

I-085 - MONITORAMENTO DA FASE DE AGREGAÇÃO DE PARTÍCULAS NOS PROCESSOS DE FLOCULAÇÃO

Livia Savioli Manetta ⁽¹⁾

Engenheira Química (Faculdade Pitágoras), Mestre em Engenharia Civil e Ambiental pela Univ. Estadual Paulista, UNESP, Campus de Rio Claro, SP. Professora da Faculdade ESAMC Sorocaba. Doutoranda em Engenharia Civil e Ambiental na UNESP, Campus de Rio Claro, SP

Rodrigo 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⁾: Rua da Penha, 1181 – Centro – Sorocaba - SP - CEP: 18010-004 - Brasil - Tel: (15) 3332-9901 - e-mail: livia.savioli@yahoo.com.br

Endereço⁽²⁾: Av. 24, 1515 – Bela Vista – Rio Claro - SP - CEP: 13506-900 - Brasil - Tel: (19) 3526-9339 - e-mail: rmoruzzi@rc.unesp.br

RESUMO

Inserido no contexto dos processos de floculação este trabalho visa o monitoramento contínuo da formação de agregados com auxílio do equipamento PDA (*Photometric Dispersion Analyser*) atrelado à Análise Digital de Imagem para a caracterização dos agregados formados em dimensões de tamanho e forma com resultados em 2 dimensões (por exemplo a obtenção da área projetada da partícula). A intersecção dos resultados obtidos pelos dois métodos citados possibilitou verificar alta correlação entre o sinal emitido pelo equipamento PDA e o crescente diâmetro dos agregados formados nos primeiros instantes do processo de floculação, caracterizando assim a ocorrência da cinética de agregação de partículas de forma acentuada no início do processo de floculação.

PALAVRAS-CHAVE: Floculação, monitoramento, PDA, análise de imagem.

INTRODUÇÃO

Coagulação e floculação são processos necessários à remoção de impurezas. Segundo Gregory (2009) os processos de agregação de partículas (coagulação / floculação) são amplamente utilizados em muitas indústrias, incluindo fabricação de papel, processamento de minerais, tratamento de água potável e águas residuais, entre outros. A coagulação consiste na desestabilização das partículas e é realizada com adição de produtos químicos com o auxílio de agitação rápida. Na floculação, mediante o uso de agitação lenta, promove-se a agregação das partículas gerando flocos para posterior sedimentação. A eficiência de floculação pode ser estimada experimentalmente ou por modelos matemáticos, seu estudo tem grande importância, pois a formação do floco tem influência na eficiência final do sistema, tal como apresentado em Moruzzi *et al.* (2017^a).

Os sistemas de tratamento no Brasil, não possuem nenhum tipo de equipamento capaz de avaliar as características das partículas floculentas geradas de forma *on-line*, sendo que a aplicação de um monitoramento contínuo da geração de agregados possibilitaria um ganho de qualidade e eficiência nas unidades de floculação. O equipamento PDA destina-se a monitorar suspensões e emulsões fluidas, fornecendo uma indicação sensível de mudanças no estado de agregação e ruptura de uma suspensão e os princípios fundamentais desta técnica de monitoramento foram previamente discutidos por Gregory e Nelson (1986) e Gregory (1985) e suas aplicações para o monitoramento da floculação foram descritas por Brown *et al.* (1985), Gregory e Nelson (1986) e Moruzzi *et al.* (2015). Gregory (2009) afirma ser muito útil a utilização de métodos de monitoramento do processo de agregação, pois auxilia em vários fatores como: otimizar a dosagem de aditivos, medir a taxa de agregação, avaliar as propriedades dos agregados formados, como tamanho, densidade e resistência e em estudos fundamentais de agregação de partículas.

A técnica de análise digital de imagem proposta por Moruzzi e Reali (2007), Moruzzi *et al.* (2017^b) e Oliveira *et al.* (2015) atrelada à resultante gerada pelo equipamento PDA permite a caracterização dos agregados formados diretamente na etapa de floculação / agregação inicial das partículas possibilitando o aprimoramento da obtenção de eficiência de processos de separação sólido-líquido sem interferência da etapa de sedimentação

OBJETIVO

Este trabalho teve como objetivo principal verificar a correspondência entre sinal gerado pelo equipamento PDA (*Photometric Dispersion Analyser*) e por meio de técnica que utiliza análise digital de imagem, com foco na fase de agregação de partículas do processo de floculação.

METODOLOGIA

Os ensaios de monitoramento dinâmico e contínuo da etapa de floculação foram realizados em escala de laboratório com o uso do equipamento PDA conjugado à análise digital de imagem para a caracterização dos agregados formados no estágio inicial de agregação, visando relacionar o sinal transmitido pelo PDA às imagens geradas. Os procedimentos para preparação do material usado e métodos empregados são descritos nos itens subsequentes.

Suspensão de Caulinita e Soluções Estoque

Foi utilizada suspensão de caulinita adaptada dos estudos de Pádua (1994) e Yukselen e Gregory (2004). Para produção da suspensão de caulinita foi adicionado 40g de caulinita em 2L de água destilada, após o período de turbulência (2 horas com gradiente de velocidade de 1200 s^{-1}) e repouso de 12 horas a suspensão foi separada em duas porções. A primeira porção corresponde à porção sobrenadante da suspensão e a segunda corresponde à porção de fundo, a suspensão sobrenadante foi utilizada nos ensaios como solução bruta. A caracterização da distribuição de tamanho de partículas (DTP) da caulinita sólida é descrita em Moruzzi *et al.* (2017b) apresentando intervalo de tamanho de menor que $1 \mu\text{m}$ até mais de $100 \mu\text{m}$ de diâmetro. A DTP para a suspensão sobrenadante foi determinada com ensaio de aquisição de imagem.

Para os ensaios de floculação, a suspensão bruta foi diluída em água destilada para obtenção de suspensão com turbidez de 5, 10 e 15 ± 2 NTU e depois caracterizada a DTP temporal.

Preparada solução estoque de sulfato de alumínio hidratado ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$) a ser utilizado como coagulante na concentração de 10^{-3} g/l . Para a correção do pH foi utilizado solução de Hidróxido de Sódio 1N.

Monitoramento da Floculação

Os ensaios de coagulação / floculação foram realizados em equipamento *jar-test*. A dosagem de alumínio foi de 5 mg/l e pH 7,0. O gradiente de velocidade de coagulação (G_{rm}) foi de 1200 s^{-1} e o tempo de mistura rápida (T_{mr}) de 10 s, foi utilizado o gradiente de velocidade médio de floculação (G_f) no valor de 20, 30 e 40 s^{-1} , com tempo de floculação (T_f) de 1 minuto, pois, o objetivo deste estudo é visualizar o estágio inicial de agregação das partículas primárias.

Análise de Imagem e PDA

A aquisição das imagens dos flocos suspensos foi realizada conforme Moruzzi e Reali (2007) e Moruzzi *et al.* (2017) e a disposição experimental esquemática pode ser visualizada na Figura 1.

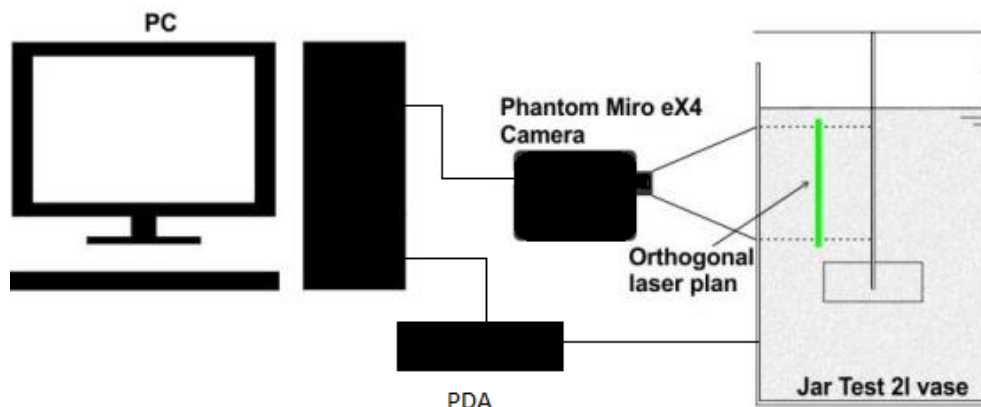


Figura 1: Aparato experimental para aquisição de imagens digitais. (adaptado de Moruzzi *et al.*, no prelo).

Foi utilizada a câmera *High-Speed Miro EX-4* com frequência de captura de 10 fps, resolução de imagem de 800x600 unidades de pixels e tempo de exposição de 800 μ s. Foi utilizado como fonte de iluminação a laser com comprimento de onda de 532 nm e 2000 mW de potência.

As imagens dos flocos foram obtidas a partir do momento inicial de agitação rápida até 1 minuto de floculação de forma contínua. O tratamento das imagens, a calibração e a obtenção das características dos agregados de interesse foram realizados com o auxílio do *software Image Pro-Plus 7.0*, descrito em Moruzzi (2015). Neste estudo, foi necessário aplicar um filtro de aprimoramento chamado *Rank* contido no *Software Image Pro-Plus* que elimina o ruído de impulso de uma imagem, este substitui o *pixel* central por um valor de *pixel* nominal quando a diferença de valor de cinza é maior que o valor de limiar.

Para o aparato experimental com sistema de leitura pelo PDA, visto na Figura 1, foi utilizada uma bomba peristáltica para recalque com vazão de 2,5 L/h e célula de leitura do PDA de 3 mm. Faz-se necessário observar e tomar medidas antecipadas para a não passagem de bolhas de ar pelo sensor do PDA, pois a presença de ar pode resultar em obtenção de picos não válidos e que não representam a ocorrência e a leitura de agregados.

RESULTADOS

Aquisição de imagem

Nas condições investigadas o tamanho do pixel da imagem foi de 8,6 μ m. Foi realizada a caracterização da DTP de partículas primárias da suspensão em todas as concentrações de estudo. Foi possível verificar que a quantidade de partículas aumenta conforme o aumento da turbidez, esta informação pode ser visualizada na Tabela 1, assim como na Figura 2 em que se observam distintas frações volumétricas (ϕ_f) para as concentrações diferentes (distintos valores de turbidez), a fração volumétrica é expressa por $\phi_f = (\pi d^3/6)n$, em que d é o diâmetro correspondente da partícula e n é o número de partículas neste diâmetro.

Tabela 1: Quantidade de partículas primária para as duas águas de estudo

| Solução bruta | 5 NTU | 10 NTU | 15 NTU |
|---------------|--------|--------|--------|
| Sobrenadante | 24.915 | 73.462 | 85.914 |

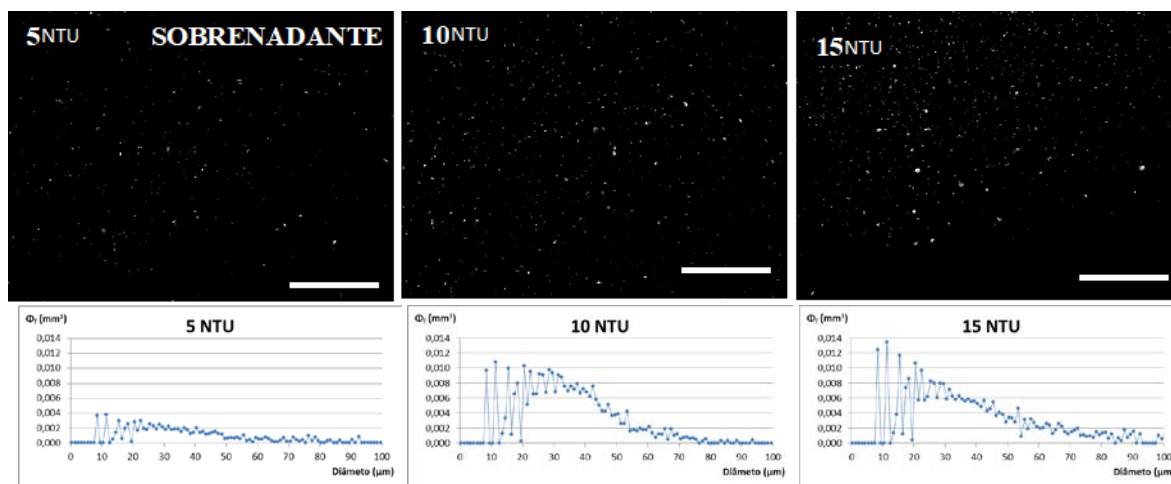


Figura 2: Imagem da suspensão de estudo sobrenadante para turbidez de 5, 10 e 15 NTU assim como gráfico de DTP em fração volumétrica (escala - 1mm).

Foi realizada a caracterização da DTP do primeiro minuto de ensaio de coagulação / floculação contabilizando um total de 600 imagens para cada concentração de estudo e em cada G_f estudado, totalizando 5400 imagens. Crittender (2005) descreve que a DTP pode ser definida com base em número, massa, diâmetro, área de superfície ou volume da partícula e a distribuição de frequência do número de partículas $F(d)$ pode ser expressa como a concentração numérica de partículas dN , em relação à mudança incremental no tamanho da partícula $d(dp)$, representada pela Equação $F(d_p)=dN/d(d_p)$.

Foi necessária uma análise rigorosa nos segundos iniciais com a finalidade de exclusão dos dados gerados a partir da leitura de bolhas de ar, sendo assim, os dados tratados a partir da análise de imagem contemplam apenas dados respectivos às partículas primárias e agregados formados.

Foram obtidos os valores dos diâmetros equivalentes médios para cada segundo do tempo delimitado, os diâmetros referentes ao geométrico, aritmético, área e perímetro foram calculados, os diâmetros médios equivalentes aos diâmetros máximo e mínimo foram obtidos diretamente dos dados gerados pelo *software Image Pro-Plus* e pode ser visualizado na Figura 3 para a água de estudo sobrenadante, turbidez de 5, 10 e 15 NTU nas 3 condições de G_f estudadas. Nos segundos iniciais de análise não foi possível fazer a verificação de diâmetro das partículas através da análise de imagem pela interferência das bolhas de ar geradas pela etapa de mistura rápida necessária para a coagulação, por este motivo as partículas só começam a ser contabilizadas em média após 10 segundos. Observa-se na Figura 3 que para os segundos iniciais o valor do diâmetro encontrado apenas responde com aumento de tamanho.

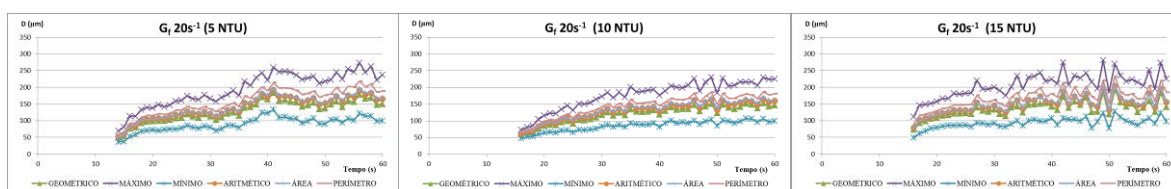


Figura 3: Diâmetro equivalente médio (geométrico, aritmético, área, perímetro, máximo e mínimo) para solução sobrenadante com turbidez inicial de 5, 10 e 15 NTU e G_f de 20 s⁻¹.

PDA

Os dados gerados a partir do uso do equipamento PDA, representados por *FI* (Flocculation Index) foram tratados com a finalidade de extração dos dados referentes à passagem de bolhas de ar pelo leitor do equipamento, estes dados foram caracterizados por leituras de pico da ordem de grandeza média de 10 vezes superior do que o valor de leitura sem a passagem das bolhas de ar. Para a confirmação deste fato foi observado experimentalmente a formação do pico decorrente da passagem de bolhas de ar e também foram realizados testes prévios com a água bruta (para cada valor de turbidez estudada) para verificação do padrão de leitura das partículas primárias e para a determinação do início da leitura decorrente do início dos ensaios de

coagulação / floculação. O sinal FI obtido pela leitura do equipamento PDA e o mesmo com aplicação de um filtro de suavização de sinal, o filtro Savitzky-Golay (FSG), está apresentado a seguir na Figura 4. A título de exemplo para o G_f de 20 s^{-1} apresentado na Figura 4A com os picos resultantes da passagem de bolhas pelo leitor do equipamento PDA e na Figura 4B também para o G_f de 20 s^{-1} apresentado o mesmo conjunto de dados, porém, sem os picos gerados pela passagem de bolhas de ar pelo leitor. Nota-se que as bolhas de ar causam grande interferência no sinal gerado pelo equipamento devendo assim ser excluídas do conjunto de dados para posterior análise.

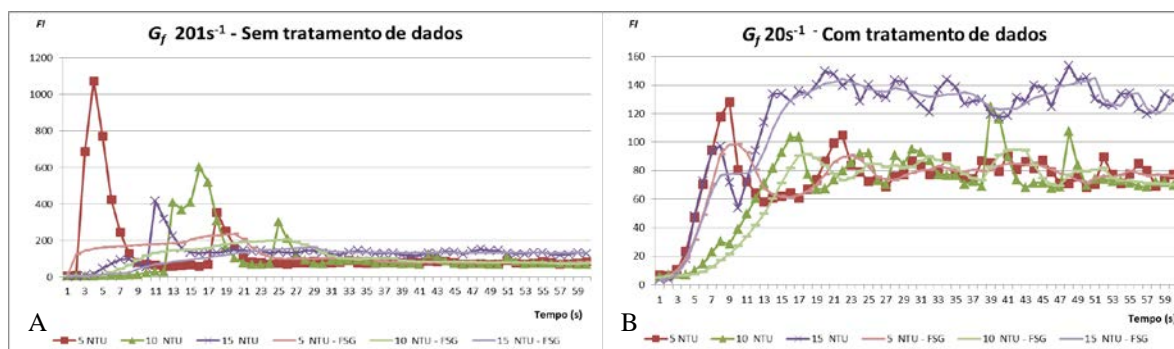


Figura 4: Valores de FI para o G_f de 20 s^{-1} com valores de turbidez de 5, 10 e 15 NTU com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay (FSG). (A) com picos gerados pela passagem de bolhas de ar e (B) sem picos gerados pela passagem de bolhas de ar no sistema PDA.

Conforme pode ser observada na Figura 4B, a curva obtida pelo sinal de FI responde em um padrão e podem ser dividida em 2 etapas distintas conforme seu comportamento, apresentado na Tabela 3, explicita o comportamento dos agregados conforme a evolução do processo de floculação. Na etapa 1 se inicia o processo de agitação rápida da etapa de coagulação e também o início do processo de floculação, nesta fase há o aumento do sinal de FI de forma contínua, também ocorre apenas o aumento do diâmetro das partículas pela ação da agregação inicial (esta afirmação pode ser confirmada na Figura 5), na etapa 2 ocorre a estabilização da curva de FI em um certo patamar que varia conforme a turbidez da água de estudo e conforme o G_f aplicado, nesta etapa, que também pode ser visualizado na Figura 5, o diâmetro obtido começa a variar caracterizando o início da ação da ruptura e agregação simultânea dos agregados.

Tabela 3: Descrição das etapas encontradas nas curvas de FI

| | |
|--------------------------------------|--|
| 1. Forte ação da agregação | |
| 2. Ocorrência de agregação e ruptura | |

Correlação entre PDA e Análise de Imagem

Foi realizada análise de correlação entre os diâmetros equivalentes obtidos e o sinal de FI gerado pelo PDA referentes à ocorrência na fase 1, descrita acima, e conforme apresentado na Tabela 4 pode ser verificado alta compatibilidade/correlação entre o crescimento do sinal FI e o crescimento do diâmetro dos agregados nesta etapa inicial aplicado aos dados gerados pelo G_f de 20, 30 e 40 s^{-1} nas 3 concentrações estudadas. As Figuras 5, 6 e 7 apresentam graficamente a DTP monitorada no processo de floculação e o resultado obtido pelo equipamento PDA, respectivamente para os G_f de 20, 30 e 40 s^{-1} , com indicação da fase 1 explicitada acima. Observa-se que no tempo em que ocorre a fase 1 ocorre apenas o aumento de diâmetro dos agregados indicando forte ação de agregação entre as partículas primárias, ocorrendo após o tempo em que permanece na fase 1, a variação do diâmetro dos agregados indicando a ocorrência de agregação e ruptura dos agregados.

Tabela 4: Correlação entre o sinal FI gerado pelo PDA e o diâmetro dos agregados na etapa inicial de forte ação da agregação das partículas

| DIAMETRO EQUIVALENTE | G_f 20 s ⁻¹ | | | G_f 30 s ⁻¹ | | | G_f 40 s ⁻¹ | | |
|----------------------|--------------------------|--------|--------|--------------------------|--------|--------|--------------------------|--------|--------|
| | 5 NTU | 10 NTU | 15 NTU | 5 NTU | 10 NTU | 15 NTU | 5 NTU | 10 NTU | 15 NTU |
| GEOMETRICO | 0,95 | 0,98 | 0,93 | 0,91 | 0,86 | 0,99 | 0,83 | 0,99 | 0,98 |
| MÁXIMO | 0,94 | 0,97 | 0,87 | 0,95 | 0,79 | 0,99 | 0,87 | 0,99 | 0,97 |
| MÍNIMO | 0,88 | 0,98 | 0,95 | 0,87 | 0,85 | 0,98 | 0,84 | 0,99 | 0,99 |
| MÉDIO | 0,96 | 0,97 | 0,92 | 0,93 | 0,86 | 0,99 | 0,86 | 0,99 | 0,97 |
| ÁREA | 0,97 | 0,97 | 0,93 | 0,93 | 0,87 | 0,99 | 0,82 | 0,99 | 0,98 |
| PERÍMETRO | 0,96 | 0,97 | 0,90 | 0,95 | 0,85 | 0,99 | 0,83 | 0,99 | 0,98 |

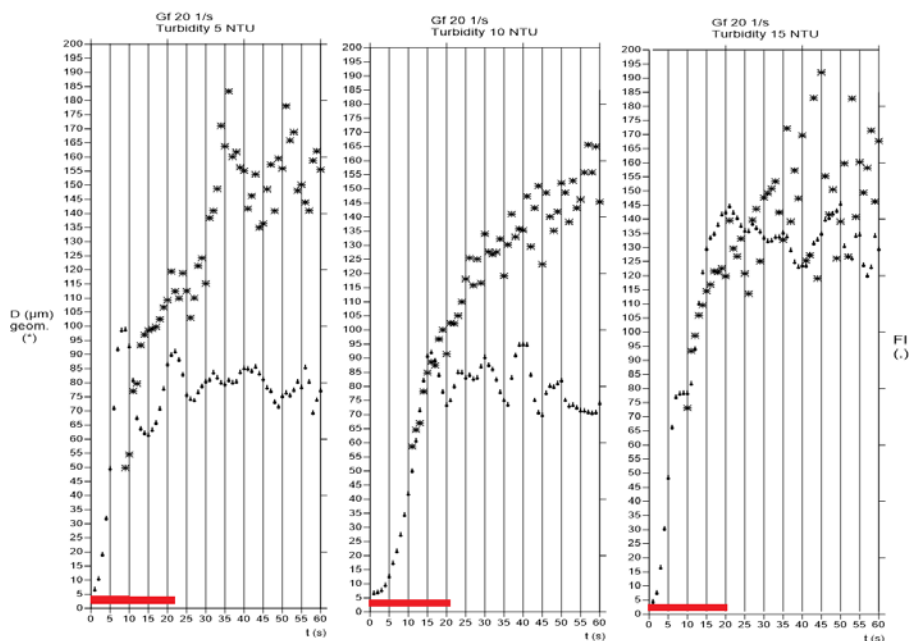


Figure 5: Diâmetro equivalente geométrico (*) para três águas de estudo com G_f de 20 s⁻¹, no tempo total de teste de 60 s e representação do sinal FI obtido pelo equipamento PDA (.). A linha exibida perto do eixo do tempo representa o tempo de subida de FI e corresponde à fase 1.

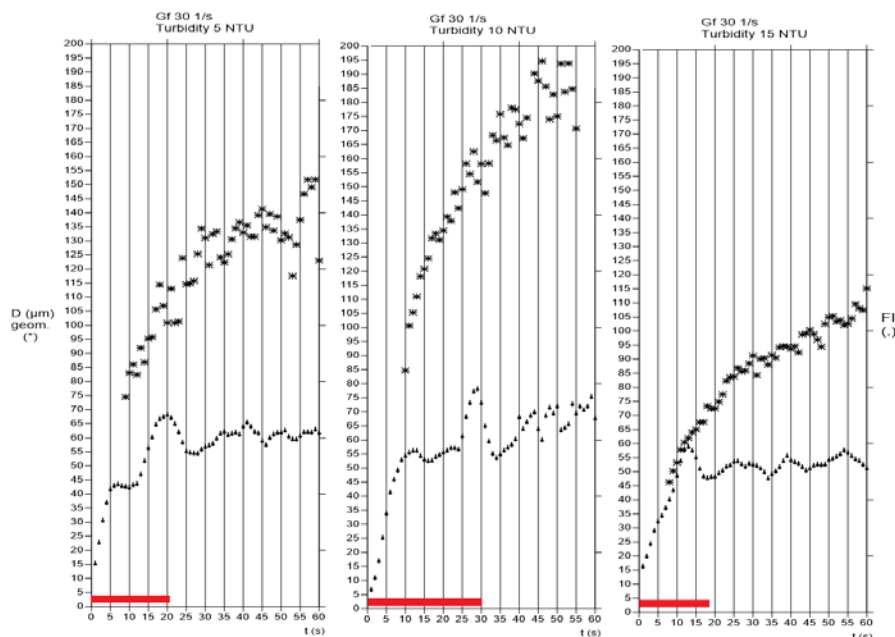


Figure 6: Diâmetro equivalente geométrico (*) para três águas de estudo com Gf de 30 s^{-1} , no tempo total de teste de 60 s e representação do sinal FI obtido pelo equipamento PDA (.). A linha exibida perto do eixo do tempo representa o tempo de subida de FI e corresponde à fase 1.

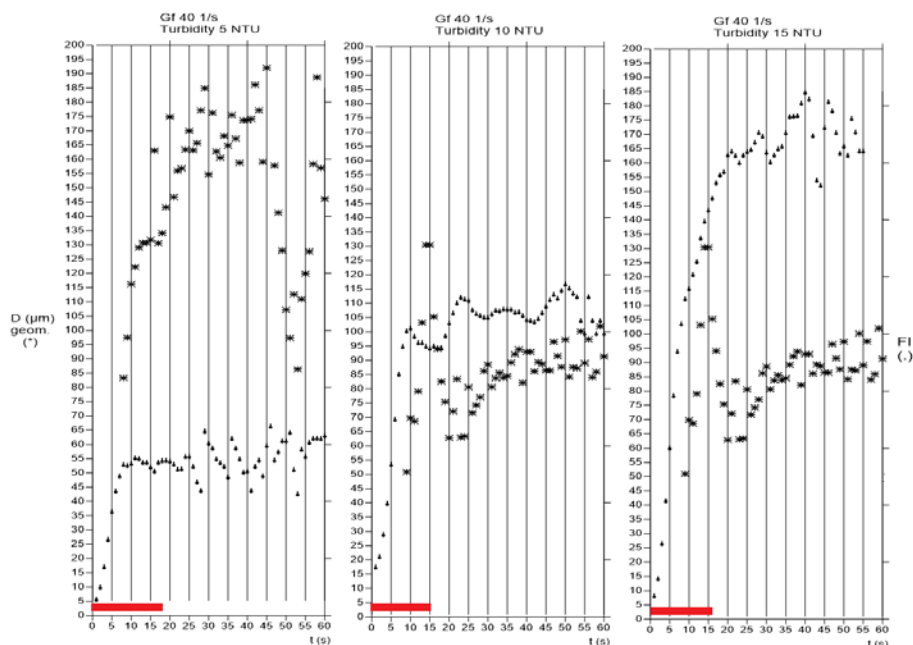


Figure 7: Diâmetro equivalente geométrico (*) para três águas de estudo com Gf de 40 s^{-1} , no tempo total de teste de 60 s e representação do sinal FI obtido pelo equipamento PDA (.). A linha exibida perto do eixo do tempo representa o tempo de subida de FI e corresponde à fase 1.

CONCLUSÕES

Nos resultados obtidos por Análise de Imagem em conjunto com o uso do equipamento PDA foi possível verificar alta correlação entre o sinal emitido pelo equipamento PDA e o crescente diâmetro dos agregados formados nos primeiros instantes do processo de floculação, desta forma caracterizando a ocorrência da cinética de agregação de partículas de forma acentuada no início do processo de floculação, sendo possível o monitoramento via PDA da fase de franca agregação de partículas nos processos de floculação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. 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.*
2. CRITTENDEN, J.C., TRUSSELL, R.R., HAND, D.W., HOWE, K.J., TCHOBANOGLOUS, G. *Water Treatment: Principles and Design. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2005.*
3. GREGORY, J. *Turbidity fluctuations in flowing suspensions. Journal of Colloid and Interface Science, v.105, n.2, p.357-371, June, 1985.*
4. GREGORY, J. *Monitoring particle aggregation processes. Advances in colloid and interface science, v. 147, p. 109-123, 2009.*
5. GREGORY, J.; NELSON, D. W. *Monitoring of aggregates in flowing suspensions. Colloids and Surfaces, v. 18, n. 2-4, p. 175-188, 1986.*
6. MORUZZI, R.B., OLIVEIRA, A.L., ALMEIDA, T. *Fractal Aggregates Evolution During Flocculation. Braz. Journal Chem. Eng. No Prelo*
7. Moruzzi, R. B., de Oliveira, A. L., da Conceição, F. T., Gregory, J. & Campos, L. C. *Fractal dimension of large aggregates under different flocculation conditions. Science of The Total Environment, 609, 807-814. 2017.*
8. PÁDUA, V.L.. *Metodologia para determinação dos gradientes de velocidade médios em unidades de floculação de mistura completa com câmaras em série e escoamento contínuo a partir de reatores estáticos. 1994. 74 p. São Carlos. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo.*
9. YUKSELEN, M.A.; GREGORY, J. *The reversibility of floc breakage. International Journal of Mineral Processing, Elsevier B.V., 73, p.251-259, 2004.*
10. MORUZZI, R. B.; OLIVEIRA, A. L. ; Julio, M de . *Equipamento de Monitoramento Contínuo da Floculação (EMCF): experimentação, correlação e calibração. Revista DAE, v. 63, p. 30-41, 2015.*
11. MORUZZI, R. B.; MANETTA, L. S. ; OLIVEIRA, S. C. . *Flocculation model applied to adjust operating conditions as flow changes. Desalination and Water Treatment (Print) , v. 58, p. 58-62, 2017a.*
12. MORUZZI, R. B.; REALI, Marco A Penalva . *Método para determinação de distribuição de tamanho de microbolhas (DTMB) em sistemas flotação (FAD) para tratamento de águas utilizando a análise de imagem digital. Engenharia Sanitária e Ambiental , v. 12, p. 273-283, 2007.*
13. OLIVEIRA, A. L. ; MORENO, P. ; SILVA, P. A. G. ; Julio, M de ; BRAGA MORUZZI, RODRIGO . *Effects of the fractal structure and size distribution of flocs on the removal of particulate matter. Desalination and Water Treatment (Print) , v. 2015, p. 1-12, 2015.*
14. MORUZZI, RODRIGO B.; OLIVEIRA, A. L. ; TOMAZINI CONCEIÇÃO, FABIANO ; GREGORY, J. ; CAMPOS, L. C. . *Fractal dimension of large aggregates under different flocculation conditions. SCIENCE OF THE TOTAL ENVIRONMENT , v. 609, p. 807-814, 2017b.*
15. MORUZZI, RODRIGO B. *AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO PROCESSO DE FLOCULAÇÃO USANDO PARÂMETRO CARACTERÍSTICO DA FUNÇÃO DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS: EXPERIMENTAÇÃO, MODELAGEM E SIMULAÇÃO, 2014. Tese de Livre-docência. Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP, Brasil. Ano de obtenção: 2015.*