



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia e Desenvolvimento Regional - CTDR
Departamento de Tecnologia Sucrialcooleira-DTS



TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**CLARIFICAÇÃO DO CALDO DE CANA DE AÇÚCAR
POR AQUECIMENTO E FOSFATAÇÃO AUXILIADO POR
CALEAÇÃO E CENTRIFUGAÇÃO CONTÍNUA**

Tiályson André Feitosa Rodrigues

**Orientadora: Prof^a. Dr^a. Erika
Adriana de Santana Gomes**

Novembro de 2017



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia e Desenvolvimento Regional - CTDR
Departamento de Tecnologia Sucroalcooleira – DTS



CLARIFICAÇÃO DO CALDO DE CANA DE AÇÚCAR POR AQUECIMENTO E FOSFATAÇÃO AUXILIADO POR CALEAÇÃO E CENTRIFUGAÇÃO CONTÍNUA

Tiályson André Feitosa Rodrigues

Trabalho de Conclusão do Curso de Tecnologia em Produção Sucroalcooleira no Centro de Tecnologia e Desenvolvimento Regional da Universidade Federal da Paraíba, como requisito para a Graduação de Tecnologia em Produção Sucroalcooleira.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Erika Adriana de Santana Gomes

Novembro de 2017

R696c Rodrigues, Tiályson André Feitosa.

Clarificação do caldo de cana de açúcar por aquecimento e fosfatação auxiliado por caleação e centrifugação contínua. [recurso eletrônico] / Tiályson André Feitosa Rodrigues. – 2017.

33 p.: il.: color. + CD.

Sistema requerido: Adobe Acrobat Reader.

Orientador: Prof. Dra. Erika Adriana de Santana Gomes.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação – Tecnologia em Produção Sucoalcooleira) – CTR/UEPB.

1. Caldo de cana de açúcar. 2. Centrifugação. 3. Tratamento. I. Gomes, Erika Adriana de Santana. II. Universidade Federal da Paraíba. III. Centro de Tecnologia e Desenvolvimento Regional. IV. Título.

CDU: 664(043)

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

TIÁLYSON ANDRÉ FEITOSA RODRIGUES

CLARIFICAÇÃO DO CALDO DE CANA DE AÇÚCAR POR AQUECIMENTO E FOSFATAÇÃO AUXILIADO POR CALEAÇÃO E CENTRIFUGAÇÃO CONTÍNUA

TCC aprovado em 21/11/17 como requisito para a conclusão do curso de tecnologia em produção sucroalcooleira da Universidade Federal da Paraíba.

BANCA EXAMINADORA:



Profª. Drª Erika Adriana Santana Gomes - (UFPB - Orientadora)



Profª. Drª Solange Maria de Vasconcelos - (UFPB - Membro Interno)



Profª. Drª. Pablo Nogueira Teles Moreira - (UFPB - Membro interno)

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus por ter me dado forças para superar todas as dificuldades.

Agradeço a toda a minha família por estarem sempre ao meu lado.

Agradeço em especial a minha mãe e meu pai por sempre estarem me dando força e motivação, a minha namorada Laryssa que sempre esteve ao meu lado e ao meu irmão Tarcísio por me ajudar e apoiar.

A todos os professores que fizeram parte dessa jornada, com agradecimento especial a Prof. Dr^a. Erika Santana, minha orientadora, com o seu esforço e dedicação para aperfeiçoamento do trabalho e desenvolvimento do meu conhecimento.

A Usina Monte Alegre por fornecer todos os caldos utilizados nos experimentos.

A todos os técnicos dos laboratórios do CTDR e meus amigos e colegas de curso, em especial Luan por estarmos sempre juntos, ajudando uns aos outros e por todos os momentos que convivemos.

Muito obrigado a todos!

RESUMO

A qualidade e o rendimento do açúcar produzido são influenciadas pela matéria-prima e pela administração das etapas operacionais. O tratamento do caldo tem como principal objetivo eliminar as partículas grosseiras (bagacilhos, areia) que aumentam os desgastes dos equipamentos e incrustações, reduzindo a produtividade. Na etapa de clarificação inicialmente são utilizados aditivos químicos com posterior aquecimento o qual favorece a decantação, necessitando de controle efetivo para que as impurezas sejam removidas efetivamente e não influencie as etapas sub sequentes. Este trabalho avaliou a clarificação do caldo de cana-de-açúcar por: caleação, adição de ácido fosfórico em diferentes concentrações, aquecimento e centrifugação contínua, através dos parâmetros físico-químicos. Foram realizadas análises de: pH, °Brix, turbidez, condutividade e cor ICUMSA. A clarificação foi realizada seguindo um planejamento experimental 2^2 , cujas variáveis independentes estudadas foram: concentração de ácido fosfórico (0 – 300 ppm) e temperatura (75 – 105 °C). As respostas avaliadas foram os percentuais de redução de cor e de turbidez. Utilizou-se o Software (STATISTIC 7.0) para avaliar os efeitos das variáveis independentes (temperatura e concentração do ácido fosfórico e dependentes (cor ICUMSA e turbidez). Foram feitas as estimativas dos efeitos para redução de cor e turbidez. A partir das estimativas dos efeitos definindo um modelo estatístico, passando por análise de variância (ANOVA). Os resultados das análises físico-químicas que indicaram as melhores condições operacionais que causaram maior redução de cor foi o ponto 5 (90°C e 150 ppm de ácido fosfórico) e pra redução de turbidez foi o ponto 2 (75° e 300 ppm). Na análise estatística as variáveis (concentração de ácido e temperatura) não apresentaram significância estatística sobre a redução de cor. Em relação ao percentual de redução de turbidez, o modelo obtido foi significativo, sendo comprovado após a análise de variância (ANOVA). Foi possível concluir que o modelo se ajusta bem aos dados experimentais quanto a redução da turbidez, ou seja, ao nível de confiança de 95%.

Palavras chaves: Caleação, caldo de cana, centrifugação, clarificação, tratamento do caldo

ABSTRACT

The quality and yield of the sugar produced are influenced by the raw material and administration of the operational steps. The main treatment of the broth is to eliminate the coarse particles (bagacilhos, sand) that increase the wear of the equipment and incrustations, reducing the productivity. In the clarification stage, chemical additives are used with subsequent heating which favors decantation, necessitating effective control so that the impurities are effectively removed and do not influence the subsequent steps. This work evaluated the clarification of the sugarcane juice by: calcination, addition of phosphoric acid in different concentrations, heating and continuous centrifugation, through the physico-chemical parameters. Analyzes of: pH, ° Brix, turbidity, conductivity and ICUMSA color were carried out. The clarification was performed following an experimental design 22, whose independent variables studied were: concentration of phosphoric acid (0 - 300 ppm) and temperature (75 - 105 °C). The evaluated responses were the percentages of color reduction and turbidity. In order to evaluate the effects of the independent variables (temperature and concentration of phosphoric acid and dependents (ICUMSA color and turbidity), the effects of color and turbidity were estimated. (ANOVA). The results of the physico-chemical analyzes that indicated the best operational conditions that caused the greatest reduction of color were point 5 (90 ° C and 150 ppm of phosphoric acid) and for the reduction of turbidity was the point 2 (75 ° and 300 ppm) .The statistical analysis of the variables (acid concentration and temperature) did not present statistical significance on the reduction of color. was significant, and it was verified after analysis of variance (ANOVA). It was possible to conclude that the model fits well to the experimental data regarding re turbidity, ie at the 95% confidence level.

Key words: Caleação, cane juice, centrifugation, clarification, juice treatment.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fluxograma simplificado do tratamento do caldo convencional	15
Figura 2: Esquema de centrífuga utilizada na separação sólido líquido.....	20
Figura 3: Diagrama de Pareto para a redução de turbidez do caldo de cana tratado	30
Figura 4: Superfície de resposta para a redução de turbidez (%)	31
Figura 5: Curva de contorno para a redução de turbidez (%).....	32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Níveis das variáveis independentes o tratamento do caldo por centrifugação.....	19
Tabela 2Matriz do planejamento experimental 2 ²	19
Tabela 3 Análises físico-químicas do caldo bruto.	25
Tabela 4: Análises físico-químicas do caldo com pH corrigido, adicionado de ácido fosfórico, aquecido e centrifugado.	25
Tabela 5: Estimativas dos efeitos para a redução de cor (%) no caldo de cana submetido aos tratamento utilizados.	26
Tabela 6: Estimativa dos efeitos para a redução de turbidez (%) no caldo de cana de açúcar submetido aos tratamentos.....	27
Tabela 7: Coeficientes de regressão para a redução de turbidez (%) no caldo de cana de açúcar submetido à tratamento	28
Tabela 8: Avaliação ANOVA para a resposta redução de turbidez (%).	29

SUMÁRIO

1.0 INTRODUÇÃO	11
1.1 Objetivo Geral	12
1.1.1 Objetivos Específicos.....	12
2.0 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	13
2.1 Tratamento do Caldo de Cana	14
2.2 Centrifugação Contínua	16
2.3 Planejamento experimental.....	16
3.0 MATERIAIS E MÉTODOS.....	18
3.1 Caldo de cana	18
3.2 Planejamento experimental 2 ²	18
3.3 Metodologia da centrifugação	19
3.4 Análises físico-químicas.....	21
3.4.1 °Brix	21
3.4.2 pH	21
3.4.3 Turbidez.....	22
3.4.4 Cor ICUMSA	22
3.4.5 Condutividade	23
4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	24
4.1 Parâmetros da Centrífuga Contínua	24
4.2 Análises físico-químicas do caldo de cana	24
4.3 Análise estatística do planejamento experimental para Redução da cor	26
4.4 Análise estatística do planejamento experimental para redução de Turbidez (%)	26
5.0 CONCLUSÃO.....	33
6.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	34

1.0 INTRODUÇÃO

O processo de fabricação de açúcar visa o preparo adequado da matéria-prima a qual consiste na limpeza eficiente, extração do caldo de cana, tratamento adequado, concentração, formação dos cristais (cozimento), cristalização, centrifugação e secagem (MACHADO, 2012).

O tratamento do caldo é uma das etapas mais importantes da fabricação do açúcar, possuindo etapas químicas e físicas. Inicialmente são utilizados os aditivos químicos com posterior aquecimento, favorecendo a decantação, entretanto, é necessário o maior controle dos insumos utilizados, afim de não ultrapassar os limites quantitativos e qualitativos, os quais comprometem os custos e o produto final. De acordo com o procedimento utilizado nessa etapa se define o tipo de açúcar produzido, mais claro ou mais escuro (HUGOT, 1977).

O tratamento do caldo se divide em várias etapas: peneiramento, dosagem de polímeros/ ácido fosfórico, sulfitação/ ozonização/ carbonatação/ bicarbonatação, calagem e decantação (PAYNE, 1989).

A etapa de tratamento do caldo tem como principal objetivo eliminar as partículas grosseiras (bagacilhos, areia) que aumentam os desgastes dos equipamentos e incrustações, reduzindo a produtividade, preservando os a sacarose. O caldo pode passar pelo processo de sulfitação que inibirá reações que causam formação de cor, diminuindo a viscosidade do caldo e melhorando as operações de evaporação e cozimento (EMBRAPA).

A qualidade do açúcar produzido está associada diretamente ao processo de clarificação do caldo, uma vez o tratamento não eficaz, produz um açúcar de menor qualidade, com presença de cor mais intensa, impurezas e pontos pretos (ENGENHO NOVO, 2008).

Na maioria das usinas do Brasil a clarificação é realizada através da queima do enxofre, o qual produz o gás sulfuroso no processo de sulfitação, o qual é muito questionado por normas de segurança e questões ambientais, pois pode formar gás sulfúrico e posteriormente o ácido sulfúrico que é o principal responsável pelas chuvas ácidas (HAMERSKI, 2009). Portanto a tendência é que esse processo seja substituído por outros, como por exemplo, ozonização, carbonatação ou bicarbonatação.

Nas indústrias de alimentos é comum nos depararmos com processos q exigem a separação de um ou mais componentes sendo líquido/ líquido ou sólido/ líquido, sendo elas através da centrifugação. A centrifugação é um processo mecânico que tem função de separar ou clarificar uma mistura, a partir de diferentes densidades de seus componentes. Este processo será utilizado no desenvolver desse estudo, visando clarificar ou axiliar o caldo de cana de açúcar.

O trabalho aborda o tratamento do caldo de cana, utilizado para produção de açúcar em usinas de açúcar, visando uma clarificação rápida e eficiente pronta para produção de açúcar.

1.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como avaliar a clarificação do caldo por: caleação,adição de ácido fosfórico, aquecimento e centrifugação contínua.

1.1.1 Objetivos Específicos

- Avaliar o tratamento do caldo de cana com: ácido fosfórico (ppm), leite de cal (10%) e temperatura (°C).
- Avaliar a interferência da centrifugação contínua no caldo de cana tratado química e termicamente.
- Realizar análises físico-químicas do caldo “in natura” e do clarificado, adotando parâmetros: pH, Brix, turbidez, Cor ICUMSA, condutividade.
- Aplicar o planejamento experimental nos dados físico-químicos do caldo de cana para avaliar a interferência no tratamento utilizado.
- Avaliar estatisticamente os dados do planejamento fatorial, utilizando o STATISTICA 7.0.

2.0 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

De acordo com a CONAB (2010) a cana-de-açúcar (*Saccharum spp.*) é uma das maiores e mais antigas culturas agrícolas exploradas no Brasil, que tem importância muito grande para o país (WAACK e NEVES, 1998)

A produção brasileira de açúcar tem o seu início a partir da extração do caldo de cana (*Sacharum officinarum*), cujo processo industrial se baseia em moer, tratar, filtrar, e ferver o caldo para, em seguida, ocorre a centrifugação do açúcar produzido separando-o do melaço e definindo o seu tipo de acordo com os insumos químicos utilizados (OLÍMPIO, 2014)

O caldo de cana é um líquido opaco de cor amarela esverdeado com uma composição química complexa e variável, composto por proteínas, açúcares, gomas, ceras, silicato coloidal, materiais corantes entre outros (PAYNE, 1989; OITICICA *et al.*, 1975)

A cor do caldo de cana é um dos fatores importantes para a qualidade do produto final, a sua origem é derivada por vários compostos (fenólicos, antocianinas, flavonoides, melanoidinas, melaninas) provenientes da matéria-prima ou são decorrentes da degradação alcalina da frutose (FERNANDES *et al.*, 1999). Além da presença desses compostos o desenvolvimento da cor está relacionado à maturação, variedade, solo, compostos orgânicos e inorgânicos, encontrados no colmo e na casca da cana-de-açúcar (GODSHALI e LEGRENDE, 1988).

As composições químicas dos produtos derivados da cana de açúcar são muito variáveis, em função das condições climáticas, das propriedades físicas, químicas e microbiológicas do solo, tipo de cultivo, da variedade, do estágio de maturação e da idade, bem como de muitos outros fatores.

Outros fatores que afetam a qualidade da matéria prima incluem a contaminação microbiana; a concentração de amido na cana; ocorrência de pragas e doenças; teores de palhiço e ácido aconítico; acidez, produzida pela ação de micro-organismos; concentração de dextrana, composto formado por bactérias, e associada, portanto, à deterioração da cana (RIPOLI; RIPOLI, 2004).

De acordo com Alcarde (2011, *apud* VALE e SANCHES, 2014), para que se possa atingir elevados níveis de comercialização, o setor sucroalcooleiro

deverá envolver importantes etapas no seu processo que objetiva qualidade do seu produto, sendo uma das mais importantes a clarificação do caldo que envolve o tratamento sem esquecer-se das demais como abastecimento da indústria com matéria-prima, gerenciamento dos insumos, resíduos, subprodutos e armazenamento. O emprego das etapas devem ser executadas com técnicas eficientes de gerenciamento e sempre inovando dentro do seu contexto atual.

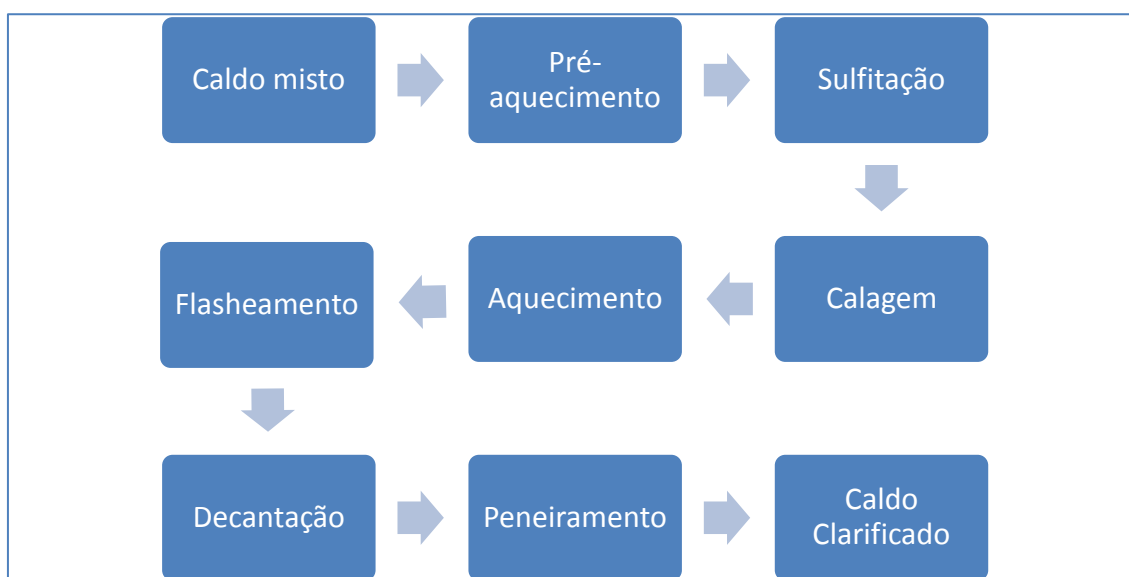
2.1 Tratamento do Caldo de Cana

Mesmo com os avanços tecnológicos no cenário sucroenergético atual ainda é necessário que os aperfeiçoamentos científicos ocorram e sejam aplicados operacionalmente. Alguns resultados já podem ser observados, como o aumento da produção e a melhoria na qualidade do açúcar, através de estudos com variedades de cana diferentes, sendo necessária a interligação da produção com o melhoramento genético das variedades, irrigação e a aplicação de novas tecnologias de tratamento o caldo (CANA-DE-AÇÚCAR, 2012).

Na grande maioria das usinas que produzem açúcar branco utilizam a sulfitação como método de tratamento do caldo, que utiliza o enxofre como insumo responsável da clarificação. A utilização desse método tem provocado vários danos ao ser humano e ao meio ambiente.

A Figura 1 ilustra as etapas do processo de tratamento do caldo utilizando a sulfitação onde o enxofre sólido é queimado, formando o óxido de enxofre o qual reagem com o caldo na torre de sulfitação em contra corrente, formando o sulfato de cálcio o qual decanta arrastando as impurezas e as substâncias corantes. O aquecimento do caldo é fundamental para a coagulação das impurezas. Após o peneiramento é obtido o caldo clarificado.

Figura 1: Fluxograma simplificado do tratamento do caldo convencional



Fonte: Autor, 2017

O aumento do consumo do açúcar branco isento de resíduos de enxofre é uma realidade do mercado mundial, devido a busca cada vez maior por produtos alimentícios saudáveis, isentos de agrotóxicos, resíduos tóxicos de fabricação e conservantes (ARAUJO, 2007).

No sentido de melhorar o tratamento do caldo estão sendo usadas e avaliadas novas técnicas, como por exemplo: carbonatação, bicarbonatação, ozonização entre outros.

No processo de bicarbonatação, sua decomposição é de bicarbonato de cálcio $[\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2]$ em aquecimento com o carbonato de cálcio, que irá reagir com o dióxido de carbono, formando mais carbonato de cálcio, proporcionando limpidez e redução da cor.

No método de carbonatação o caldo é aquecido, tratado com leite de cal e depois com CO_2 , utilizando um pH ideal igual a 9,0 que envolve a precipitação do CaCO_3 , englobando as matérias coloidais e as gomas, proporcionando um complemento da clarificação.

Já no processo de ozonização utiliza-se um sistema multijato e o gás ozônio juntamente com um catalisador eletrolítico na reação, onde o gás oxigênio tem suas moléculas clivadas quando submetidas a uma descarga elétrica de alta tensão.

2.2 Centrifugação Contínua

A centrifugação é uma operação unitária aplicada na separação de duas fases de uma solução através da força centrífuga em movimento de rotação, sendo capaz de separar partículas em suspensão num líquido (CREMASCO, 2012).

Na sedimentação as partículas são separadas de um fluido por ação da força gravitacional. A separação gravitacional pode ser muito lenta devido a vários fatores: tamanho pequeno das partículas, densidades próximas da partícula e do fluido, forças associativas que mantêm componentes ligados (como nas emulsões). O uso da força centrífuga aumenta muitas vezes a força que atua sobre o centro de gravidade das partículas, facilitando a separação e diminuindo o tempo de residência no equipamento (GEANKOPLIS, 2003).

O objetivo da centrifugação é separar partículas que não são facilmente separadas por decantação sendo muito utilizado na indústria alimentícia. Um exemplo é a separação do fermento no processo de produção do álcool e da cachaça e da massa cozida na fabricação de açúcar, entre outros (CREMASCO, 2012)

As centrífugas se classificam de acordo com a aplicabilidade e as características do material a ser separado, tais como: centrífugas de tambor (utilizada para clarificação de líquidos como, por exemplo, óleo isento de água); centrífuga de prato ou disco (É projetada para separação sólido/líquido, ou duas fases líquidas em base contínua); centrífuga horizontal decantadora (efetua cortes afiados dos sólidos em suspensão e pode ser usada para processar materiais com tamanho entre 1 - 50 microns); centrífuga tubular; centrífuga de parafuso com tela perfurada (Neste tipo de centrífuga, podem ser separados sólidos com diâmetro até 50 microns de diâmetro ou maiores.); centrífuga Pusher filtrante (Esta centrífuga, opera com um tamanho de partículas média de 200 microns).

2.3 Planejamento experimental

O planejamento experimental é uma ferramenta, baseada em fundamentos estatísticos, muito utilizado na otimização de processos, servindo

para avaliar ou formular os experimentos dentro das especificações desejadas. A vantagem é que reduz o número de experimentos, com melhor qualidade de informações nos resultados; é possível detectar erro experimental e avaliá-lo e otimizar mais de uma resposta ao mesmo tempo (RODRIGUES 2005). E caso se confirme a significância dos efeitos sobre as respostas os resultados obtidos passarão por uma análise de variância (ANOVA), pelo teste F.

Hamerski, (2011), utilizou o planejamento experimental para avaliar a clarificação do caldo de cana-de-açúcar por carbonatação, onde foram analisados os parâmetros de: pH, turbidez, cinzas condutiméticas, acidez, °Brix, % açúcares redutores totais, sacarose, amido, fosfato inorgânico, cor ICUMSA e os dados obtidos foram submetidos a análise de variância, pelo teste F, comparado com as médias das análises pelo teste de *Tukey* em nível de 5% de probabilidade ($p < 0,05$). Onde p é a probabilidade de se obter um teste igual ou mais extremo que aquela observada em uma amostra, sob a hipótese nula, ou seja, a hipótese que está sendo testada. Para avaliar a interação entre os dados obtidos e o nível de associação foi utilizado o software (STATISTICA 7.0), relacionando os dados com o coeficiente de correlação de Pearson (r). Foi possível observar nos resultados que entre os parâmetros analisados apenas dois apresentaram influência significativa, o teor de dureza e cinzas condutimétricas dos caldos clarificados.

Lima, (2012), trabalhou com o planejamento experimental para avaliar o processo de clarificação do caldo de cana-de-açúcar aplicando elétrons acelerados, onde foram analisados: pH, °Brix, açúcar redutores, açúcar redutores totais, acidez total, cor ICUMSA, compostos fenólicos, flavonoides e os dados obtidos foram representados em blocos e avaliados pelo teste de *Tukey* ($p < 0,05$). Foi utilizado o pacote estatístico SAS (*Statistical Analysis System*) versão 9.0. Os resultados mostraram algumas alterações significativas ($p < 0,05$) para os parâmetros de pH, °Brix e acidez, mas que não comprometeram as características do caldo, mantendo o propósito de redução de cor ICUMSA do caldo de cana-de-açúcar em aproximadamente 49% de redução quando a dose de irradiação com feixe elétrons aplicada foi máxima (20 kGy) e cerca de 30% para amostras com irradiação gama.

3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho foi desenvolvido nos laboratórios de Processos e Operações Unitárias e de Tecnologia Sucroalcooleiro do Curso de Tecnologia em Produção Sucroalcooleiro, situados no Centro de Tecnologia e Desenvolvimento Regional da UFPB.

3.1 Caldo de cana

Os caldos analisados foram extraído na Usina Monte Alegre sendo caldos do primeiro terno de moagem. Foi utilizado 1,0 L de caldo para cada experimento.

Inicialmente o caldo foi filtrado em filtro tela de polietileno em seguida foi acrescido de ácido fosfórico em diferentes concentrações de acordo com o planejamento experimental e caleado com solução de cal (10%), corrigindo-se o pH de 7,0 a 7,2. Após as etapas de tratamento químico foi realizado o aquecimento de acordo com os dados do planejamento experimental (Tabela 2) e por fim o caldo foi centrifugado.

3.2 Planejamento experimental 2²

O estudo de clarificação teve como objetivo determinar as melhores condições do processo, que apresentassem uma maior redução de cor e turbidez após o tratamento do caldo. Para tal foi aplicada a técnica do planejamento experimental linear 2², com três pontos centrais, totalizando 7 experimentos. As variáveis independentes foram (temperatura e concentração do ácido fosfórico) e as dependentes (cor e turbidez). Foi utilizado um software (STATISTICA 7.0) na análise estatística.

As Tabelas 1 e 2 mostram a matriz e as variáveis utilizadas no tratamento do caldo por centrifugação.

Tabela 1: Níveis das variáveis independentes o tratamento do caldo por centrifugação

VARIÁVEIS	(-1)	0	(+1)
Temperatura (°C)	75,0	90,0	105
Ácido fosfórico (ppm)	0,0	150	300

Tabela 2 Matriz do planejamento experimental 2²

EXPERIMENTO	Temperatura (°C)	Ácido fosfórico (ppm)	VARIÁVEIS	
1	75	0	(-1)	(-1)
2	75	300	(-1)	(+1)
3	105	0	(+1)	(-1)
4	105	300	(+1)	(+1)
5	90	150	0	0
6	90	150	0	0
7	90	150	0	0

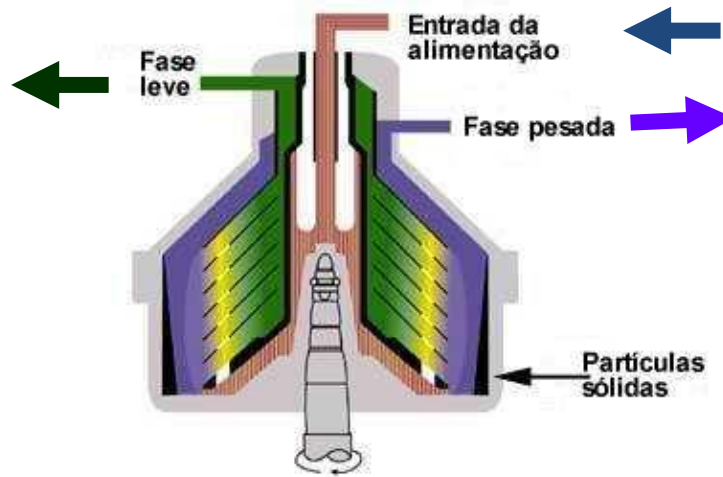
Nas análises dos resultados foi utilizado o programa STATISTICA 7.0.

3.3 Metodologia da centrifugação

As centrífugas aplicam a força centrífuga relativa e uma força de aceleração perpendicular ao eixo fixo para separar as partículas de uma solução.

Após os processos de caleação, adição do ácido fosfórico e aquecimento o caldo foi alimentado pela parte superior da centrífuga (Marca: West, modelo: aberta), capacidade de 50L/ h, gravidade de 9 g, 1.375 rpm, sendo removido na lateral superior o caldo tratado e o resíduo lateral inferior. A Figura 2 ilustra o esquema de funcionamento da centrífuga contínua utilizada nos experimento.

Figura 2: Esquema de centrífuga utilizada na separação sólido líquido.



Fonte: GEANKOPLIS, 2003.

A relação entre as unidades é determinada pela Equação (1):

$$\text{Força } G = 1,12 \cdot r \cdot \left(\frac{\text{RPM}}{1.000}\right)^2 \quad (1)$$

Onde: r é o raio do rotor medido em milímetros (42,5 mm).

Força G = 9 (força centrífuga relativa medida em gravidade G)

A força gravitacional em uma partícula é quantificada aplicando-se a Equação (2).

$$F_g = m \cdot g \quad (2)$$

Onde: m: massa da partícula (g)

g: aceleração da gravidade (m/s^2)

A força centrífuga é quantificada a partir da Equação 3:

$$F_c = m \cdot r \cdot w^2 \quad (3)$$

Onde: m: massa da partícula (g)

r: raio da partícula (m)

w: velocidade angular (rad/s^2)

Considerando que a massa é submetida ao mesmo tempo às duas forças tem-se que a relação entre as forças centrífuga e gravitacional e

convertendo a velocidade angular para rotações por minutos (rpm), conforme a Equação (4) a qual foi simplificada na Equação (5):

$$\frac{F_c}{F_g} = \frac{mr\omega^2}{mg} = \frac{r\omega^2}{g} = \frac{r}{g} \cdot \left[\frac{2\pi N}{60} \right]^2 \quad (4)$$

$$\frac{F_c}{F_g} = 0.001118 \cdot r \cdot N^2 \quad (5)$$

Onde: N: rotações por minuto (rpm)

3.4 Análises físico-químicas

Para analisar a influência do tratamento no caldo da cana por: caleação, aquecimento, adição de ácido fósfórico e centrifugação, foram realizadas análises físico-químicas sob os parâmetros: Brix, pH, turbidez, cor ICUMSA e condutividade antes do tratamento e logo após a centrifugação, utilizando metodologias específicas da área sucroalcooleira (CALDAS, 2012). Os resultados foram considerados como variáveis de respostas do planejamento

3.4.1 °Brix

Para determinação da percentagem de sólidos dissolvidos em solução, expressa em graus °Brix, por refratometria, foi utilizado 50mL da amostra filtrada. Do volume da amostra foram adicionadas algumas gotas nos prismas do refratômetro devidamente limpos e realizou-se a leitura.

3.4.2 pH

A determinação da concentração de íons H⁺ foi realizada pelo método potenciométrico. Foi realizada a aferição do equipamento, o eletrodo foi lavado com água destilada, e imerso na amostra em temperatura ambiente. Esperou-se um determinado tempo até que os números do visor se estabilizassem e o valor do pH foi anotado.

3.4.3 Turbidez

A medida da turbidez fornece uma ideia da eficiência da separação do material insolúvel e coloidal presente no caldo de cana-de-açúcar. A turbidez de uma solução tem por definição a redução da transparência devido à presença de material em suspensão. (CALDAS, 2005).

Para a determinação da turbidez a solução foi deixada em repouso por 5 minutos para eliminação das bolhas. A amostra foi colocada na célula de leitura do turbidímetro e procedeu-se a leitura.

3.4.4 Cor ICUMSA

Na determinação da cor pelo método de cor ICUMSA, foi preparada uma solução 100 mL de caldo com 5°Brix. Em seguida a amostra foi filtrada em membrana 0,45 de abertura. O pH da solução foi ajustado para 7,0 com uma solução de ácido clorídrico ou hidróxido de sódio. Por fim realizou-se a leitura da cor no espectrofotômetro. A cor foi quantificada utilizando a Equação (6).

$$cor\ ICUMSA = \frac{(1000 \times A)}{(C)Bx} \quad (6)$$

Onde: A = absorvância da solução medida 420 nm

B = espessura da cubeta em cm (1,0 cm)

C = concentração do filtrado em g/ mL em função do °Brix

Obs:

$$C_{g/mL} = \text{°Brix da solução (5°Brix)} \cdot \text{densidade aparente (tabelada} \sim 1,017) / 100 \quad (7)$$

A densidade aparente é a massa específica em g/mL encontrada a partir do °Brix da solução de acordo com a Tabela 4, p.699 (CALDAS, 2012).

3.4.5 Condutividade

Para determinação de condutividade, inicialmente foi realizada a aferição do equipamento. O eletrodo foi lavado com água destilada, seco, imerso na amostra e esperou-se até que os números no visor estabilizassem.

Os cálculos para determinação das cinzas condutimétricas foi quantificada a partir da Equação 8:

$$cz(\%m/v) = (16,2 + 0,36.D) \cdot 10^4 \cdot c.f.k \quad (8)$$

Onde: D: Massa de amostra utilizada em grama por 100 mL

C: C1-C2

C1: Condutividade em $\mu\text{S} / \text{cm}$ à 20 o C da solução;

C2: Condutividade em $\mu\text{S} / \text{cm}$ à 20 o C da água destilada;

f: Fator de diluição da solução = 5/ S;

S: Peso da amostra em gramas;

K: Constante da célula de condutividade (cm^{-1});

Em seguida os valores obtidos foram elevados a 10^6 para a conversão em ppm.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Parâmetros da Centrífuga Contínua

Aplicando-se a Equação (1) foi determinado com quantas rotações por minutos a centrífuga opera, resultando em 434,8 rpm. Em seguida, avaliando a Equação (4) foi possível determinar que a separação das partículas do caldo tratado dependeram da massa da partícula, pois o raio e o N (rpm) são constantes. O valor obtido para a relação das forças centrífuga e gravitacional que atuaram na separação a partir da Equação (5) foi de aproximadamente 8.983. Este valor será utilizado como referência para testes futuros, pois serão aplicados polímeros, visando agregar massa extra às partículas suspensas do caldo, aumentando a massa da partícula e conseqüentemente otimizando a clarificação do caldo provocada pela sua sedimentação. Nesse caso, para que ocorra a centrifugação a 434,8 rpm, as partículas deverão ter no mínimo uma densidade 8.983 vezes maior que a densidade do caldo clarificado.

4.2 Análises físico-químicas do caldo de cana

A Tabela 3 apresenta os resultados das análises físico-químicas do caldo de cana bruto antes de ser submetido a cada condição de tratamento, conforme planejamento experimental fatorial 2^2 a partir das variáveis dependentes e independentes definidas em experimentos e na literatura (Hameski, 2009).

Tabela 3 Análises físico-químicas do caldo bruto.

Experimento	Antes do Tratamento				
	pH	°Brix	Turbidez (NTU)	Cor ICUMSA	Condutividade (mS)
1	4,30	14,0	568	23.079,40	3,31
2	4,30	14,0	568	23.079,40	3,31
3	4,28	13,9	568	23.647,50	3,63
4	4,28	13,9	568	23.647,50	3,63
5	4,65	13,0	568	23.957,50	3,50
6	4,65	13,0	568	23.957,50	3,50
7	4,65	13,0	568	23.957,50	3,50

A Tabela 4 apresenta os resultados das análises físico-químicas do caldo de cana após: caleação (CaO 10%) até pH próximo de 7,0, adição de ácido fosfórico nas proporções do planejamento experimental e a centrifugação.

Tabela 4: Análises físico-químicas do caldo com pH corrigido, adicionado de ácido fosfórico, aquecido e centrifugado.

Exp.	T (°C)	H ₂ PO ₄		Turbidez (NTU)	Cor ICUMSA	Cond. (mS)	Red. cor (%)	Red. Turbidez (%)	
		(ppm)	pH						
1	75	0	6,98	13,9	474	22.469,70	3,92	2,64	16,55
2	75	300	7,02	13,8	227	19.538,90	4,01	15,34	60,04
3	105	0	6,80	13,5	535	22.509,47	3,94	4,81	5,81
4	105	300	7,00	13,9	529	22.175,45	2,91	6,22	6,87
5	90	150	6,90	13,8	462	18.823,70	3,35	21,43	18,66
6	90	150	7,00	13,6	478	19.767,80	3,35	17,49	15,85
7	90	150	6,90	13,6	466	19.079,40	3,35	20,36	17,96

Os resultados das análises físico-químicas do caldo de cana tratado e centrifugado foram analisados e indicaram que as melhores condições operacionais que causaram maior redução de turbidez nesse caso foi o ponto 2, e para redução de cor foi o ponto 5 (Tabela 4). Entretanto, visando otimizar a interpretação desses dados bem como avaliar a interação entre esses experimentos foi aplicado o programa STATISTICA 7.0.

4.3 Análise estatística do planejamento experimental para Redução da cor

Os resultados físico-químicos obtidos experimentalmente foram analisados no programa STATITICA 7.0 e as estimativas dos efeitos para a redução de cor (%) no caldo de cana submetido aos tratamento de: caleção, ácido fosfórico e centrifugação estão apresentadas na Tabela (5).

Tabela 5: Estimativas dos efeitos para a redução de cor (%) no caldo de cana submetido aos tratamento utilizados.

	Efeito	Desvio padrão	P	Limite de Confiança (- 95%)	Limite de Confiança (95%)
Média	12,61	0,77	0,003709	9,30	15,93
X ₁	7,06	2,04	0,074270	-1,71	15,83
X ₂	-3,47	2,04	0,230553	-12,24	5,30
X ₁ . X ₂	-5,64	2,04	0,109447	-14,41	3,13

Onde:

X₁: concentração de ácido fosfórico, X₂: temperatura.

p: probabilidade de significância.

Avaliando os dados da Tabela 5 foi possível observar que nenhum dos fatores nem a interação entre eles apresentaram significância estatística ($p < 0,05$ - estatisticamente significativo a 95% de confiança), para a faixa estudada.

4.4 Análise estatística do planejamento experimental para redução de Turbidez (%)

Os resultados físico-químicos obtidos experimentalmente também foram analisados no programa STATITICA 7.0 quanto à redução de turbidez e as estimativas dos efeitos estão apresentadas na Tabela (6).

Tabela 6: Estimativa dos efeitos para a redução de turbidez (%) no caldo de cana de açúcar submetido aos tratamentos.

	Efeito	Desvio padrão	p	Limite de confiança (- 95%)	Limite de confiança (95%)
Média	20,25	0,55	0,000748	17,86	22,63
X ₁	22,27	1,47	0,004305	15,96	28,58
X ₂	-31,95	1,47	0,002098	-38,26	-25,65
X ₁ . X ₂	-21,21	1,47	0,004741	-27,52	-14,91

Onde: X₁: concentração de ácido fosfórico, X₂: temperatura.

p: probabilidade de significância

Avaliando os dados da Tabela 6 observa-se que as variáveis independentes (concentração de ácido fosfórico e temperatura), como a interação entre elas apresentaram significância estatística ao nível de ($p < 0,05$ a 95% de confiança), portanto, o tratamento de caleação a adição de ácido fosfórico e a centrifugação conseguiram reduzir a turbidez estatisticamente e operacionalmente, pois essa redução beneficia as etapas seguinte de produção de açúcar, acarretando em menos incrustações na evaporação e conseqüentemente uma maior transferência de calor.

Estatisticamente a concentração de ácido fosfórico, temperatura e a interação entre esses efeitos são significativos, ou seja, interferem positivamente na redução da turbidez do caldo de cana com a metodologia aplicada.

Após a verificação dos efeitos significativos sobre o percentual de redução de turbidez, com o objetivo de se obter o modelo codificado, foram analisados os coeficientes de regressão (Tabela 7).

Tabela 7: Coeficientes de regressão para a redução de turbidez (%) no caldo de cana de açúcar submetido à tratamento

	Efeito	Desvio padrão	p	Limite de confiança (- 95%)	Limite de confiança (95%)
Média	20,25	0,55	0,0007	17,86	22,63
X ₁	11,14	0,73	0,0043	7,98	14,29
X ₂	-15,98	0,73	0,0021	-19,13	-12,82
X ₁ . X ₂	-10,61	0,73	0,0047	-13,76	-7,45

X₁: concentração de ácido fosfórico, X₂: temperatura.

p < 0,05 (estatisticamente significativo a 95% de confiança)

O modelo codificado (Equação 9) que representa a redução de turbidez do caldo de cana foi gerado a partir da Tabela (7) dos coeficientes de regressão.

$$\text{Turbidez (\%)} = 20,25 + 11,14 X_1 - 15,98 X_2 - 10,61 X_1 X_2 \quad (9)$$

Uma das formas de avaliar a qualidade do ajuste do modelo é através do coeficiente de determinação ou de regressão (R²). Basicamente, este coeficiente indica quanto o modelo foi capaz de explicar os dados coletados, logo, quanto mais próximo a 100% melhor o ajuste.

A Tabela 8 apresenta a análise de variância (ANOVA) para a redução de turbidez. Como o coeficiente de correlação foi elevado (R²= 97,80%) e o valor de F calculado para a regressão apresentou um valor superior ao tabelado (F_{0,05;3; 3} = 9,28) é possível concluir que o modelo se ajusta bem aos dados experimentais, ou seja, o modelo é estatisticamente significativo ao nível de confiança de 95%, para a faixa estudada.

Tabela 8: Avaliação ANOVA para a resposta redução de turbidez (%).

	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média Quadrática	Teste F	R ² (%)
Regressão	1.967,14	3	655,71	44,47	97,80
Resíduo	44,24	3	14,75		
Falta de ajuste	39,94	1			
Erro puro	4,30	2			
Total	2.011,38	6			

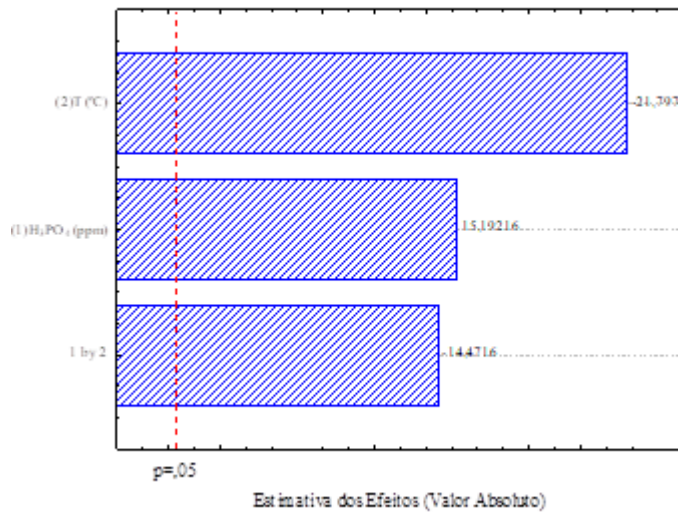
$$F_{0,05;3;3} = 9,28$$

Explicando a Tabela 8, temos a regressão que representa o ajuste ao modelo apresentado na Equação (9), o resíduo é equivalente a soma da falta de ajuste ao modelo e ao erro puro (devido aos pontos centrais) e o total da soma quadrática é equivalente a regressão mais o resíduo.

Os resultados da ANOVA indicam que os modelos lineares (método dos mínimos quadrados – R²) podem representar os dados de redução de turbidez. Ao comparar os percentuais de redução de turbidez na Tabela 6 com os resultados da ANOVA Tabela 8, observa-se concordância entre os resultados. Pois, os maiores percentuais de remoção de turbidez foram obtidos em tratamentos com 90°C, tanto a ANOVA quanto a estimativa dos efeitos, apresentaram como fator significativo, sobre a capacidade de remover a turbidez. Os resultados obtidos quanto a redução da turbidez do caldo de cana, com relação a temperatura, estão próximos aos utilizados por Hameski, (2009).

A Figura 3 apresenta a estimativa dos efeitos sobre a redução da turbidez no caldo tratado em forma do Diagrama de Pareto.

Figura 3: Diagrama de Pareto para a redução de turbidez do caldo de cana tratado

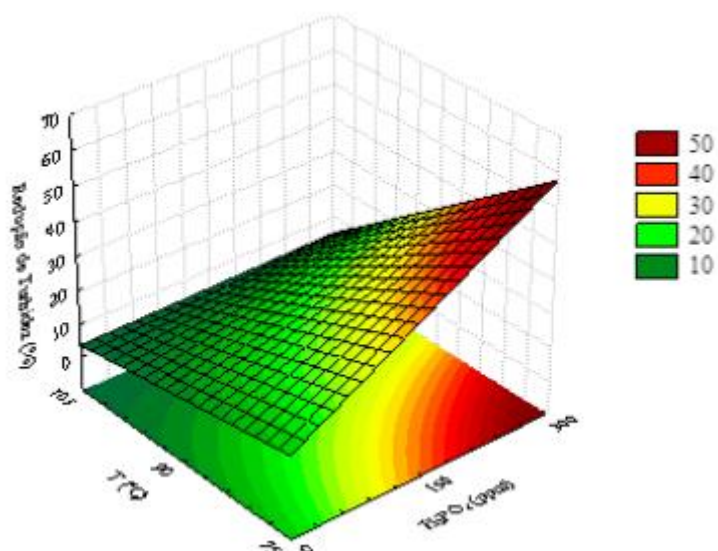


Fonte: Autor

Avaliando a Figura 3 podemos constatar que os efeitos cujos retângulos estão à direita da linha divisória ($p = 0,05$) são significativos ($p > 0,05$), logo, em modelos preditivos, estes efeitos devem ser inclusos. Os fatores significativos de temperatura e ácido fosfórico, obtidos a partir do gráfico de Pareto, coincidem com os apresentados na análise de variância. O fator que possui maior efeito significativo, sobre o percentual de redução da turbidez é a temperatura, atuando de forma a reduzir o percentual de turbidez, ou seja, tem um efeito negativo sobre o % de redução de turbidez. Podemos observar que a interação entre os fatores avaliados também foi representativa. A temperatura tem efeito positivo, pois, eleva a concentração do caldo e, conseqüentemente, contribui para a separação dos sólidos solúveis.

A Figura 4 ilustra o gráfico de superfície de resposta onde os efeitos de temperatura e adição de ácido fosfórico podem ser visualizados com relação a redução da turbidez.

Figura 4: Superfície de resposta para a redução de turbidez (%)

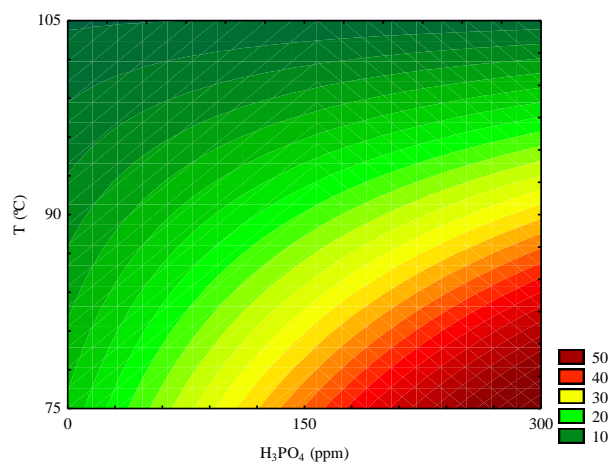


Fonte: Autor, 2017

A superfície de resposta para a remoção de turbidez (Figura 4), representa os efeitos da temperatura e ácido fosfórico, mostrando que quanto maior a concentração do ácido fosfórico maior a remoção de turbidez e que a temperatura não influenciou consideravelmente na resposta. O uso de temperaturas menores no tratamento do caldo beneficia o processo de produção de açúcar, pois o excesso de temperatura degrada a sacarose aumentando a cor do caldo e reduzindo o rendimento e a qualidade. Verifica-se que para conseguir a melhor remoção de turbidez temperaturas próximas a 90°C e elevadas concentrações de ácido fosfórico são necessários.

A Figura 4 apresenta graficamente as variáveis independentes (temperatura e concentração de ácido fosfórico) e a redução da turbidez (variável resposta), obtidas como uma superfície no espaço tridimensional. Fixando alguns valores de interesse para a variável resposta obtemos, no plano, curvas denominadas curvas de nível ou curvas de contorno (Figura 5).

Figura 5: Curva de contorno para a redução de turbidez (%).



Fonte: Autor, 2017

Avaliando a Figura 5 podemos observar que a maior influência na redução da turbidez está representada para a concentração máxima de ácido fosfórico (300ppm), correspondendo a coloração que apresenta maior valor numérico.

5.0 CONCLUSÃO

Experimentos e a literatura (Hameski, 2009) definiu as variáveis dependentes (turbidez e cor ICUMSA) e independentes (T (°C), concentração de ácido fosfórico);

A avaliação físico-química do caldo de cana por planejamento experimental indicou que as melhores condições do tratamento para a redução de cor (90°C, 150ppm) e de turbidez (75 °C, 300ppm);

O STATISTICA 7.0 indicou que a redução da cor não foi significativa estatisticamente e a redução da turbidez apresentou significância estatística ($p > 0,05$);

Foi possível gerar um modelo codificado para representar a redução de turbidez do caldo de cana a partir dos coeficientes de regressão.

O coeficiente de correlação ($R^2 = 97,80\%$) foi elevado, ($F_{\text{cal. Regressão}} = 44,47 > F_{0,05;3; 3} = 9,28$) é possível concluir que o modelo se ajusta bem aos dados experimentais.

6.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAUJO, F. A. D. Processo de clarificação do caldo de cana pelo método da bicarbonatação. Revista Ciências e Tecnologia, ano 1, n.1, julho-dezembro 2007.

CALDAS, C. Novo Manual para Laboratórios Sucroalcooleiros. Piracicaba - SP: STAB, 2012.

CREMASCO, M. A. Operações unitárias em sistemas particulados e fluido mecânicos. São Paulo: Blucher, 2012.

ENGENHO NOVO. Clarificação de xarope por flotação. TecEn Comercial: Rio de Janeiro, 2008a. 7p.

FERNANDES, A.C. Atualidades. STAB, v.17, n. 6, p. 34-35, 1999.

GODSHALL, A.M.; LEGRENDE, L.B. Phenolic content of maturing sugar cane. International Sugar Journal, v. 90, n. 1069, p. 16-19, 1988.

GEANKOPLIS, C. J. Transport Process and Separation Processes. Prentice-Hall, 2003.

HAMERSKI, F. Estudo de variáveis no processo de carbonatação do caldo de cana-de-açúcar. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

HUGOT, E. Manual de Engenharia Sucroalcooleira. São Paulo, v.1, 1977.

LIMA, R. B. Processo de clarificação de caldo de cana-de-açúcar aplicando elétrons acelerados. IPEN. Autarquia associada à universidade de São Paulo. São Paulo, 2012.

MACHADO, S.S. Tecnologia da fabricação do açúcar. Inhumas: IFG; Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria, 2012.

MANHANI, T. M.; CAMPOS, M. V. M.; DONATI, F. P. Sacarose, suas propriedades e os novos edulcorantes. Revista Unitária, v.17, n.1, julho 2014.

OITICA, J.E.R.; BRAS, L.M.J.; CORRERIA, M.M.M. Manual de técnicas laboratório e fabricação de açúcar de cana. Coleção canavieira, n. 18, Rio de Janeiro, 1975.

PAYNE, J.H. Operações unitárias na produção de açúcar de cana; tradução Florenal Zarpelon. São Paulo: Nobel S.A., 1989.

RIPOLI, T. C. C.; RIPOLI, M. L. C. Biomassa de cana-de-açúcar: colheita, energia e ambiente. Piracicaba: Barros & Marques Ed. Eletrônica, 2004. 302 p.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. Planejamento de experimentos e otimização de processos: uma estratégia sequencial de planejamentos. 1ª. Ed.. Campinas, SP :Casa do Pão Editora, 2005.

VALE, M.C.; SANCHES, J.U. Segurança e qualidade no processo industrial de açúcar. Faculdade de Tecnologia de Marília, SP, 2014.

<[https://www.infopedia.pt/\\$centrifugacao](https://www.infopedia.pt/$centrifugacao)>. Acesso em <18/10/2017>.

<<http://www.webartigos.com/artigos/seguranca-e-qualidade-no-processo-industrial-de-acucar/119302/>>. Acesso em <18/10/2017>.

<<http://www.ebah.com.br/content/ABAAe4jYAK/centrifuga#>>. Acesso em <11/09/2017>.