

I-047 - INTERFERÊNCIA DA ORDEM E DO NÚMERO DE PONTOS ADJACENTES NA DETERMINAÇÃO DA FORÇA E DO RECRESCIMENTO DE AGREGADOS FORMADOS DURANTE A FLOCULAÇÃO, USANDO DISPERSÃO FOTOMÉTRICA E FILTRO SAVITZKY-GOLAY

Lívia Savioli Maneta⁽¹⁾

Engenharia Química (Faculdade Pitágoras), Mestre e Doutoranda em Engenharia Civil e Ambiental pela Univ. Estadual Paulista, UNESP, Campus Rio Claro/SP. Professor Assistente na Fac. Anhanguera – Sorocaba/SP.

Karina Chung⁽²⁾

Engenharia Ambiental pela Univ. Estadual Paulista, UNESP, Campus Rio Claro/SP.

Thais de Almeida⁽²⁾

Engenharia Ambiental e Mestranda pela Univ. Estadual Paulista, UNESP, Campus Rio Claro/SP.

Luíza Ostini Goehler⁽²⁾

Engenharia Ambiental pela Univ. Estadual Paulista, UNESP, Campus Rio Claro/SP.

Rodrigo Braga Moruzzi⁽²⁾

Engenheiro Civil (UFSCar), Mestre e Doutor em Hidráulica e Saneamento pela Escola de Engenharia de São Carlos (EESC/USP). Professor Adjunto III da Univ. Estadual Paulista, UNESP, Campus de Rio Claro/SP.

Endereço⁽¹⁾: Av. Dr. Armando Pannunzio, 1478, – Jd. Vera Cruz – Sorocaba - SP - CEP: 18050-000 - Brasil
- Tel: (15) 3031-9300 - e-mail: livia.manetta@anhanguera.com

RESUMO

Este trabalho trata da aplicação do filtro de suavização de sinal chamado Savitzky-Golay na determinação da força e do recrecimento de agregados formados durante monitoramento de floculação utilizando como técnica de análise a dispersão fotométrica (equipamento PDA - *Photometric Dispersion Analyser*). Apesar de o método de monitoramento de agregados ser adequado este pode sofrer interferências de causas externas, o que leva a distorções dos resultados durante o processo de análise dos dados, desta forma foi realizada a aplicação do filtro Savitzky-Golay para a suavização dos dados no domínio do tempo através do método matemático de análise polinomial de mínimos quadrados, determinando a ordem polinomial e o número de dados adjacentes. Para tanto, foi preparada água de estudo com ácido húmico para obtenção de cor e foi acrescida solução de sulfato de alumínio, solução de amido de milho e solução de hidróxido de sódio para floculação, o gradiente de velocidade médio durante a mistura rápida foi de 800 s^{-1} durante 10 segundos, enquanto os gradientes de floculação investigados foram de 20 s^{-1} , 40 s^{-1} , 60 s^{-1} e 80 s^{-1} . Os ensaios de floculação duraram 25 minutos, e em seguida iniciaram-se os ensaios de ruptura controlada dos flocos a 800 s^{-1} pelo tempo de 10 s, em que posteriormente retornava-se ao gradiente de floculação original, a fim de promover o recrecimento dos flocos durante 10 minutos. A partir dos resultados obtidos da aplicação do filtro Savitzky-Golay pode-se observar que de fato este suaviza os ruídos dos dados experimentais, porém, na utilização dos dados tratados com o filtro para a obtenção de fator de força e fator de recrecimento dos flocos recomenda-se cautela, principalmente na escolha dos parâmetros as serem utilizados de número de vizinhos e ordem polinomial; a influência nos resultados principalmente quanto ao tamanho pontual do floco logo após a quebra é muito grande e pode mudar o resultado final de forma abrupta e não real.

PALAVRAS-CHAVE: Suavização de dados, floculação.

INTRODUÇÃO

Entre as técnicas e operações de uma Estação de Tratamento de Água (ETA), a floculação estabelece ponto decisivo, pois a qualidade das partículas floculentas formadas determinam a eficiência dos processos seguintes. Descrita por diversos autores como a “próxima fronteira” do conhecimento, a caracterização das partículas apresenta-se como promissora ferramenta no campo do tratamento de água (MORUZZI, 2005).

Uma característica das partículas é a força dos agregados, descrita como característica estrutural é definida pelas ligações entre as partículas componentes e pela quantidade de energia empregada no sistema (PARKER et al., 1972). A força é uma importante variável a ser estudada, pois quando algum distúrbio (agitação do

sistema ou zonas de constrição) atinge a superfície do floco e esta é maior que a energia de suas ligações, este pode se romper, voltando a se formar em pontos mais propícios. A força dos agregados representa a capacidade do floco de resistir às forças de ruptura durante a agitação do sistema e é fundamental para suportar regiões de cisalhamento durante os percursos entre os processos e operações de uma ETA, pois para se garantir a remoção de partículas são necessários flocos bem formados e estruturados. Entretanto, mesmo após se garantir uma coagulação e floculação de qualidade pode haver a quebra e recrescimento dos agregados formados, sem que estes voltem ao tamanho, disposição e estrutura morfológica anteriormente disposta, podendo afetar as condições finais da qualidade da água.

O recrescimento dos flocos é um parâmetro operacional importante para a qualidade final da água, pois a remoção de partículas está intimamente ligada com a estrutura e tamanho dos agregados formados, a eficiência de remoção dessas diminui diretamente com a ruptura dos flocos. Visando a análise desse parâmetro foi determinado o fator de recrescimento do floco (*FR*), que representa a capacidade do floco de retornar a sua condição original após a ruptura. Segundo Li et al., 2006, quanto mais próxima à condição original do floco formado inicialmente, maior será a sua capacidade de recuperação, e consequentemente, melhor será a eficiência de separação sólido/líquido, sendo desejável restabelecer as condições de tamanho e força do floco o mais próximo possível das iniciais.

Existem dois métodos para a medição da resistência do floco normalmente utilizados, a microscópica, que mede as forças interpartículas dentro de cada floco, onde a resistência pode ser medida por meio da aplicação de uma tensão de cisalhamento ou uma tensão normal ao floco individualmente, e a macroscópica, que mede a energia necessária em um sistema para a quebra dos flocos (JARVIS et al. 2005). A abordagem macroscópica permite uma avaliação direta e não intrusiva da resistência por meio da análise da dissipação de energia do sistema ou do gradiente de velocidade aplicado ao tamanho máximo ou médio do floco (YEUNG et al., 1997; BOLLER e BLASER, 1998).

Nesse estudo, será utilizada a abordagem macroscópica, por meio de uma equação adaptada de Parker et al. (1972) e presente em François (1987); Yeung e Pelton (1996); e Li et al. (2007) que relaciona a taxa de cisalhamento hidrodinâmica aplicada e o tamanho dos flocos resultantes, correlacionando assim as dimensões do floco com a sua respectiva resistência para uma determinada taxa de cisalhamento.

$$l = CG^{-\gamma} \quad \text{equação (1)}$$

Onde: *l* é uma dimensão conhecida do floco (μm), *C* é a constante multiplicativa de ajuste ($\mu\text{m/s}$), *G* corresponde à taxa de cisalhamento hidrodinâmico (s^{-1}), e γ é o coeficiente potência.

A partir da Equação 1 é possível perceber que quanto maior o valor de γ , mais propenso o floco está de se romper sob a crescente taxa de cisalhamento em agregados de menor diâmetro l , sendo γ considerado um indicador de resistência do floco (JARVIS et al. 2005). Porém, segundo Gregory (2003) se compararmos diferentes flocos em uma determinada taxa de cisalhamento, o tamanho do floco pode indicar a resistência do mesmo. Com base nesse conceito, foi utilizado nesse estudo o fator de resistência, visando estudar a eficiência de formação e a capacidade de recuperação dos flocos pós quebra, ou seja, a capacidade de recrescimento dos agregados. Esse parâmetro foi utilizado por Li et al. (2007); Jarvis et al. (2005); François (1987), e é calculado através do sinal obtido a partir do equipamento PDA antes e no momento da quebra. É importante salientar que valores altos do fator de resistência indicam flocos que suportam maiores taxas de cisalhamento.

Para possibilitar a análise das características descritas acima é possível utilizar um equipamento que auxilia no monitoramento da amostra é o *photometric dispersion analyzer* (PDA3000), o qual teve seus princípios previamente discutidos por Gregory & Nelson (1984) e Gregory (1985) e suas aplicações para o monitoramento da floculação descritas por Brown et al. (1985) e Gregory & Nelson (1986). Esse equipamento utiliza a intensidade de um estreito feixe de luz transmitida através de uma suspensão fluindo, e a monitora por um fotodetector sensível, obtendo como resultado uma medida da intensidade média de luz transmitida e dependente da turbidez da suspensão e das variações aleatórias provenientes da composição da amostra submetida ao feixe de luz. Em estudos realizados por Moruzzi, De Júlio e Oliveira (2015), pode-se concluir que o sinal gerado pelo equipamento corresponde às variações de tamanho de flocos, e pode vir a ser empregado para acompanhamento do desempenho da floculação em sistemas contínuos.

Apesar de o método de monitoramento de agregados ser adequado ao cumprimento dos objetivos do estudo, o monitoramento pode sofrer interferências de causas externas, o que leva a distorções dos resultados durante o processo de análise dos dados. Essas interferências que os dados brutos podem sofrer são chamadas de ruídos, os ruídos levam a erros podendo comprometer a análise dos resultados. A magnitude do ruído frente ao conjunto de dados e ao resultado esperado pode ser atenuada utilizando um filtro de suavização de sinal chamado Savitzky-Golay, que foi aplicado com auxílio do Software *The Unscrambler*. O objetivo da aplicação do filtro é de minimização de ruído através da suavização do sinal analítico do tamanho dos agregados formados sem distorcer a amostragem. Este filtro é utilizado para suavizar os dados no domínio do tempo e torna visíveis as larguras e alturas relativas ao sinal analisado, preservando as características inerentes dos dados, através do método matemático de análise polinomial de mínimos quadrados, determinando criteriosamente a ordem polinomial (*OP*) e o número de dados adjacentes (ou número de vizinhos - *NV*) igualmente espaçados a partir de uma análise prévia dos dados brutos (SAVITZKY e GOLAY, 1964).

Para a escolha de *NV* e *OP* a ser utilizada na suavização dos dados Savitzky e Golay (1964) explica que esta é uma função da curva experimental inicial e deve ser analisado para cada caso, sendo que a distorção mínima ocorrerá quando o polinômio descrever com precisão os dados analíticos e se desviará à medida que o polinômio se afaste da curva verdadeira. Os melhores resultados são obtidos quanto maior for o número de dados iniciais e menor o *NV*, sendo este, pequeno o suficiente para que não mais do que uma inflexão nos dados observados seja incluída em qualquer intervalo dos dados.

OBJETIVO

Este resumo tem como objetivo avaliar a aplicação do filtro Savitzky-Golay no que diz respeito ao efeito da ordem polinomial e do número de dados adjacentes, nos fatores de força e recrescimento de agregados formados durante o processo de floculação.

MATERIAIS E MÉTODOS

FLOCULAÇÃO E RUPTURA CONTROLADA DOS FLOCOS

Inicialmente foi preparada uma água de estudo contendo cor verdadeira, para a obtenção de cor, 0,62 g de Ácido Húmico liofilizado (Aldrich) foram misturados com 1 L de água e agitados durante 3 horas em um agitador magnético. Em seguida, a mistura foi adicionada em um galão de 20 L contendo água deionizada. Após isso, a água de estudo foi levada ao *Jar Test* e dosada com 315 mg/L de solução de Sulfato de Alumínio, 2 mg/L de solução de amido de milho e 40 mg/L de solução de Hidróxido de Sódio. As concentrações das soluções foram 46,7 g/L, 2g/L e 3 g/L, respectivamente.

O gradiente de velocidade médio durante a mistura rápida foi de 800 s^{-1} durante 10 segundos, enquanto os gradientes de floculação (G_f) investigados foram de 20 s^{-1} , 40 s^{-1} , 60 s^{-1} e 80 s^{-1} . Os ensaios de floculação duraram 25 minutos, e em seguida iniciaram-se os ensaios de ruptura controlada dos flocos a 800 s^{-1} pelo tempo de 10 s, em que posteriormente retornava-se ao G_f original, a fim de promover o recrescimento dos flocos durante 10 minutos.

PDA

O monitoramento foi realizado obtendo-se o sinal emitido pelo equipamento PDA. Foi realizado primeiramente uma análise em branco utilizando apenas água desmineralizada para verificação do sinal gerado e obtenção de possível erro gerado na obtenção do sinal voltaico. O aparato experimental consistiu em uma bomba peristáltica para recalque com vazão de 2,5 L/h acoplado a uma célula de leitura do PDA de 3mm. Os dados foram retirados durante 1 minuto com intervalos de 5 em 5 minutos ao longo dos ensaios.

Filtro Savitzky-Golay

Para melhor eficiência na análise dos dados gerados foi aplicado filtro de suavização de sinal Savitzky-Golay com auxílio do Software *The Unscrambler* com o objetivo de minimização de ruído. Após a eliminação de

possíveis dados de bolhas de ar, foi aplicado ao conjunto de dados (458 para cada G_f) a OP de 1 a 4, com NV simétricos de 1 a 15.

Fator de Força (FF) e Fator de Recrescimento (FR).

Diversos pesquisadores como Li *et. al* (2006); Jarvis *et. al* (2005); Francois (1987) compararam a ruptura relativa e recrescimento dos flocos em diferentes sistemas, que podem ser calculados pelas equações de fator de força (FF) e fator de recrescimento (FR), respectivamente apresentadas a seguir pelas Equações (2) e (3).

$$FF = (IF_2/IF_1).100\% \quad \text{equação (2)}$$

$$FR = [(IF_3 - IF_2) / (IF_1 - IF_2)] 100\% \quad \text{equação (3)}$$

Onde: IF_1 é o tamanho do floco da fase estável antes de quebra; IF_2 é o tamanho do floco após o período de quebra, e; IF_3 é o tamanho do floco após o recrescimento. Todos os valores de IF foram obtidos a partir do índice de floculação obtido pelo equipamento PDA no qual seu valor representa o tamanho do floco formado.

Do conjunto de dados, para o cálculo do IF_1 foi considerado os dados 1 a 290 e para o IF_3 dados de 321 a 458. Os cálculos foram realizados com valores médios e máximos. Para encontrar o valor de IF_2 , este foi avaliado de forma individual, para cada curva um valor pontual.

RESULTADOS OBTIDOS

Foram geradas 4 curvas com os resultados originais do PDA obtidos para mesma concentração de Ácido Húmico e com 4 diferente valores de G_f como pode ser visualizado na Figura 1.

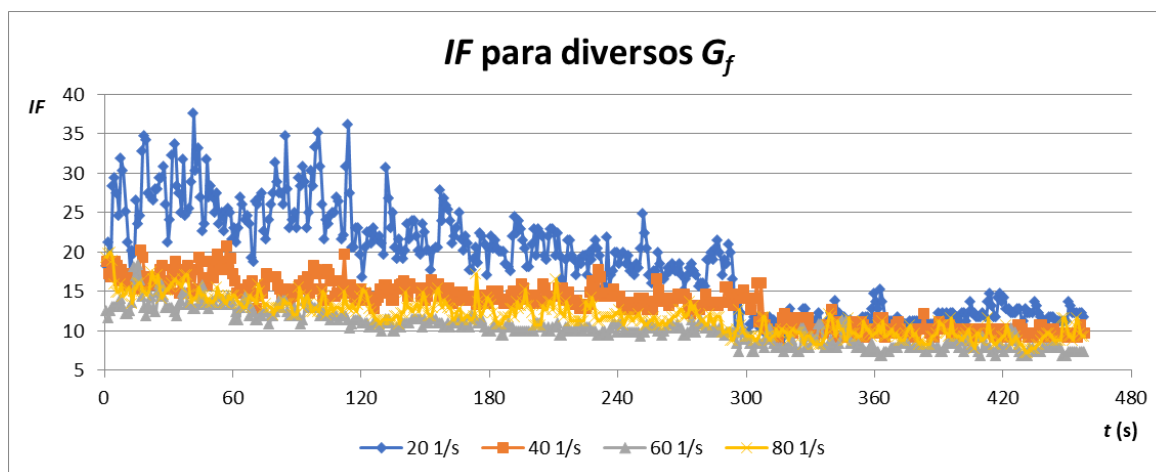


Figura 1 - Resultados de IF do ensaio de floculação, quebra e recrescimento.

A cada 60 segundos de leitura tem um intervalo de 5 minutos (tempo de floculação sem leitura) totalizando 25 minutos iniciais de floculação; no tempo de 300 s – Figura 1 – apresenta uma queda nos valores de IF e demonstra a ruptura abrupta realizada nos flocos formados decorrente da ação de agitação rápida por um curto período de tempo; após isto é retomado o G_f anterior e ocorre o recrescimento dos flocos em patamar inferior ao inicial.

Após a obtenção dos dados de IF estes foram tratados com a aplicação do filtro Savitzky-Golay com variação de OP de 1 a 4, como pode ser visualizado a título de exemplo na Figura 2, para o G_f de 20 s^{-1} com NV de 2 para o tempo restrito de 60 segundo com a finalidade de observação de diferenciação das curvas por OP . Observa-se uma redução dos picos originais gerados sem que ocorra distorção dos dados originais no decorrer do tempo. A curva referente a $OP2$ está abaixo da $OP3$ e a $OP4$ está muito próxima aos dados originais, sendo a $OP1$ a que resultou em maior suavização dos dados originais.

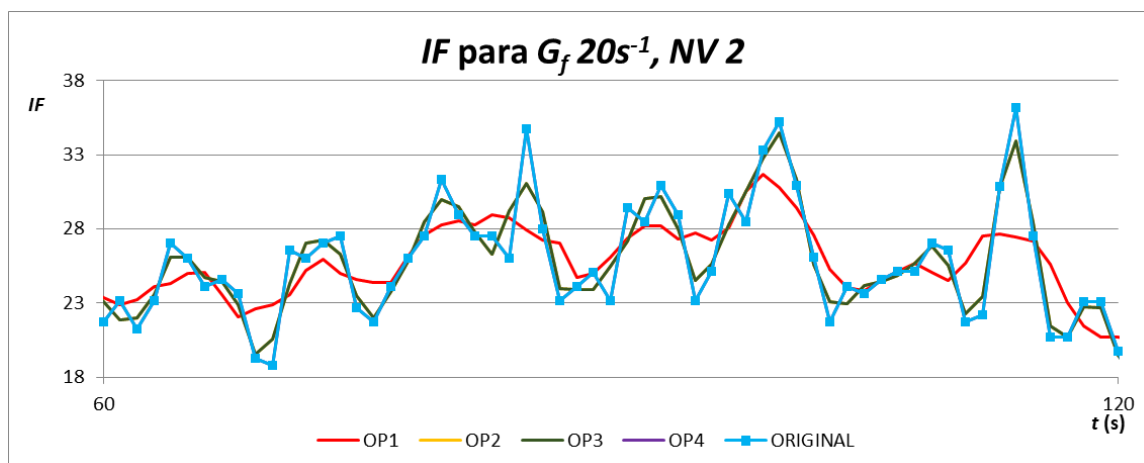


Figura 2 - Resultados de IF tratados pelo filtro Savitzky-Golay.

Como última etapa deste trabalho foi realizado o cálculo de FF e FR , conforme Equação 2 e 3 para todos os G_f considerando valor médio e máximo de IF_1 e IF_3 e valor pontual de IF_2 para OP de 1 a 4 e NV de 1 a 15. Observa-se nas Figuras 3 e 4 que quanto maior o NV considerado no equacionamento maior é o distanciamento do valor das curvas originais (representadas em NV 0). Observa-se também que a adoção de valores médios e máximos tem influência decisiva nos resultados, para todos os gráficos de FF as curvas considerando o valor médio estão na porção superior e considerando o valor máximo na porção inferior do gráfico, para o FR a ordem é inversa à anterior, as curvas considerando o valor máximo estão na parte superior e considerando o valor médio está na parte inferior do gráfico.

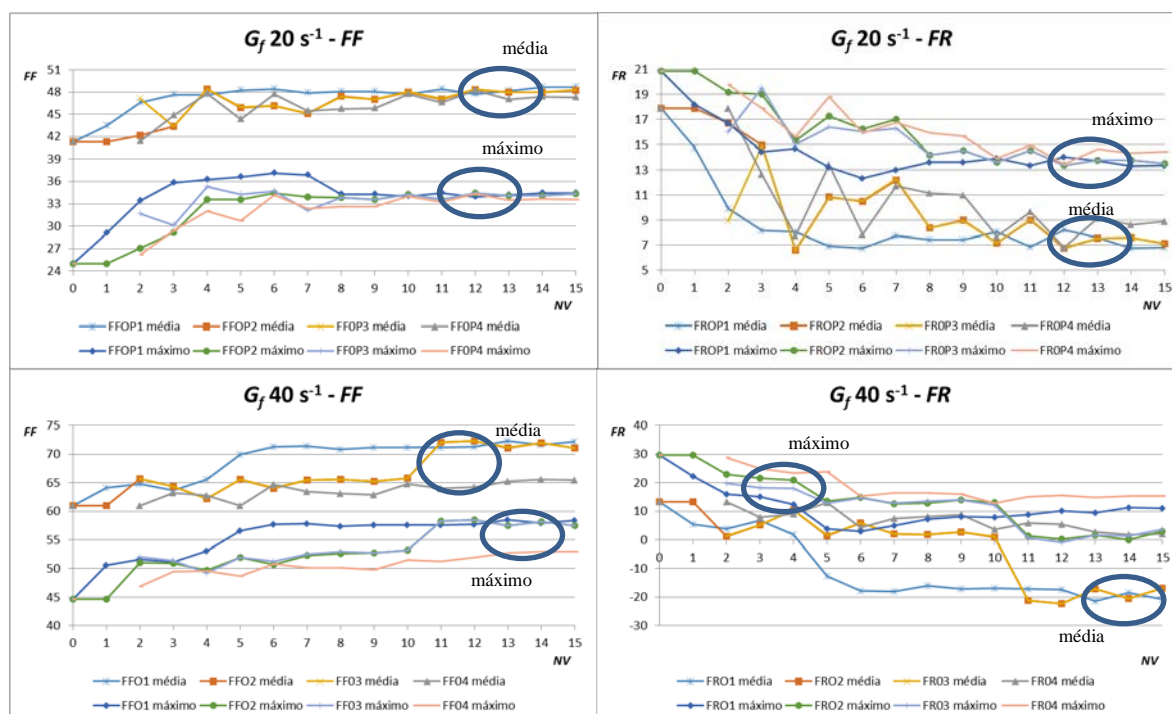


Figura 3 – Fator de Força (FF) e Fator de Recrescimento (FR) dos agregados para gradiente médio de velocidade de floculação de 20 s^{-1} e 40 s^{-1} .

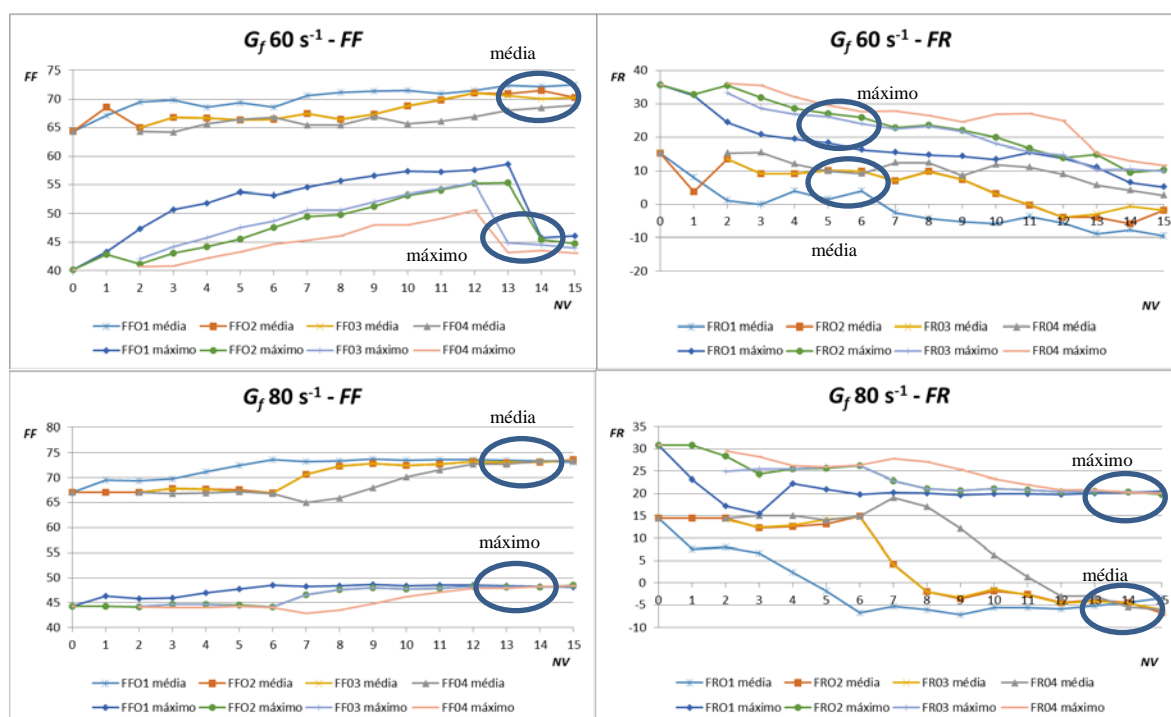


Figura 4 – Fator de Força (FF) e Fator de Recrescimento (FR) dos agregados para gradiente médio de velocidade de floculação de 60 s⁻¹ e 80 s⁻¹.

CONCLUSÕES e RECOMENDAÇÕES

Conclui-se que a aplicação do filtro Savitzky-Golay de fato suaviza os ruídos dos dados experimentais gerados, porém, na utilização dos dados tratados com o filtro para a obtenção de Fator de Força e Fator de Recrescimento dos flocos recomenda-se cautela, principalmente na escolha dos parâmetros a serem utilizados de número de vizinhos e ordem polinomial; a influência nos resultados principalmente quanto ao tamanho pontual do floco logo após a quebra (IF_2) é muito grande e pode mudar o resultado final de forma abrupta e não real.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BOLLER, M.; BLASER, S. Particles under stress. *Water Sci. Technol.* 37 (10), p. 9–29, 1998.
- BROWN, G.M.; GREGORY, J.; JACKSON, P.J.; NELSON, D.W.; TOMLINSON, E.J. An on-line monitor for flocculation control. In: *Instrumentation and Control of Water and Wastewater Treatment and Transport Systems* (Edited by Drake R. A. R.), Pergamon Press, Oxford, p.239-245, 1985.
- FRANCOIS, S. B. Strength of aluminum hydroxide flocs. *Water Res.* 21, 1023–1030, 1987.
- GREGORY, J.; CHUNG, H. Continuous monitoring of floc properties in stirred suspensions. *J. Water SRT – Aqua*, Blackwell Science Ltd, v.44, n.3, p.125-131, 1995.
- GREGORY, J.; NELSON, D.W. A new optical method for flocculation monitoring. In: J. Gregory (Ed.), *Solid-Liquid Separation*, Ellis Horwood, Chichester, p. 172-182, 1984.
- GREGORY, J.; NELSON, D.W. Monitoring of aggregates in flowing suspensions. *Colloids and Surfaces*, 18, p.175-188, 1986.
- GREGORY, J. Turbidity fluctuations in flowing suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science*, v.105, n.2, p.357-371, June, 1985.
- JARVIS, P., Jefferson, B., Gregory, J. O. H. N., & Parsons, S. A. A review of floc strength and breakage. *Water Res.* 39, 3121–3137, 2005.
- JARVIS P.; JEFFERSON B.; PARSONS, S. A. Breakage, Regrowth, and Fractal Nature of Natural Organic Matter Flocs. *Environ. Sci. Technol.*, no. 39, p. 2307-2314, 2005.
- LI, T.; ZHU, Z.; WANG, D.; YAO, C; TANG, H. The strength and fractal dimension characteristics of alum-kaolin flocs. *International Journal Of Mineral Processing*, Beijing, Pr China, v. 82, n. 1, p.23-29, 2007.

11. MORUZZI, R. B. Avaliação da Influência da Distribuição de Tamanho de Partículas e do Binômio Velocidade/Tempo de Detenção na Zona de Reação no Desempenho da Flotação com Utilização de Sonda Ultrasônica e Técnica de Análise por Imagem. Tese de doutorado apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos: EESC – USP. 240p, 2005.
12. MORUZZI, Rodrigo Braga; OLIVEIRA, André Luiz de; JULIO, Marcelo de. Equipamento de Monitoramento Contínuo da Floculação (EMCF): experimentação, correlação e calibração. Revista DAE, n. 200, p. 25–36, 2015.
13. PARKER, D.S., Kaufman, W.J., Jenkins, D., Floc breakup in turbulent flocculation processes. J. Sanit. Eng. Div.: Proc. Am. Soc. Civ. Eng. SA1, 79–99, 1972.
14. SAVITZKY, A.; GOLAY, M. E. J. Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures. The Perkin-Elmer Corp., Norwalk, Connecticut. V.36, n. 8, p. 1627-1639, jul. 1964.
15. YEUNG, A.K.; PELTON, R. Micromechanics: a new approach to studying the strength and breakup of flocs, Journal of Colloid and Interface Science, no. 184, p. 579–585, 1996.
16. YEUNG, A.K.; GIBBS, A.; PELTON, R.P. Effect of shear on the strength of polymer-induced flocs. J. Colloid Interface Sci. 196, 113–115, 1997.