cm^{-1} estão relacionados à vibração do alongamento de C–O em C–O–H e C–O–C. A região de impressão digital da pectina encontra-se no intervalo de 950-1200 cm^{-1} (HENAO-DÍAZ *et al.*, 2021; PHAN; NGO, 2019; MOGHADDAM *et al.* 2020; SENGAR *et al.* 2020).

O grau de esterificação da pectina extraída foi de 66,66%, sendo classificada, portanto, como altamente metoxilada (AM). Este resultado indica que ela poderia ter apresentado um desempenho melhor atuando como floculante, caso possuísse mais carboxilas em sua estrutura, ou seja, se tivesse baixo grau de metoxilação (BM). Este fato pode ser explicado pela atração eletrostática entre as carboxilas e cátions multivalentes. Os cátions ficam envolvidos por moléculas de pectina, formando uma estrutura semelhante a ovos numa caixa, recebendo o nome de modelo “egg-box” (HARYANTO *et al.*, 2023). Isso é relevante para o presente caso, pois o coagulante utilizado é o sulfato de alumínio, cujo cátion forma complexos que são adsorvidos às partículas coloidais pelo mecanismo de neutralização de cargas. A pectina BM, por sua vez, possui maior quantidade de carboxilas, que atraem os íons Al³⁺ aderidos aos colóides, aumentando o tamanho dos flocos.

Segundo Yapo e Gnakri (2015), é possível obter polissacarídeos pécticos AM ou BM a partir de cascas de maracujá. Em trabalho realizado por Gomes (2022), o polímero proveniente desta mesma fruta apresentou GE de 42,81% (BM), o que contribuiu para o melhor desempenho de floculação, resultando na remoção de cor de 98,33% em contraste com o resultado apresentado na Tabela 5 (80,37%), tendo em vista que as condições de coagulação utilizadas nos dois trabalhos foram bastante semelhantes.

4.3 ENSAIOS DE COAGULAÇÃO/FLOCULAÇÃO

Antes do planejamento da coagulação/floculação foram feitos testes preliminares a fim de conhecer melhor o comportamento do processo diante de algumas alterações. Buscou-se comparar a eficiência de remoção de corantes com ou sem pectina atuando como floculante, bem como testar a possibilidade do seu uso como coagulante. As médias dos resultados dos ensaios feitos em triplicata podem ser visualizadas na Tabela 6.

Tabela 6 - Ensaios preliminares da coagulação/floculação.

Al₂(SO₄)₃ (mg·L⁻¹)	CaO (mg·L⁻¹)	Pectina (mg·L⁻¹)	Remoção (%)
300	194,9	75	80,37 ± 0,66
300	194,9	-	36,95 ± 1,17
-	-	75	1,33 ± 0,10

Fonte: a autora (2023).

A partir dos dados da Tabela 6, identifica-se que o uso da pectina em conjunto com o sulfato de alumínio e o óxido de cálcio aumentou a eficiência do processo, proporcionando mais que o dobro de remoção, em comparação com os ensaios realizados apenas com Al₂(SO₄)₃ e CaO. Além disso, constata-se que a pectina é melhor utilizada como floculante, visto que, quando utilizada sozinha, apresentou desempenho insatisfatório de apenas 1,33%, em média.

Resultados semelhantes foram obtidos em estudo realizado por Haryanto *et al.* (2023), que atribui o aumento do percentual de remoção proporcionado pela pectina à capacidade deste biopolímero de adsorver os pequenos flocos previamente formados pela adição do coagulante. O tamanho dos flocos é ampliado, o que favorece a sedimentação.

4.4 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DA COAGULAÇÃO/FLOCULAÇÃO

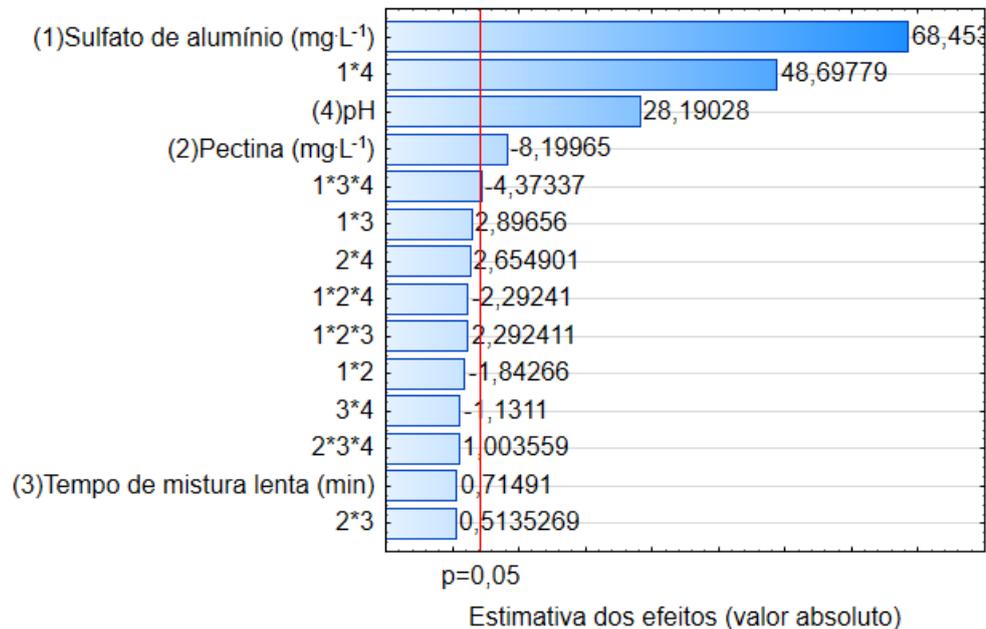
Para aprofundar a investigação da influência que as variáveis do tratamento proposto exercem no processo, foi realizado um planejamento fatorial 2⁴, como descrito no item 3.2.1. Os resultados dos experimentos encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7 - Resultados do planejamento experimental de coagulação/floculação.

Experimento	Al ₂ (SO ₄) ₃ (mg·L ⁻¹)	Pectina (mg·L ⁻¹)	Tempo de mistura lenta (min)	pH	Remoção (%)
1	150	50	15	3	33,40
2	450	50	15	3	38,44
3	150	100	15	3	29,93
4	450	100	15	3	34,19
5	150	50	45	3	32,12
6	450	50	45	3	41,46
7	150	100	45	3	27,17
8	450	100	45	3	37,96
9	150	50	15	9	22,79
10	450	50	15	9	69,66
11	150	100	15	9	22,85
12	450	100	15	9	64,34
13	150	50	45	9	23,77
14	450	50	45	9	67,24
15	150	100	45	9	22,66
16	450	100	45	9	65,35
17	300	75	30	6	52,91
18	300	75	30	6	52,59
19	300	75	30	6	51,49

Fonte: a autora (2023).

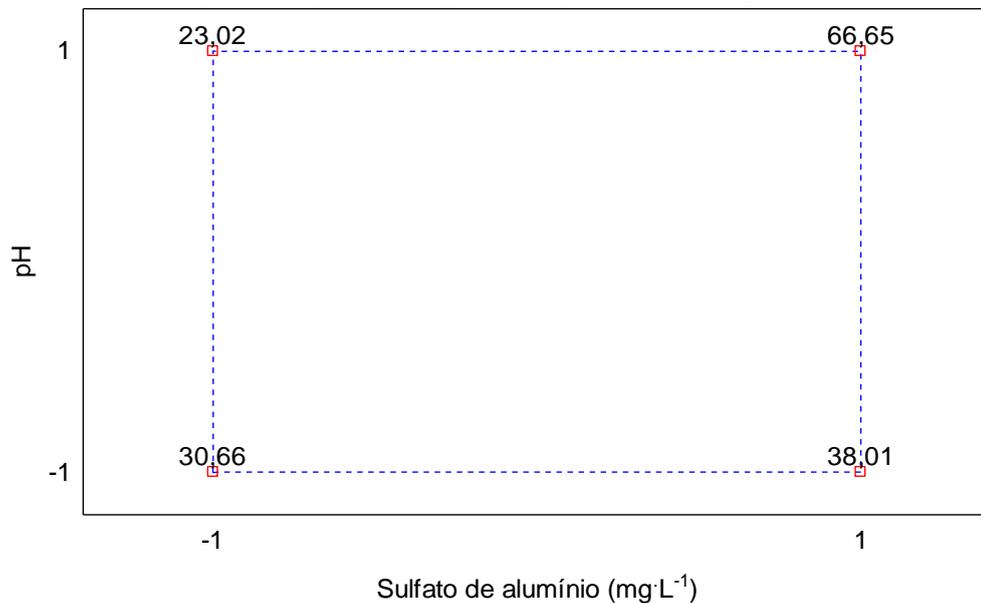
Em posse dos dados apresentados na Tabela 7, foi obtido o gráfico de Pareto, como pode-se observar na Figura 5.

Figura 5 - Gráfico de Pareto da coagulação/floculação.

Fonte: a autora (2023).

Depreende-se da Figura 5 que os fatores concentração de sulfato de alumínio, concentração de pectina, pH e a interação entre pH e sulfato de alumínio são significativos. Como descrito no tópico 2.2.1, estes parâmetros podem afetar a eficiência de coagulação, uma vez que as dosagens de coagulante e floculante influenciam diretamente na redução da repulsão eletrostática entre as partículas. Observa-se que o uso da pectina, nos níveis estudados, exerce uma influência negativa na resposta, indicando que concentrações mais baixas são mais eficientes, o que pode ser explicado pelo fenômeno de reversão de cargas.

Ademais, é sabido que o pH interfere diretamente no processo de coagulação, especialmente quando o mecanismo é de adsorção e neutralização, que é o caso do sulfato de alumínio, o que explica a interação entre esses dois fatores. Como a interação é significativa, convém plotar o gráfico do quadrado para interpretação conjunta (Figura 6).

Figura 6 - Gráfico do quadrado para interação entre pH e concentração de sulfato de alumínio.

Fonte: a autora (2023).

A Figura 6 mostra que o aumento da concentração de sulfato de alumínio resulta em um melhor desempenho de remoção, porém esse efeito é muito mais pronunciado quando o pH do meio é 9. O aumento do pH de 3 para 9 diminui a resposta, quando a concentração de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ é de $150 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. No entanto, quando a concentração de sulfato é de $450 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, o meio básico melhora o desempenho da coagulação. Vale ressaltar que os valores dos vértices foram determinados a partir do cálculo das médias dos resultados obtidos com os mesmos níveis de concentração de sulfato de alumínio e pH.

No caso deste planejamento não foi possível gerar um modelo de previsão, pois este não se ajusta aos dados experimentais, como pode-se constatar a partir da Tabela ANOVA (Tabela 8).

Tabela 8 - Tabela ANOVA para o planejamento fatorial da coagulação, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e falta de ajuste significativos em negrito (continua).

Fator	SS	df	MS	F	p
(1) Sulfato de alumínio ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	2600	1	2600	4686	0,0002
(2) Pectina ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	37,3020	1	37,3020	67,2340	0,0146
(3) Tempo de mistura lenta (min)	0,2840	1	0,2840	0,5110	0,5488
(4) pH	440,8950	1	440,8950	794,6920	0,0012

Tabela 9 - Tabela ANOVA para o planejamento fatorial da coagulação, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e falta de ajuste significativos em negrito (conclusão).

Fator	SS	df	MS	F	p
Falta de ajuste	410,8340	2	205,4170	370,2540	0,0027
Erro puro	1,1100	2	0,5550		
Total	4834	18			

Fonte: a autora (2023).

Conforme exposto na Tabela 8, percebe-se que a falta de ajuste é significativa para 95% de confiança. No entanto, a soma quadrática do erro puro não é grande em comparação com a soma quadrática total. Em virtude disso, a variância máxima explicável pelo modelo é de 99,98%, entretanto, na prática, a variância explicada é de apenas 91,48%. Infere-se, portanto, que os dados não se ajustam a um modelo linear, tornando necessário investigar a presença de curvatura (Tabela 9).

Tabela 10 - Tabela ANOVA com teste de curvatura, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e curvatura significativos em negrito.

Fator	SS	df	MS	F	p
Curvatura	410,4830	1	410,4830	739,8750	0,0013
(1) Sulfato de alumínio ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	2600	1	2600	4686	0,0002
(2) Pectina ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	37,3020	1	37,3020	67,2340	0,0146
(3) Tempo de mistura lenta (min)	0,2840	1	0,2840	0,5110	0,5488
(4) pH	440,8950	1	440,8950	794,6920	0,0012
Falta de ajuste	0,3510	1	0,3510	0,6330	0,5098
Erro puro	1,1100	2	0,5550		
Total	4834	18			

Fonte: a autora (2023).

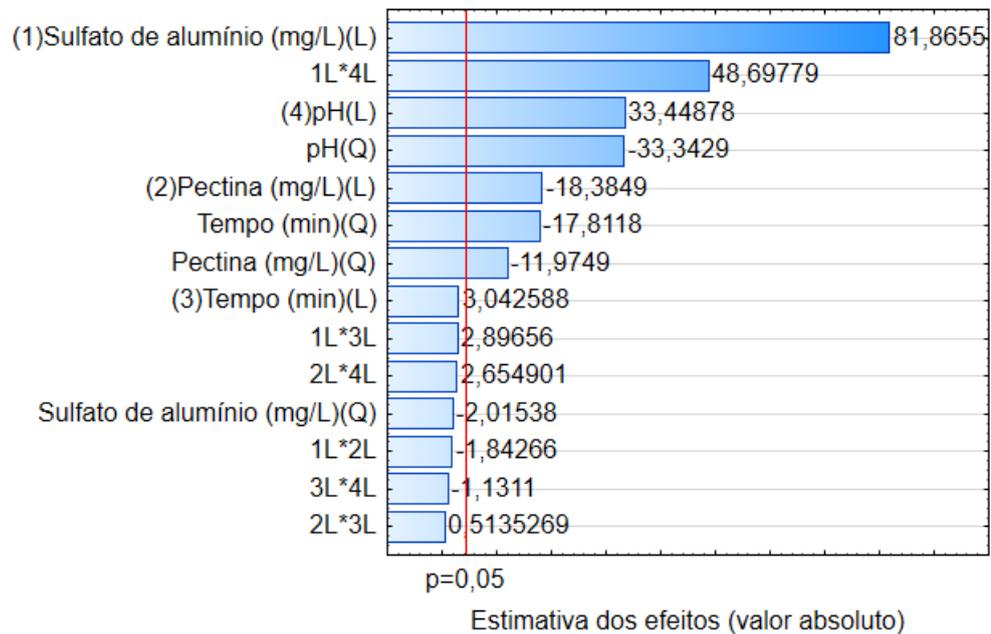
De acordo com a Tabela 9, a curvatura é significativa, o que demanda a realização de um planejamento capaz de gerar um modelo quadrático. No presente caso, o planejamento fatorial da Tabela 6 foi ampliado para um CCD (Tabela 10).

Tabela 11 - Resultados do planejamento em estrela (CCD) de coagulação/floculação.

Experimento	Al ₂ (SO ₄) ₃ (mg·L ⁻¹)	Pectina (mg·L ⁻¹)	Tempo de mistura lenta (min)	pH	Remoção (%)
1	150	50	15	3	33,40
2	450	50	15	3	38,44
3	150	100	15	3	29,93
4	450	100	15	3	34,19
5	150	50	45	3	32,12
6	450	50	45	3	41,46
7	150	100	45	3	27,17
8	450	100	45	3	37,96
9	150	50	15	9	22,79
10	450	50	15	9	69,66
11	150	100	15	9	22,85
12	450	100	15	9	64,34
13	150	50	45	9	23,77
14	450	50	45	9	67,24
15	150	100	45	9	22,66
16	450	100	45	9	65,35
17	100	75	30	6	36,98
18	500	75	30	6	86,26
19	300	42	30	6	70,29
20	300	108	30	6	43,19
21	300	75	10	6	50,92
22	300	75	50	6	56,84
23	300	75	30	2	36,45
24	300	75	30	10	56,09
26	300	75	30	6	52,91
27	300	75	30	6	52,59
28	300	75	30	6	51,49

Fonte: a autora (2023).

Os dados da Tabela 10 foram processados no *software Statistica 12.0*, possibilitando a obtenção do gráfico de Pareto (Figura 7).

Figura 7 - Gráfico de Pareto do planejamento em estrela da coagulação/floculação.

Fonte: a autora (2023).

Na Figura 7, observa-se que são significativos os termos lineares da concentração de sulfato de alumínio, pectina e pH; e os termos quadráticos do pH, tempo e concentração de pectina. Além disso, a interação entre sulfato de alumínio e pH também é significativa. A fim de checar se o modelo quadrático se ajusta aos dados, obteve-se a Tabela ANOVA (Tabela 11).

Tabela 12 - Tabela ANOVA para o planejamento em estrela da coagulação, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e falta de ajuste significativos em negrito (continua).

Fator	SS	df	MS	F	p
(1)Sulfato de alumínio (mg·L ⁻¹)(L)	3718	1	3718	6702	0,0001
Sulfato de alumínio (mg·L ⁻¹)(Q)	2,253	1	2,253	4,062	0,1814
(2)Pectina (mg·L ⁻¹)(L)	187,525	1	187,525	338,005	0,0029
Pectina (mg·L ⁻¹)(Q)	79,557	1	79,557	143,398	0,0069
(3)Tempo (min)(L)	5,136	1	5,136	9,257	0,0932
Tempo (min)(Q)	176,016	1	176,016	317,260	0,0031
(4)pH (L)	620,722	1	620,722	1119	0,0009

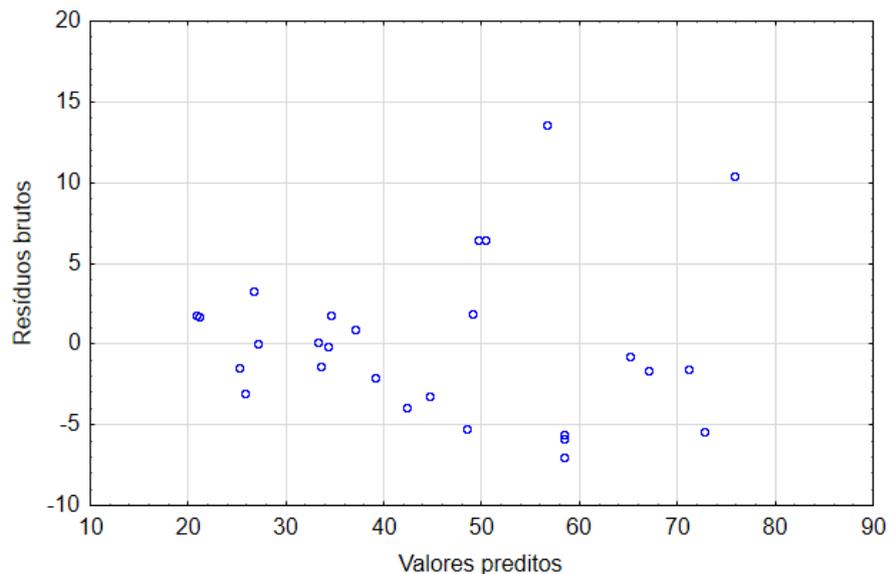
Tabela 11 - Tabela ANOVA para o planejamento em estrela da coagulação, contendo soma quadrática (SS), graus de liberdade (df), média quadrática (MS), valor de F e valor de p dos efeitos principais, falta de ajuste e erro puro. Fatores e falta de ajuste significativos em negrito (conclusão).

Fator	SS	df	MS	F	p
pH (Q)	616,798	1	616,798	1112	0,0009
Falta de ajuste	619,453	10	61,945	111,653	0,0089
Erro puro	1,110	2	0,555		
Total	7830	26			

Fonte: a autora (2023).

A Tabela 11 evidencia que a falta de ajuste é significativa, indicando que, nas condições estudadas, os dados não podem ser descritos por um modelo quadrático. Com a finalidade de investigar a razão da falta de ajuste, foi gerado um gráfico de resíduos para o modelo (Figura 8).

Figura 8 - Gráfico de resíduos da coagulação.



Fonte: a autora (2023).

Observa-se, na Figura 8, que os resíduos, apesar de serem aleatórios, são grandes, comprovando a falta de ajuste do modelo. Resultados parecidos foram obtidos no trabalho de Siti *et al.* (2013), no qual o modelo gerado também não se ajustou aos dados. A magnitude dos resíduos pode ser atribuída a erros instrumentais do equipamento *jar test*.

Com base nos resultados apresentados (Tabela 10), percebe-se que a condição que exibiu maior rendimento (86,26%) foi realizada com 500 mg·L⁻¹ de sulfato de alumínio, 75 mg·L⁻¹ de pectina, tempo mistura lenta de 30 min e pH 6, sendo essas condições utilizadas como ponto de partida para realização do tratamento do efluente.

4.5 CARACTERIZAÇÃO DO EFLUENTE TÊXTIL

A fim de aprofundar o estudo, foram coletadas amostras de efluente provenientes de lavanderia têxtil localizada no município de Caruaru/PE. Foram analisados, conforme descrito no item 3.4, os efluentes bruto e tratado na estação de tratamento de efluentes da própria lavanderia. A Tabela 12 expõe os resultados dos ensaios.

Tabela 13 - Parâmetros físico-químicos dos efluentes bruto e tratado pela lavanderia (continua).

Parâmetro	Efluente bruto	Efluente tratado	Remoção (%)
DFZ ₄₃₆ (m ⁻¹)	64,1	10,9	83,00
DFZ ₅₂₅ (m ⁻¹)	60,0	7,8	87,00
DFZ ₆₂₀ (m ⁻¹)	66,4	7,9	88,10
Turbidez (UNT)	240	14,1	94,13
pH	7,5	7,4	-
DQO (mgO ₂ ·L ⁻¹)	665,1	316,1	52,47
DBO (mgO ₂ ·L ⁻¹)	169,7	45,9	72,95
Condutividade (µS·cm ⁻²)	6540	6800	-
Sólidos sedimentáveis (mL·L ⁻¹)	3,5	0,2	94,29
Sólidos totais (mg·L ⁻¹)	4489	3992	11,07
Sólidos suspensos totais (mg·L ⁻¹)	398,0	4,0	98,99
Cádmio (mg·L ⁻¹)	< 0,03	< 0,03	-
Chumbo (mg·L ⁻¹)	< 0,02	< 0,02	-
Cobre (mg·L ⁻¹)	< 1,0	< 1,0	-
Ferro (mg·L ⁻¹)	1,36	< 0,10	-
Manganês (mg·L ⁻¹)	< 0,05	< 0,05	-
Níquel (mg·L ⁻¹)	< 0,01	< 0,01	-
Zinco (mg·L ⁻¹)	< 0,1	< 0,1	-

Fonte: a autora (2023).

A partir da Tabela 12, percebe-se que o processamento do resíduo líquido resultou em significativa remoção de cor. No entanto, o valor final do coeficiente está em desacordo com a legislação alemã (Decreto sobre águas residuais – AbwV,

apêndice 38), que estabelece como limites aceitáveis para descarte de efluente têxtil: 7 (DFZ₄₃₆), 5 (DFZ₅₂₅) e 3 (DFZ₆₂₀) m⁻¹. Com relação à turbidez, o desempenho se mostrou ainda melhor, atingindo o padrão de lançamento para corpos receptores de classe 1, conforme a CPRH n° 2007 (ALEMANHA, 2004; PERNAMBUCO, 2007).

Ainda de acordo com a Tabela 12, é possível notar que praticamente não houve alteração no pH após o tratamento, todavia, ainda assim, este parâmetro está de acordo com a norma CPRH n° 2007. A remoção de DQO proporcionada não foi suficiente para tornar o resíduo líquido próprio para o descarte, visto que a CPRH n° 2001 estabelece a remoção mínima em 80%. De acordo com esta regulamentação, a remoção de DBO atende à exigência mínima de 70% para cargas orgânicas inferiores a 100 kg·dia⁻¹ (PERNAMBUCO, 2007; PERNAMBUCO, 2003).

Ademais, a Tabela 12 evidencia que houve o aumento da condutividade após o processamento do rejeito, o que pode ser explicado pela adição do sal policloreto de alumínio, utilizado para promover a coagulação. A alta condutividade do efluente indica elevada concentração de íons, que têm o potencial de poluir o corpo receptor, promover a corrosão de equipamentos e formar incrustações em tubulações, encarecendo o processo (JUSTINA *et al.*, 2018; COLLA *et al.*, 2016).

O tratamento aplicado no efluente promoveu altas eficiências para retirada de sólidos sedimentáveis e sólidos suspensos totais (Tabela 12), de forma que este último parâmetro ultrapassou o mínimo (20%) exigido pela lei nacional. Os sólidos totais, entretanto, continuaram com alta concentração. Este resultado pode ser explicado pela probabilidade de haver elevada concentração de sólidos dissolvidos, como indica a alta condutividade (BRASIL, 2011; CORWIN; YEMOTO, 2017).

Com relação às análises de metais, as concentrações de cádmio, chumbo, cobre, manganês, zinco e níquel encontram-se abaixo do limite de quantificação antes mesmo do tratamento, portanto, em conformidade com a Resolução CONAMA n° 430/2011. O ferro, por sua vez, foi removido após o processamento do rejeito, mas sua concentração no efluente bruto já era baixa em comparação com o limite fixado pela norma.

4.6 TRATAMENTO DO EFLUENTE TÊXTIL

Constata-se, portanto, que há uma oportunidade de melhoria com relação à descoloração do efluente. Dessa forma, foram realizados 17 ensaios de coagulação,

segundo o item 3.2, cujas quantidades de coagulante e floculante constam na Tabela 13. Nela, também estão contidos os coeficientes de absorção nos três comprimentos de onda monitorados (436, 525 e 620 nm) e a turbidez.

Tabela 14 - Ensaios de coagulação/floculação do efluente têxtil.

Experimento	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	Pectina ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	DFZ ₄₃₆ (m^{-1})	DFZ ₅₂₅ (m^{-1})	DFZ ₆₂₀ (m^{-1})	Turbidez (UNT)	Remoção de DQO (%)
1	100	25	21,3	17,3	18,1	76,40	-
2	100	75	20,1	16,5	17,1	66,60	49,25
3	100	125	27,2	22,5	23,5	90,80	-
4	200	0	4,2	2,4	1,5	3,16	74,77
5	200	25	8,9	6,3	5,8	22,70	-
6	200	75	7,1	4,6	3,8	13,30	59,71
7	200	125	7,6	4,8	3,7	13,30	-
8	300	0	5,0	3,2	2,5	6,15	75,42
9	300	25	5,1	3,1	2,3	9,02	68,88
10	300	75	5,7	3,4	2,4	22,40	56,80
11	300	125	6,0	3,6	2,6	9,34	51,50
12	400	25	3,8	2,2	1,3	5,06	66,64
13	400	75	4,3	2,4	1,5	6,22	61,03
14	400	125	4,6	2,6	1,6	6,59	59,80
15	500	25	3,5	2,0	1,4	6,93	65,40
16	500	75	3,7	2,0	1,2	4,08	65,42
17	500	125	4,6	2,6	1,7	9,56	54,69

Fonte: a autora (2023).

Analisando a Tabela 13, percebe-se que os coeficientes de absorção dos experimentos 4, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16 e 17 atendem à legislação (Decreto sobre águas residuais – AbwV, apêndice 38). Dentre eles, o ensaio 4 (realizado sem pectina) apresentou melhor performance de remoção de cor e menor concentração de sulfato de alumínio, sendo o mais vantajoso do ponto de vista ambiental. Este comportamento do efluente é divergente ao da solução de corantes apresentado nas Tabelas 5 e 9, que indicaram que o biopolímero favorece a coagulação, no caso da solução de corantes.

Além disso, também foi avaliada a turbidez do rejeito tratado, como expõe a Tabela 13. Constatou-se, a partir dela, que todos os testes apresentaram turbidez inferior a 100 UNT, podendo ser enquadrados em corpos receptores de classe 2. No entanto, o ensaio 4 novamente apresentou o melhor desempenho com relação a este parâmetro, atingindo o resultado de 3,16 UNT, correspondendo ao padrão de descarte

classe 1, assim como os ensaios 5 ao 17.

No que tange à DQO, nenhum dos experimentos atingiu o limite mínimo de remoção (80%), tornando necessárias etapas subsequentes de tratamento. Em contraste com os outros dois parâmetros, o teste 8 apresentou melhor performance de remoção de DQO, com 75,42%. O experimento 4, todavia, obteve eficiência de 74,77%, estando muito próximo ao resultado do ensaio 8. Dessa forma, as condições do teste 4 continuam sendo mais vantajosas, levando em consideração que as duas situações demandariam a adição de outro método posterior para o atender à legislação.

Os resultados apresentados são atípicos, pois foi necessário utilizar uma menor concentração de sulfato de alumínio do que o esperado, levando em consideração os ensaios feitos com a solução de corantes. Esse comportamento pode ser explicado pela complexa composição do efluente têxtil. Como elucidado no item 2.1, diversas substâncias químicas estão presentes em rejeitos provenientes de indústria têxtil. Dentre elas, tem-se os sais, como nitratos, sulfatos, cloretos e carbonetos. Estes compostos são capazes de aumentar a eficiência da coagulação, uma vez que também atuam como coagulante. Esta função se deve à elevação da concentração de íons na solução, o que causa a compressão da dupla camada elétrica, como descrito no item 2.2.1.1. Outros constituintes do descarte têxtil são os metais, como ferro, níquel, cobalto e chumbo, que são capazes de formar aquocomplexos e atuar como coagulante pelo mecanismo de adsorção e neutralização (RUJIDO-SANTOS *et al.*, 2022).

Outro dado inusitado surge da comparação entre os ensaios 4 e 5 (Tabela 13), a partir dos quais se percebe que a adição de pectina diminuiu o desempenho da coagulação, uma vez que a remoção de cor e turbidez foi menor. Isso também se deve à alta concentração de substâncias coagulantes, pois, uma vez adicionada a quantidade necessária para ocorrer a coagulação, o excesso de produtos químicos auxiliares acarreta na reversão de cargas e reestabilização da suspensão coloidal (NOWACKA; WŁODARCZYK-MAKUJA; MACHERZYNSKI, 2014).

5 CONCLUSÃO

No que tange à extração da pectina, os experimentos foram bem sucedidos, já que o planejamento experimental possibilitou a escolha de níveis que levaram à obtenção de maiores rendimentos. Percebeu-se que os três fatores (temperatura, agitação e tempo) são significativos e influenciam a resposta de forma independente, ou seja, sem interação. Também foi possível gerar um modelo bem ajustado de previsão para a extração, cujos resíduos são pequenos. Como os níveis mais altos das três variáveis proporcionam maiores resultados, esses foram os níveis escolhidos para obtenção do polissacarídeo.

Os resultados dos ensaios preliminares comprovaram que o uso do biopolímero aumentou significativamente o resultado, proporcionando mais que o dobro de remoção de cor. Além disso, percebeu-se que o polissacarídeo em questão não é eficaz atuando como coagulante, já que foi capaz de atingir somente 1,33% de remoção. Em contrapartida, seu uso como floculante se mostrou bastante promissor.

A partir do planejamento experimental da aplicação da pectina como floculante percebeu-se que os fatores concentração de sulfato de alumínio, concentração de pectina, pH e interação entre sulfato de alumínio e pH são significativos. Não foi possível ajustar os dados a um modelo linear, nem ao quadrático devido à magnitude dos resíduos.

A análise de FT-IR permitiu confirmar que a pectina extraída tem estrutura química semelhante à documentada na bibliografia, o que demonstra o sucesso da extração. O biopolímero obtido foi classificado como AM, com grau de esterificação de 66,66%, o que indica que seu desempenho poderia ter sido ainda melhor, caso fosse BM, uma vez que a maior quantidade de carboxilas aumenta a eficiência da floculação.

Embora o efluente têxtil tratado pela lavanderia tenha atendido aos requisitos legais de remoção de sólidos suspensos totais, DBO, turbidez, pH e concentração de metais, outros parâmetros, como cor e DQO, não atingiram os padrões exigidos pelas normas ambientais. Ademais, os altos valores de condutividade e sólidos totais também demonstraram oportunidade de melhoria no processo.

Dessa forma, foram conduzidos experimentos univariados com o objetivo de aprimorar a qualidade do efluente tratado quanto à cor e à DQO. O ensaio com melhor performance foi feito com $200 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e sem pectina, atingindo os

resultados de 4,2 (DFZ₄₃₆), 2,4 (DFZ₅₂₅) e 1,5 (DFZ₆₂₀) m⁻¹, turbidez de 3,16 UNT e remoção de DQO de 74,77%, cumprindo, portanto, o propósito de sua realização. Embora os resultados obtidos tenham sido bastante satisfatórios, não era esperado que a concentração de Al₂(SO₄)₃ e de pectina fossem tão baixas, levando em consideração os ensaios prévios realizados com a solução de corantes, cuja melhor condição foi atingida com 500 mg·L⁻¹ de Al₂(SO₄)₃ e 75 mg·L⁻¹ de pectina. Apesar de atípico, este resultado pode ser explicado pela alta concentração de sais e metais, características de efluentes têxteis. Conclui-se, portanto, que a pectina não correspondeu à expectativa, fundamentada na bibliografia e nas experiências anteriores, nas condições deste estudo.

Diante dos resultados deste trabalho, sugere-se a adição de etapa de desesterificação na extração da pectina, visando a obtenção do polissacarídeo BM para sua aplicação no tratamento do efluente têxtil. Além disso, seria interessante investigar possíveis modificações na estrutura do polímero, como a quaternização realizada por Ismail *et al.* (2020). Outra possibilidade seria a comparação do desempenho de diferentes coagulantes naturais com o objetivo de identificar aquele que proporciona melhor eficiência para o processamento do rejeito em questão.

REFERÊNCIAS

ALAZAIZA, M. Y. D.; ALBAHNASAWI, A.; ALI, G. A. M.; BASHIR, M. J. K.; NASSANI, D. E.; MASKARI, T. A.; AMR, S. S. A.; ABUJAZAR, M. S. S. Application of natural noagulants for pharmaceutical removal from water and wastewater: a review. **Water**, v. 14, p. 140-155, 2022.

ALEMANHA. Ministério Federal da Justiça. Portaria sobre requisitos para a descarga de águas residuais em corpos d'água (Decreto sobre águas residuais – AbwV), Apêndice 38. Produção têxtil acabamentoo têxtil. 2004.

BAIRD, R. B.; EATON, A. D.; RICE, E. W. Standard Methods for the examination of water and wastewater, 23rd ed. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, 2017.

BARROS NETO, B. de; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2 ed. Campinas: Editora Unicamp, 2001.

BAWA, R.; DWIVEDI, P., HOGHOOGHI, N.; KALIN, L.; HUANG, Y. Designing watersheds for integrated development (DWID): Combining hydrological and economic modeling for optimizing land use change to meet water quality regulations. **Water Resources and Economics**, v. 41, p. 100209, 2023.

BEHERA, S. K.; MEENA, H.; CHAKRABORTY, S.; MEIKAP, B. C. Application of response surface methodology (RSM) for optimization of leaching parameters for ash reduction from low-grade coal. **International Journal of Mining Science and Technology**, v. 28, p. 621-629, 2018.

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

BRATBY, J. **Coagulation and flocculation in Water and Wastewater Treatment**. 3 ed. London: IWA Publishing, 2016.

CHAUBEY, M. **Wastewater treatment technologies: Design considerations**. 1 ed. Mumbai: Wiley, 2021.

COLLA, V.; BRANCA, T. A.; ROSITO, F.; LUCCA, C.; VIVAS, B. P.; DELMIRO, V. M. Sustainable Reverse Osmosis application for wastewater treatment in the steel industry. **Journal of Cleaner Production**, v. 130, p. 103-115, 2016.

CORWIN, D. L.; YEMOTO, K. Salinity: electrical conductivity and total dissolved solids. **Methods of Soil Analysis**, v. 2, p. 2558-2573, 2017.

EL-TAWEEL, R. M.; MOHAMED, N.; ALREFAEY, K. A.; HUSIEN, S.; ABDEL-AZIZ, A. B.; SALIM, A. I.; MOSTAFA, N. G.; SAID, L. A.; FAHIM, I. S.; RADWAN, A. G. A review of coagulation explaining its definition, mechanism, coagulante types, and optimization

models; RSM, and ANN. **Current Research in Green and Sustainable Chemistry**, v. 6, p. 100358, 2023.

FARKHARI, Z.; BAHZAD, M. A.; FARID, A. F. Centralized wastewater management in Kabul city, Afghanistan. **International Journal of Social Science Research and Review**, v. 6, p. 408-415, 2023.

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, p. 460–472, 2020.

GARCIA, F.; CHANG, G.; HERNANDEZ, G. Evaluation of wastewater discharge reduction scenarios in the Buenaventura Bay. **Water**, v. 15, p. 1027-1045, 2023.

GARVASIS, J. *et al.* Efficient removal of Congo red from aqueous solutions using phytogenic aluminum sulfate nano coagulant. **Materials Chemistry and Physics**, v. 251, p. 123040, 2020.

GOMES, R. K. de M. **Extração da pectina de resíduo agroalimentares para aplicação como coagulante no tratamento de efluentes têxteis**. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Federal de Pernambuco, 2022.

HARYANTO, F. M. K.; RUMONDOR, A. V. M.; KRISTIANTO, H.; PRASETYO, S.; SUGIH, A. K. The utilization of pectin as natural coagulant-aid in congo red dye removal. **Journal of Multidisciplinary Applied Natural Science**, p. 1-17, 2023.

HENAO-DÍAZ, L. S.; CADENA-CASANOVA, C. L.; BOLIO-LÓPEZ, G. I.; VELEVA, L.; AZAMAR-BARRIOS, J. A.; HERNÁNDEZ-VILLEGAS, M. M.; CÓRDOVA-SÁNCHEZ, S. Obtaining and characterizing bioplastic films obtained from passion fruit (*Passiflora edulis* Sims) waste. **Agro productividad**, v. 14, p. 1-9, 2021.

HOLKAR, C. R.; JADHAV, A. J.; PINJARI, D. V.; MAHAMUNI, N. M.; PANDIT, A. B. A critical review on textile wastewater treatments: Possible approaches. **Journal of Environmental Management**, v. 182, p. 351-366, 2016.

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. 1-10, 2021.

IQBAL, M. **Textile dyes**. 1 ed. Karachi: Rehbar Publishers, 2008.

ISMAIL, N.; YHAYA, M. F.; TALEBI, A.; LEM, K. S. 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.

JUSTINA, M. D.; MUNIZ, B. R. B.; BRÖRING, M. M.; COSTA, V. J.; SKORONSKI, E. Using vegetable tannin and polyaluminium chloride as coagulants for dairy wastewater treatment: a comparative study. **Journal of Water Process Engineering**, v. 25, p. 173-181, 2018.

KARYAB, H.; GHASEMI, M.; GHOTBINIA, F.; NAZERI, N. Efficiency of chitosan nanoparticle with polyaluminum chloride in dye removal from aqueous solutions:

Optimization through response surface methodology (RSM) and central composite design (CCD). **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 249, p. 125977, 2023.

KEBAILI, M.; DJELLALI, S.; RADJAI, M.; DROUICHE, 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.

KEERTHI, D. S.; VANI, M. M. Optimization studies on decolorization of textile wastewater using natural coagulants. *Materials Today: Proceedings*, v. 57, p. 1546–1552, 2022.

KONTOGIORGOS, V. **Pectin: Technological and Physiological Properties**. 1 ed. Switzerland: Springer, 2020.

KUMBASAR, E. P. A.; KÖRLÜ, A. E. **Textile wastewater treatment**. 1 ed. [s.l.]: ExLi4EvA, 2016.

LEE, B. C. Y.; MAHTAB, M. S.; NEO, T. H.; FAROOQI, I. H.; KHURSHEED, A. A comprehensive review of design of experiment (DOE) for water and wastewater treatment application - Key concepts, methodology and contextualized application. **Journal of Water Process Engineering**, v. 47, p. 102673, 2022.

MADHAV, S.; AHAMAD, A.; SINGH, P.; MISHRA, P. K.. A review of textile industry: Wet processing, environmental impacts, and effluent treatment methods. **Environmental Quality Manage**, v. 27, p. 31-41, 2018.

MAHAPATRA, N. N. **Textile dyes**. 1 ed. New Delhi: Taylor & Francis, 2016.

MALSAWMTLUANGA, R. L. Potable water and their challenges in some rural areas of Lunglei. **Advances in Engineering Research**, v. 178, p. 100-104, 2018.

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.

MARTÍNEZ-SABANDO, J; COIN, F.; MELILLO, J. H.; GOYANES, S.; CERVENY, S. A review of pectin-based material for applications in water treatment. **Materials**, v. 16, p. 2207, 2023.

METCALF, L.; EDDY, H. P. **Tratamento de efluentes e recuperação de recursos**. 5 ed. New York: McGraw-Hill, 2016.

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.

NOURI, Z. S.; NOURI, J.; HABIB, F.; RAFIAN, M. Environmental management for urban development around river valleys using a conceptual model. **International Journal of Human Capital in Urban Management**, v. 6, p. 351-364, 2021.

NOWACKA, A.; WŁODARCZYK-MAKUŃA, M.; MACHERZYNSKI, B. Comparison of effectiveness of coagulation with aluminum sulfate and pre-hydrolyzed aluminum coagulants. **Desalination and Water Treatment**, v. 52, p. 3843–3851, 2014.

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.

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

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.

PHAN, T. T. M.; NGO, T. S. Pectin and cellulose extraction from passion fruit peel waste. **Vietnam Journal of Science, Technology and Engineering**, v. 62, n. 1, p. 32-37, 2019

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, p. 282-312, 2020.

PIVOKONSKÝ, M.; NOVOTNÁ, K.; ČERMÁKOVÁ, L.; PETŘÍČEK, R. **Jar tests for water treatment optimisation: how to perform jar tests – a handbook**. 1 ed. London: IWA Publishing, 2022.

RAMOS, M. D. N.; LIMA, L. P. P.; AQUINO, S. F. de; 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.

REDHA, Z. M. Multi-response optimization of the coagulation process of real textile wastewater using a natural coagulant. **Arab Journal of Basic and Applied Sciences**, v. 27, n. 1, p. 406-422, 2020.

RIGDON, S. E.; PAN, R.; MONTGOMERY, D. C.; FREEMAN, L. J. **Design of experiments for reliability achievement**. 1 ed. Hoboken: Wiley, 2022.

RIPOLL, C. S. S.; HINCAPIÉ-LLANOS, G. A. Evaluation of sources and methods of pectin extraction from fruit and vegetable wastes: a Systematic Literature Review (SLR). **Food Bioscience**, v. 51, p. 102278, 2023.

RUJIDO-SANTOS, I; HERBELLO-HERMELO, P.; BARCIELA-ALONSO, M. C.; BERMEJO-BARRERA, P.; MOREDA-PIÑEIRO, A. Metal content in textile and (nano)textile products. **International Journal of Environmental Research and Public Health**, v. 19, p. 944, 2022.

SANTANA, R. M. R.; NAPOLEÃO, D. C.; SANTOS JÚNIOR, S. G.; GOMES, R. K. M.;

MORAES, N. F. S.; Z Aidan, L. E. M. C.; ELIHIMAS, D. R. M.; NASCIMENTO, G. E.; DUARTE, 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.

SAWYER, C. N.; MCCARTY, P. L.; PARKIN, G. F. **Chemistry for environmental engineering and science**. 5 ed. New York: McGraw-Hill, 2003.

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.

SHENG, D. P. W.; BILAD, M. R.; SHAMSUDDIN, N. Assessment and Optimization of Coagulation Process in Water Treatment Plant: A Review. **ASEAN Journal of Science and Engineering**, v. 3, p. 79-100, 2022.

SHINA, S. **Industrial design of experiments: a case study approach for design and process optimization**. 1 ed. Switzerland: Springer, 2022.

SIBIYA, N. P.; AMO-DUODO, G.; TETTEH, E. K.; RATHILAL, S. Model prediction of coagulation by magnetised rice starch for wastewater treatment using response surface methodology (RSM) with artificial neural network (ANN). **Scientific African**, v. 17, p. e01282, 2022.

SILVA, L. D. da; DANTAS, P. R.; PEREIRA NETO, L. M.; ARRUDA, V. C. M. de; TAVARES, R. G.; SILVA, V. de P. Eficiência da coagulação, floculação e decantação como tratamento primário de efluente têxtil. **Revista GEAMA**, v. 5, p. 36-40, 2019.

SILVA FILHO, A. R. A. da; DUARTE, A. D.; SINESIO, E. P.; SILVA, G. L. da; PESSÔA, S. G. dos S. Classificação, caracterização e diagnóstico das lavanderias de beneficiamento de jeans na cidade de Caruaru-PE, no Agreste pernambucano. **Research, Society and Development**, v. 10, p. 1-16, 2021.

SITI, A. I.; SITI, N.; NUR, F.; MEGAT, A.; NORLI, I. Optimization studies on textile wastewater decolorization by Fe³⁺/pectin. **International Proceedings of Chemical, Biological and Environmental Engineering (IPCBE)**, v. 58, p. 6-10, 2013.

SUDIRGO, M. M.; SURYA, R. A.; KRISTIANTO, H.; PRASETYO, S.; SUGIH, A. K. Application of xanthan gum as coagulant-aid for decolorization of synthetic Congo red wastewater. **Heliyon**, v. 9, p. 15011, 2023.

TEH, C. Y.; BUDIMAN, P. M.; SHAK, K. P. Y.; WU, T. Y. Recent advancement of coagulation-flocculation and its application in wastewater treatment. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, p. 1-102, 2016.

TRAN, N. T. K.; NGUYEN, V. B.; TRAN, T. V.; NGUYEN, T. T. T. Microwave-assisted extraction of pectin from jackfruit rags: Optimization, physicochemical properties and antibacterial activities. **Food Chemistry**, v. 418, p. 135807, 2023.

WANG, X.; JIANG, J.; GAO, W. Reviewing textile wastewater produced by industries: characteristics, environmental impacts, and treatment strategies. **Water Science & Technology**, v. 85, p. 2076–2096, 2022.

WEN, Y.; SCHOUPS, G.; GIESEN, N. V. de. Organic pollution of rivers: Combined threats of urbanization, livestock farming and global climate change. **Scientific Reports**, v. 7, p. 1-9, 2017.

YUSUF, M. Handbook of textile effluent remediation. 1 ed. Singapore: Taylor & Francis, 2018.

ZANONI, M. V. B.; YAMANAKA, H. Corantes: caracterização química, toxicológica, métodos de detecção e tratamento. 1 ed. São Paulo: Cultura Acadêmica, 2016.

ZHAO, C.; ZHOU, J.; YAN, Y.; YANG, L.; XING, G.; LI, H.; WU, P.; WANG, M.; ZHENG, H. Application of coagulation/flocculation in oily wastewater treatment: A review. **Science of the Total Environment**, v. 765, p. 142795, 2020.