



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA QUÍMICA**



**CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO EXPERIMENTAL E EM CFD DA  
FLUIDODINÂMICA DE COLUNAS DE BOLHAS COM APLICAÇÕES  
NA SEPARAÇÃO DE MISTURAS OLEOSAS E PROCESSAMENTO  
MINERAL POR AR DISSOLVIDO**

JÂNIO ALVES RIBEIRO

Uberlândia – MG

2012



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA



**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA QUÍMICA**

**CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO EXPERIMENTAL E EM CFD DA  
FLUIDODINÂMICA DE COLUNAS DE BOLHAS COM APLICAÇÕES  
NA SEPARAÇÃO DE MISTURAS OLEOSAS E PROCESSAMENTO  
MINERAL POR AR DISSOLVIDO**

Jânio Alves Ribeiro

Orientador : Marcos A. de Souza Barrozo  
Co-Orientador: Carlos Henrique Ataíde

Tese apresentada à Universidade Federal de  
Uberlândia como parte dos requisitos  
necessários a obtenção do título de Doutor  
em Engenharia Química

Uberlândia – MG  
2012

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG - Brasil

---


- R484c    Ribeiro, Jânio Alves, 1965-  
          Contribuição ao estudo experimental e em CFD da fluidodinâmica de  
          colunas de bolhas com aplicações na separação de misturas oleosas e  
          processamento mineral por ar dissolvido / Jânio Alves Ribeiro. - 2012.  
          269 p. : il.
- Orientador: Marcos de Souza Barrozo.
- Tese (doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia, Programa  
          de Pós-Graduação em Engenharia Química.  
          Inclui bibliografia.
1. Engenharia química - Teses. 2. Separação (Tecnologia) - Teses. 3.  
          Bolhas (Física) - Teses. I. Barrozo, Marcos Antônio de Souza. II. Univer-  
          sidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
          Química. III. Título.

---

CDU: 66.0

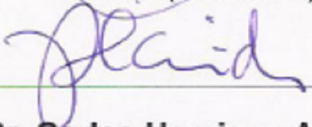
TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 16 DE AGOSTO DE 2012.

BANCA EXAMINADORA

---

**Prof. Dr. Marcos A. S. Barrozo**  
Orientador (PPGEQ/UFU)

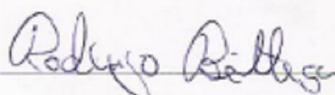
---

**Prof. Dr. Carlos Henrique Ataíde**  
Co-Orientador (PPGEQ/UFU)

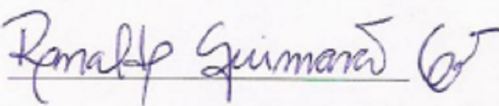
---

**Prof. Dr. Claudio Roberto Duarte**  
PPGEQ/UFU

---

**Prof. Dr. Rodrigo Béttega**  
PPGEQ/UFU

---

**Prof. Dr. Ronaldo Guimarães Corrêa**  
PPGEQ/UFSCAR

---

**Prof. Dr. Luis Alexandre Pedro de Freitas**  
FCFRP/USP

## ***DEDICATÓRIA E AGRADECIMENTOS***

Dedico este trabalho aos meus pais, Geraldo e Maria Aparecida, minha grande amiga Rejane e meus quatro filhos Ana, Marcos, Gustavo e Janine, como uma singela homenagem em gratidão ao que representam para mim.

Agradeço a Deus e a meus guias.

À minha família, e também à minha companheira Hosana, por me aturarem.

Aos professores Marcos Barrozo e Carlos Ataíde, sempre dispostos a buscar o melhor para seus orientados, obrigado pelos conselhos, orientações, confiança e principalmente pela amizade.

Aos Pesquisadores Prof. Rafael Ariza e Prof. Moilton pela grande contribuição ao trabalho.

Aos meus companheiros de pesquisas Ricardo Santana, Angélica e Pablo, aos amigos do laboratório LPD, Leonora, Rafael (rato), Juliana, Carol, Bia, Onça, Bruno, Diogo, Danilo, Pires, Marcos, ao compadre Dyrney, e outros, por suas amizades, e pelos muitos momentos que passamos juntos.

Em função de se tratar de um tema inédito na instituição, algumas teses de doutorados de outras instituições foram de grande importância no sentido de nortear o planejamento geral deste trabalho. Dentre elas de SANTOS (2005) e de DIONÍSIO (2008) sobre fluidodinâmica de colunas de bolhas; o de RODRIGUES (2004) sobre técnicas de caracterização de microbolhas; o trabalho do meu companheiro SANTANA (2011) sobre flotação colunar, todos eles revigorados pela releitura das referências ali citadas. A esses pesquisadores meu enorme respeito, admiração e gratidão.

À FAPEMIG, pelo apoio financeiro, e a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a possibilidade do desenvolvimento deste trabalho.

# SUMÁRIO

<b>Lista de Figuras</b>	i
<b>Lista de Tabelas</b>	vii
<b>Lista de Símbolos</b>	ix
<b>Resumo</b>	xiii
<b>Abstract</b>	xiv
<b>CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO</b>	1
<b>CAPÍTULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	5
2.1. – Fluidodinâmica de Colunas de Bolhas	5
2.1.1. - Regimes de operação de colunas de bolhas	5
2.1.2. - Propriedades das dispersões gás-líquido	8
2.1.3. - Geração de bolhas de tamanho reduzido	13
2.1.4. - Determinação do tamanho de bolha	18
2.1.5. - Revisão de trabalhos de CFD ligados à modelagem de colunas de bolhas	23
2.2. - Aplicação de Colunas de Bolhas nos Processos de Separação	28
2.2.1. - Teoria da flotação em coluna	28
2.2.2 - Flotação por ar dissolvido (FAD)	32
2.3. – Aplicação de Colunas de Bolhas ao Tratamento de Misturas Oleosas	41
2.3.1. - Águas oleosas	41
2.3.2. - Aspectos teóricos	41
2.3.3. - Emulsões óleo/água	43
2.3.4. - A separação água-óleo	52
2.3.5. - O processo de flotação em coluna no tratamento de efluentes oleosos	53
2.4 – O mineral apatita	54
<b>CAPÍTULO III - MATERIAIS E MÉTODOS</b>	56
3.1. - Fluxograma do Trabalho	56
3.2. - A Definição das Coordenadas	58
3.3. - A Unidade Experimental	58
3.4. - Metodologias Para os Estudos em Fluidodinâmica Experimental	65
3.5. - Materiais e Metodologias Para os Estudos em Fluidodinâmica Computacional	69
3.6. - Metodologias Para os Testes de Fluidodinâmica Aplicada a Processos de Separação	75
3.6.1. - Estudo da aplicação da fluidodinâmica do sistema no processo de separação de misturas oleosas de baixas concentrações	75

3.6.2. -	Estudo da aplicação da fluidodinâmica do sistema no processo de separação de misturas oleosas por inversão e fases	76
3.6.3. -	Estudo da aplicação da fluidodinâmica do sistema no processo de beneficiamento de minérios	80
<b>CAPÍTULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>		83
4.1. -	Estudos em Fluidodinâmica Experimental	83
4.1.1. -	Estudo da influência da velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na posição axial -0,3 m sobre as distribuições de diâmetros de bolhas na seção CF e na corrente do underflow	83
4.1.2. -	O efeito do número e posição dos bocais difusores no <i>hold up</i> das seções da coluna de bolhas	99
4.1.3. -	Estudo da fluidodinâmica da fase líquida	111
4.2. -	Estudos em Fluidodinâmica Computacional	123
4.2.1. -	A verificação do modelo computacional para a coluna operando em regime semibatelada e bolhas produzidas através de um distribuidor poroso de formato cônico-PCS	123
4.2.2. -	A verificação do modelo computacional da coluna operando por ar dissolvido-SCS.	131
4.2.3. -	Estudo computacional da influência da velocidade superficial da fase líquida e do diâmetro médio $d_{[3,2]}$ sobre o <i>hold up</i> das diferentes seções da coluna de bolhas (no TCS)	142
4.3. -	Fluidodinâmica Aplicada a Processos de Separação	148
4.3.1. -	Estudo da aplicação da fluidodinâmica do sistema no processo de separação de misturas oleosas de baixas concentrações	148
4.3.2. -	Aplicação de colunas de bolhas na separação de misturas oleosas por inversão e fases	162
4.3.3. -	Estudo da aplicação de colunas de bolhas no processo de beneficiamento de minérios	178
<b>CAPÍTULO V - CONCLUSÕES E SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b>		187
5.1. -	Conclusões	187
5.2. -	Sugestões para Trabalhos Futuros	189
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>		190
<b>APÊNDICES</b>		
APÊNDICE I -	<i>A Caracterização da Unidade Experimental</i>	206
APÊNDICE II -	<i>Metodologias Para as Medidas do Diâmetro de Bolhas e Fração Volumétrica nas Seções da Coluna</i>	210
APÊNDICE III -	<i>Rotina Computacional Implementada Para a Automação do Cálculo das Velocidades Superficiais da Fase Líquida Para as Posições Axiais da Coluna de Bolhas: [-0,16; -0,11; -0,03; 0,03 e 0,75 m].</i>	215
APÊNDICE IV -	<i>Rotina Computacional Implementada Para a Automação do Cálculo Dos Hold Ups nas Seções Cf, Fc E Cc Por Medida de Pressão nos <math>FL_{sup}</math>, <math>FL_{int}</math> e <math>FL_{int}</math>.</i>	216

APÊNDICE V -	<i>As Medidas e Cálculo dos Parâmetros Fluidodinâmicos da Fase Líquida</i>	217
APÊNDICE VI -	<i>Rotina Computacional Implementada Para a Automação Do Cálculo Dos Parâmetros Fluidodinâmicos Da Coluna De Bolhas.</i>	220
APÊNDICE VII -	<i>Preparo e Caracterização das Misturas Oleosas</i>	221
APÊNDICE VIII -	<i>Estudo da taxa de recuperação de óleo em função das concentrações de óleo e de ar e tempo de carregamento</i>	224
APÊNDICE IX	<i>Estudo da Fluidodinâmica da Fase Líquida com a Coluna Operando em Regime Permanente Por Ar Disperso</i>	230
APÊNDICE X	<i>Estudo da Fluidodinâmica da Fase Líquida com a Coluna Operando em Regime Permanente Por Ar Dissolvido-testes preliminares</i>	237
<b>ANEXOS</b>		
ANEXO A -	<i>Lei Federal Conama 20 de 18/06/1986, Art. 21</i>	241
ANEXO B -	<i>Representação esquemática das regiões de uma coluna de flotação- SANTANA, 2011.</i>	243



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1-	Coluna de bolhas.	1
Figura 2.1 -	Regimes de operação (adaptado de WILD et al, 2003)	6
Figura 2.2 -	Esquema de escoamento bi e tridimensional de uma coluna de bolhas (Adaptado de JAKOBSEN <i>et al.</i> 2005)	7
Figura 2.3 -	Correlação entre números adimensionais e formas das partículas. (adaptado de CLIFT, GRACE e WEBER , 1978)	8
Figura 2.4 -	Valores instantâneos e médios de frações volumétricas em uma posição axial de uma coluna de bolhas (adaptado de VAN BATEN <i>et al.</i> , 2004-a)	12
Figura 2.5 -	Nanobolha gerada em água e sobre a superfície hidrofóbica da partícula (FAN <i>et al.</i> , (2010))	15
Figura 2.6 -	Distribuição de tamanho de bolhas produzidas por válvula agulha e bocais tipo WRC (adaptado de ZABEL, 1984)	16
Figura 2.7 -	Esquema da configuração de bocal mostrando a região de constrição primária e do envoltório cilíndrico (adaptado de ZHANG, LEPPINEN e DALZIEL 2007)	17
Figura 2.8 -	Tipos de bocais difusores testados (adaptado de RYKAART e HAARHOFF, 1995)	18
Figura 2.9 -	Analizador de bolhas UCT (adaptado de TUCKER <i>et al.</i> 1994)	19
Figura 2.10 -	Analizador de bolhas <i>McGill University</i> (adaptado de HERNANDEZ-AGUILAR <i>et al.</i> , 2003)	20
Figura 2.11 -	Representação esquemática do HUT analizador de tamanho de bolhas (adaptado de GRAU e HEISKANEN, 2005)	21
Figura 2.12 -	Imagens capturadas pelo método HUT (com a mesma escala) segundo GRAU e HEISKANEN (2002)	21
Figura 2.13 -	Mecanismos de captura de partículas na flotação por ar dissolvido	33
Figura 2.14 -	Valor teórico, previsto pela Lei de Henry, do volume de ar precipitado por litro da alimentação do saturador em função da pressão e da temperatura (RODRIGUES, 1999)	35
Figura 2.15 -	Teoria da dupla camada elétrica de B. V. Derjagin and L Landau ( adaptado de ROSS & MORRISON, 1998)	45
Figura 2.16 -	Mecanismo de desestabilização de emulsões	47
Figura 3.1 -	Fluxograma do escopo geral do trabalho.	56
Figura 3.2 -	Escopo geral do trabalho	57
Figura 3.3 -	Sistema de coordenadas adotado	58
Figura 3.4 -	Desenho esquemático simplificado da configuração da unidade experimental escolhida para os experimentos	59
Figura 3.5 -	Sistema de alimentação dos saturadores (a) bomba helicoidal, (b) tanque pulmão, (c) registros para controle de vazão.	59

Figura 3.6 -	Os saturadores, (a) manômetros, (b) medidores de nível e (c) dutos de entrada de água e saída do suspiro	60
Figura 3.7 -	Sistema de registros da unidade experimental: registros esferas de líquido saturado (a) e de ar para os saturadores (b); registros gavetas de líquido para os saturadores (c) e dos suspiros (d); e os 12 controladores fluxo para os bocais difusores (e).	61
Figura 3.8 -	Ilustração dos flanges superior (a) e intermediário (b) com os respectivos bocais difusores.	62
Figura 3.9 -	Representação em corte transversal de um bocal difusor	63
Figura 3.10 -	Vistas superior em corte e lateral do flange distribuidor superior (FLsup)	63
Figura 3.11 -	Vista lateral em corte do flange distribuidor inferior (FLinf)	64
Figura 3.12 -	Vista superior e dimensões do Flange distribuidor inferior	64
Figura 3.13 -	Características geométricas das malhas tridimensionais utilizadas neste estudo: (A) para a primeira etapa com 24875 células; (B) para a segunda etapa com 196805 células e (C) para a terceira etapa com 55086 células.	70
Figura 4.1 -	Imagem de bolhas presentes no FC capturada por microscopia com ampliação ótica de 600 vezes.	84
Figura 4.2 -	Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida igual a 0 cm/s.	85
Figura 4.3 -	Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,2 cm/s.	85
Figura 4.4 -	Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,26 cm/s.	86
Figura 4.5 -	Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,4 cm/s.	87
Figura 4.6 -	Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,7 cm/s.	88
Figura 4.7 -	As variações da moda e dos diâmetros médio de Sauter e médio aritmético com a velocidade superficial da fase líquida	90
Figura 4.8 -	As mudanças nas frequências de bolhas de diâmetros menores que 60 $\mu\text{m}$ e maiores que 100 $\mu\text{m}$ em função da velocidade superficial da fase líquida.	90
Figura 4.9 -	Imagem de bolhas capturada por filmagem direta do CF com JL de 3,4 cm/s.	91
Figura 4.10 -	Imagem de bolhas capturada por filmagem direta do CF com JL de 2,7 cm/s.	91
Figura 4.11 -	Ilustração da metodologia aplicada para o dimensionamento das bolhas	92
Figura 4.12 -	A variação do dM com a JL no intervalo entre -2,0 cm/s e -4,0 cm/s.	92
Figura 4.13 -	A relação entre o dM ( $\mu\text{m}$ ) e a velocidade JL na posição axial -0,03 m variando no intervalo de -4,0 e 0 cm/s e os pontos experimentais.	93

Figura 4.14 -	Foto ilustrativa das microbolhas e nanobolhas arrastadas através do underflow.	95
Figura 4.15 -	Distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas pelo underflow com JL de -0,7 cm/s.	96
Figura 4.16 -	Os valores das médias parciais e globais dos diâmetros de bolhas, das modas e dos diâmetros de inflexão para as bolhas arrastadas pela vazão do underflow para dois bocais difusores acionados no flange superior e JL variando de 0 a -0,4 cm/s.	97
Figura 4.17 -	Os valores das médias parciais e globais dos diâmetros de bolhas, das modas e dos diâmetros de inflexão para as bolhas arrastadas pela vazão do underflow para dois bocais difusores acionados no flange inferior e intensidade de JL variando de 0,26 a 4,2 cm/s.	98
Figura 4.18 -	Os hodups estacionários nas seções CF, FC e CC em função do número e posições dos bocais difusores para a vazão do overflow e de recirculação em 0 e 2000 ml/min respectivamente.	100
Figura 4.19 -	A tendência geral dos valores de hold up no CC para JL entre -2,6 e 1,3 cm/s.	101
Figura 4.20 -	Os hold ups estacionários nas seções CF, FC e CC em função do número e posições dos bocais difusores para as vazões do overflow e de recirculação em 0 ml/min respectivamente.	103
Figura 4.21 -	Os valores de hold up nas seções CF, FC e CC em função do JL da Posição Axial -0,03 m obtidos pelo acionamento de 4 bocais difusores.	104
Figura 4.22 -	Os hodups estacionários nas seções CF, FC e CC em função do número e posições dos bocais difusores para os valores de vazão do underflow e de recirculação de 1000 ml/min e 2000 ml/min respectivamente.	106
Figura 4.23 -	Os valores de hold up na seção FC em função do JL da posição axial - 0,03 m para os valores de vazão do underflow e de recirculação de 1000 ml/min e 2000 ml/min respectivamente.	107
Figura 4.24 -	Diagrama comparativo entre os $\varepsilon G$ obtidos nos testes em que a vazão do underflow era igual a zero, com e sem recirculação.	109
Figura 4.25 -	Distribuição de resíduos para a variável N, codificada.	112
Figura 4.26 -	Contorno da superfície ajustada sobre a resposta Y5 em função das variáveis X1 e X2.	113
Figura 4.27 -	Superfície ajustada sobre a resposta Y4 em função das variáveis adimensionais X1 (Rec) e X2 (QL).	114
Figura 4.28 -	Superfície ajustada sobre a resposta Y1 em função das variáveis adimensionais X1 (Rec) e X2 (QL).	115
Figura 4.29 -	Superfície ajustada sobre a resposta Y2 em função das variáveis adimensionais X1 (Rec) e X2 (QL).	116
Figura 4.30 -	Curvas de respostas aos estímulos correspondentes aos testes 1 (A) e 11 (B) do planejamento experimental.	117
Figura 4.31 -	Superfície ajustada sobre a resposta Y3 em função das variáveis adimensionais X1 (Rec.) e X2 (QL).	117

Figura 4.32 -	Os efeitos das variáveis X1 (vazão de recirculação), X2 (vazão de alimentação) e X3 (posição de entrada da recirculação) sobre a dispersão da fase líquida para os intervalos de valores para posição de entrada da recirculação variando entre 0,2 m e 0,4 m e, com o nível da vazão de recirculação em -1 (a) com nível em +1 (b); e ainda para os intervalos de valores para posição de entrada da recirculação variando entre 0,4 m e 0,7 m com o nível da vazão de recirculação em -1 (c) com nível em +1 (d).	122
Figura 4.33 -	A variação da média temporal da pressão total na posição axial -0,35 m em função do tempo de simulação	124
Figura 4.34 -	O perfil de distribuição de velocidades verticais (a) e de fração de volume (b) de ar ao longo da coluna, operando em regime semi-batelada.	127
Figura 4.35 -	A distribuição do hold up obtida da simulação, em seções ao longo da coluna, para a vazão de 100 L/min e diâmetro de bolhas de 2000 $\mu\text{m}$ .	128
Figura 4.36 -	A distribuição das médias temporais da velocidade superficial da água nos adimensionais das posições radiais simuladas, em seções ao longo do CF, para a vazão de 60 L/min e diâmetro de bolhas de 2000 $\mu\text{m}$ .	128
Figura 4.37 -	A distribuição da velocidade superficial do ar obtida da simulação, em seções ao longo da coluna, para a vazão de 60 L/min e diâmetro de bolhas de 2000 $\mu\text{m}$ .	129
Figura 4.38 -	As influências da vazão de alimentação e do diâmetro de bolhas sobre a velocidade superficial média temporal da fase líquida e seus respectivos desvios padrões.	130
Figura 4.39 -	Perfil de fração de volumes para a malha operando em regime permanente, em contracorrente/co-corrente e em sistema multifase em (a) o panorama geral da coluna de bolhas e em (b) o corte longitudinal do FC.	133
Figura 4.40 -	Os valores experimentais, as médias aritméticas das frações de volumes (MFV) e os intervalos de valores de hold ups (IVH) da simulação.	135
Figura 4.41 -	Perfis simulados da fração volumétrica das fases com $d[3,2]$ de 500 $\mu\text{m}$ (a), 120 $\mu\text{m}$ (b), 60 $\mu\text{m}$ (c) e 800 $\mu\text{m}$ (d).	136
Figura 4.42 -	Comparação entre os FVPF e as respectivas frequências de diâmetros experimentais e simuladas para o CF (a) e para o underflow (b).	137
Figura 4.43 -	Perfis simulados de velocidades superficiais do ar (a) e da água (b) na seção transversal em 0,20 m do topo da coluna.	138
Figura 4.44 -	Comparação entre as curvas de distribuição de tempo de residência experimental e simulado	139
Figura 4.45 -	Perfis de hold up simulados obtidos das médias temporais em diferentes posições axiais e radiais do FC.	141
Figura 4.46 -	Perfis da média temporal de hold ups simulados obtidos em diferentes posições axiais e radiais do FC para a faixa de diâmetro de 120 a 800 $\mu\text{m}$ .	141
Figura 4.47 -	Perfis de hold up obtidos em diferentes posições axiais e radiais do FC para a faixa de diâmetro de 60 $\mu\text{m}$ .	142

Figura 4.48 -	Perfis de frações de volumes simulados para as taxas de alimentação de 0,03 kg/s para os diâmetros de 110 micrometros (a), 100 micrometros (b) e 0,06 kg/s para o diâmetro de 110 micrometros (c).	143
Figura 4.49 -	As eficiências de remoção de óleo para todos os números e combinações de bocais testados na coluna operada por ar dissolvido.	149
Figura 4.50 -	As eficiências de remoção de óleo e os hold ups de ar das seções obtidos pela operação da coluna de bolhas em sistema água-ar nas diferentes combinações de 4 bocais difusores.	150
Figura 4.51 -	As eficiências de remoção de óleo e as velocidades superficiais de arraste para diferentes números de bocais no FLint	151
Figura 4.52 -	As eficiências, as taxas de remoções, e as concentrações de óleo nos efluentes obtidos para diferentes números e disposições dos bocais e a concentração limite imposta pela legislação para o descarte de efluentes oleosos.	152
Figura 4.53 -	Resultado do efeito do processo de remoção de bolhas sobre a eficiência de remoção de óleo para diferentes disposições de bocais na remoção de óleo de emulsões de concentração de 600 ppm.	154
Figura 4.54 -	Valor residual e valor predito da estimativa dos parâmetros do modelo de eficiência de remoção de óleo por FAD.	156
Figura 4.55 -	Curvas de resposta ao estímulo causado pela injeção de traçador para os casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4 nos processos de separação de óleo emulsionado por FAD.	159
Figura 4.56 -	Contornos hidrodinâmicos de velocidades superficiais da fase líquida (a) e de hold ups (b) simulados obtidos do plano de corte transversal na posição -0,13 m da malha no tempo de simulado de 110 s para a operação com 2 bocais (a.1 e a.2), 4 bocais (b.1 e b.2) e 5 bocais (c.1 e c.2) acionados no FLint e diâmetro da fase discreta de 90 $\mu\text{m}$ .	160
Figura 4.57 -	Contornos hidrodinâmicos de hold ups simulados obtidos do plano de corte longitudinal das CC e FC para as simulações dos casos 2/0 (a) e 0/4 (b) com um diâmetro para a fase discreta de 90 $\mu\text{m}$ .	161
Figura 4.58 -	Histograma da distribuição de diâmetros de bolhas obtido da análise por microscopia do efluente dos saturadores.	164
Figura 4.59 -	Valores preditos e observados na aplicação do PCC para a remoção de óleo por inversão de fases.	169
Figura 4.60 -	Variação da soma dos hold up de ar simulado para os diâmetros de 110, 70 e 50 $\mu\text{m}$ em função da posição axial da coluna de bolhas para diferentes tempos simulados.	172
Figura 4.61 -	A relações entre a taxa de recuperação de óleo “ro” e as variáveis: Ci e Cb, com Tc=1,9 min (a) e Ci e Tc com Cb=0,03 L-óleo/L (b).	176
Figura 4.62 -	Superfície de resposta para teor (a) e recuperação (b) de apatita por ar dissolvido em função das vazões de água de lavagem e recirculação com as demais variáveis codificadas assumindo os níveis codificados, que maximizam o teor.	182

Figura 4.63 - Superfície de resposta para a recuperação de apatita em função da vazão de recirculação e do pH (a) e em função da vazão e posição da recirculação (b) com as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

184

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 -	Dosagens dos agentes químicos e condições fixadas, utilizados nos experimentos.	80
Tabela 3.2 -	Características granulométricas da amostra de mineral de apatita utilizada na flotação.	81
Tabela 4.1 -	Os diâmetros médios aritméticos da faixa de maior frequência, da amostra, de Sauter e o percentual de bolhas de diâmetro menor que 60 micrometros para as velocidades superficiais da fase líquida (JL).	89
Tabela 4.2 -	Os adimensionais calculados a partir dos dados de velocidade JL na posição axial -0,03 m variando de 0 a -3,9 cm/s e os respectivos valores de dM e a previsão de formato das bolhas.	95
Tabela 4.3 -	Os valores de velocidades superficiais obtidos pela manipulação do número e posições dos bocais difusores para as vazões de recirculação e do overflow em 0 ml/min e 2000 ml/min respectivamente.	99
Tabela 4.4 -	Os valores de velocidades superficiais da fase líquida, obtidos pela manipulação do número e posições dos bocais difusores para as vazões de recirculação e do overflow em 0 ml/min.	102
Tabela 4.5 -	Os valores de velocidades superficiais da fase líquida, obtidos pela manipulação do número e posições dos bocais difusores para as vazões de recirculação e do <i>underflow</i> em 2000 ml/min e 1000 ml/min respectivamente..	105
Tabela 4.6 -	Tendências gerais de variação dos <i>hold ups</i> das seções da coluna de bolhas com as variações das velocidades JL nas posições axiais -0,03; -0,11 e -0,16 m.	108
Tabela 4.7 -	Planejamento experimental e os resultados obtidos para os parâmetros fluidodinâmicos da fase líquida.	111
Tabela 4.8 -	Resultado da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta Y5, em função das variáveis significativas.	113
Tabela 4.9 -	Valores correspondentes aos dois planejamentos fatoriais a 2 níveis e três fatores para a avaliação do efeito da posição de entrada da recirculação sobre a hidrodinâmica da fase líquida.	119
Tabela 4.10 -	Resultados das estimativas dos efeitos da posição de entrada da recirculação variando no intervalo de 0,2 m e 0,4 m e das vazões de recirculação e de alimentação, sobre os parâmetros hidrodinâmicos ATZ, MODAP, TMED e N da coluna de bolhas.	119
Tabela 4.11 -	Resultados das estimativas dos efeitos da posição de entrada da recirculação variando no intervalo de 0,4 m e 0,7 m e das vazões de recirculação e de alimentação, sobre os parâmetros hidrodinâmicos ATZ, MODAP, TMED e N da coluna de bolhas.	121
Tabela 4.12 -	Os valores de <i>hold up</i> simulados e experimentais obtidos para o sistema operando em semi-batelada por insuflação de ar.	125
Tabela 4.13 -	A frequência relativa das faixas de diâmetros de bolhas medidos nas diferentes regiões da coluna de bolhas	132
Tabela 4.14 -	Valores de <i>hold ups</i> simulados e experimentais, obtidos em regime pseudo-estacionário.	135
Tabela 4.15 -	Parâmetros fluidodinâmicos para a fase líquida, obtidos experimentalmente e através da simulação computacional.	140

Tabela 4.16 -	Estimativa das relações obtidas das simulações entre o $d[3,2]$ , a JL na posição axial -0,03 m e os <i>hold ups</i> das seções CF e FC com e sem arraste de bolhas pelo underflow.	146
Tabela 4.17 -	Resultado do tratamento estatístico das variáveis	156
Tabela 4.18 -	Parâmetros hidrodinâmicos obtidos para a operação da coluna de bolhas nos casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4.	158
Tabela 4.19 -	Resultados da análise da distribuição de diâmetros de gotículas de óleo das emulsões.	164
Tabela 4.20 -	O planejamento fatorial a 5 níveis correspondente aos testes preliminares	165
Tabela 4.21 -	Resultados dos testes de hipóteses para as variáveis respostas “Ec” e “teor”	166
Tabela 4.22 -	O Planejamento Composto Central e os resultados obtidos para a eficiência de recuperação de óleo.	167
Tabela 4.23 -	Resultado da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta Y (Ec), em função das variáveis significativas.	168
Tabela 4.24 -	Resultados da rodada de experimentos, correspondente à verificação da Equação 4.15.	170
Tabela 4.25 -	Resultados da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta Y (Ec), em função das variáveis significativas para a operação em regime batelada com $r^2=0,98$ .	174
Tabela 4.26 -	Os valores avaliados para as variáveis de controle e as respostas para as variáveis respostas teor de P2O5 e recuperação de apatita para a flotação por ar dissolvido.	179
Tabela 4.27 -	Os intervalos de valores avaliados e as equações de codificação para as variáveis estudadas.	180



## LISTA DE SÍMBOLOS

### LETRAS GREGAS

( $\alpha$ ): fração volumétrica  
( $\beta$ ): fase dispersa  
( $\sigma$ ): é a tensão superficial  
( $\Delta\rho$ ): diferença entre densidades  
( $\Delta P$ ): é a diferença de pressão  
( $\epsilon$ ): taxa de dissipação de Eddy  
( $\epsilon_G$ ): fração de volume de gás  
( $\epsilon_L$ ): fração de volume de líquido  
( $\gamma$ ): fase continua  
( $\gamma_{ag}$ ): tensão superficial água/gás  
( $\gamma_{oa}$ ): tensão interfacial óleo/água  
( $\gamma_{og}$ ): tensão superficial óleo/gás  
( $\mu_c$ ): é a viscosidade do gás  
( $\mu_l$ ): é a viscosidade do líquido  
( $\mu_{SL}$ ): viscosidade da mistura  
( $\mu_t$ ): viscosidade turbulenta  
( $\rho$ ): densidade ou massa específica  
( $\rho_c$ ): é a densidade do gás  
( $\rho_l$ ): é a densidade do líquido  
( $\rho_m$ ): densidade da mistura  
( $\rho_s$ ): densidade da partícula  
( $\rho_{SL}$ ): densidade da mistura  
( $v$ ): velocidade

### LETRAS LATINAS

(A): área da seção transversal da coluna.  
(ATZ): tempo de atraso à resposta ao estímulo  
( $C_{alim}$ ): concentração da emulsão tratada  
(Cb): relação entre o volume total de ar saturado e o volume da coluna  
(CC): cilindro do concentrador  
(ce): adimensional de concentração de emulsão  
(Ci): concentração de óleo no interior da coluna de bolhas  
(CF): cilindro do flotador  
(cr): com recirculação  
(D): adimensional de diâmetro  
( $d_{[3,2]}$ ): o diâmetro médio de Sauter  
( $d_b$ ): o diâmetro de bolha  
( $d_{bi}$ ): determinado diâmetro de bolha  
( $d_c$ ): é o diâmetro da coluna  
( $d_M$ ): diâmetro médio aritmético de bolhas  
( $d_{MF}$ ): diâmetro de bolhas de maior frequência ou moda  
(E(Theta)): esperança matemática de Theta  
(Ec): eficiência de recuperação ou de coleta  
( $E_c$ ): é a eficiência de remoção de óleo  
(Eo): Número de Eötvös

(F): força  
 ( $F_{\text{drag}}$ ): força de arraste  
 ( $F_{\text{lift}}$ ): força de ascensão  
 ( $F_{\text{vm}}$ ): força de massa virtual  
 (FC): funil do concentrador  
 (FF): Floculação-Flotação  
 (FL<sub>sup</sub>): flange superior  
 (FL<sub>int</sub>): flange intermediário  
 (FL<sub>inf</sub>): flange inferior  
 (FVPF): faixa de valores prováveis de frequências  
 (g): é a aceleração da gravidade  
 ( $G_{k,m}$ ): produção de energia cinética turbulenta  
 ( $H_{\text{cf}}$ ): *hold up* de ar no CF  
 ( $H_{\text{fc}}$ ): *hold up* de ar no FC  
 ( $H_{\text{cc}}$ ): *hold up* de ar no CC  
 (I): posição da injeção da água saturada  
 (IVH): intervalo de valores de *hold ups* simulados  
 ( $J_G$ ): velocidades superficiais de gás  
 ( $J_L$ ): velocidades superficiais de líquido  
 ( $J_{\text{rel}}$ ): velocidade relativa entre as fases  
 ( $J_t$ ): é a velocidade terminal de ascensão das bolhas de ar  
 (k): energia cinética turbulenta  
 (K): constante de Henry  
 (L): é a distância entre os pontos das medidas de pressão  
 (m): massa do sobrenadante antes da secagem  
 ( $m_{\text{sec}}$ ): massa do sobrenadante após a secagem  
 ( $M_{\text{Theta}}$ ): massa de traçador detectada no tempo adimensional Theta  
 ( $M_{\text{total}}$ ): massa total de traçador  
 (MFV): média aritmética da fração de volume simulada  
 (Mo): número de Morton  
 (MODA): moda  
 (MODA<sub>p</sub>): moda principal na distribuição multimodal  
 (N): parâmetro de número de tanques em série em mistura completa  
 ( $n_i$ ): número de bolhas com o diâmetro  $d_{bi}$   
 (P): pH da polpa  
 (P): pressão  
 ( $P_c$ ): Pressão absoluta no “*overflow*” da coluna  
 ( $P_i$ ): pressão absoluta em qualquer ponto da coluna  
 ( $P_2O_5$ ): penta fosfato de di fósforo  
 ( $[Ca_5(PO_4)_3F]$ ): mineral apatita  
 ( $P_{<20\mu m}$ ): percentual de bolhas que possuem diâmetros inferiores a 20  $\mu m$   
 ( $P_{<60\mu m}$ ): percentual de bolhas que possuem diâmetros inferiores a 60  $\mu m$   
 ( $P_{>100\mu m}$ ): percentual de bolhas que possuem diâmetros superiores a 100  $\mu m$   
 ( $P_{>120\mu m}$ ): percentual de bolhas que possuem diâmetros superiores a 120  $\mu m$   
 ( $P_{\text{axi}}$ ): posição axial de entrada do reciclo na coluna  
 (P axi): posição axial de alimentação da emulsão  
 (pH): potencial hidrogeniônico  
 ( $P_{\text{SAT}}$ ): pressão de saturação  
 (Q alim): vazão de alimentação  
 (Q rec): vazão de recirculação

$(Q_{\text{alim}})$ : vazão de alimentação  
 $(Q_{\text{ar}})$ : vazão de gás  
 $(Q_G)$ : vazão de gás  
 $(Q_L)$ : vazão de líquido  
 $(qol)$ : adimensional da taxa de alimentação de óleo  
 $(QOL)$ : velocidade em que o óleo entra no sistema  
 $(R_{\text{apatita}})$ : recuperação de apatita  
 $(Re)$ : número de Reynolds  
 $(Re_p)$ : é o número de Reynolds das partículas  
 $(Re_b)$ : é o número de Reynolds das bolhas  
 $(Rec)$ : vazão de recirculação  
 $(rel)$ : adimensional da relação entre volumes de emulsão e saturado  
 $(REL)$ : relação volume de emulsão/volume de líquido saturado  
 $(ro)$ : taxa de recuperação de óleo com as variáveis  
 $(S)$ : porcentagem inicial de sólidos na coluna  
 $(S_b)$ : a estimativa do fluxo superficial de bolhas  
 $(So)$ : coeficiente de espalhamento do óleo sobre a bolha de ar  
 $(sr)$ : sem recirculação  
 $(Taxa)$ : taxa de remoção de óleo da emulsão  
 $(Theta)$ : adimensional de tempo  
 $(tc)$ : adimensional de tempo de carregamento  
 $(TC)$ : tempo de carregamento  
 $(Tc)$ : tempo de carregamento da emulsão  
 $(teor)$ : teor de óleo no material recuperado  
 $(TMED)$ : tempo médio  
 $(TML)$ : tempo médio de floculação  
 $(V)$ : adimensional de velocidade  
 $(v_m)$ : velocidade da mistura  
 $(V_{\text{emul}})$ : volume de emulsão alimentada  
 $(V_{\text{ar}})$ : volume teórico de ar disponível para flotação por litro de água saturada  
 $(Vf)$ : volume de flotado  
 $(V_G)$ : volume de gás  
 $(V_L)$ : volume de líquido  
 $(vo)$ : adimensional de volume de óleo utilizado  
 $(V_{ol})$ : volume de óleo utilizado  
 $(VARI)$ : variância  
 $(VTRUE)$ : volume real  
 $(W)$ : vazão de água de lavagem

## ABREVIACÕES

$(ASH)$ : *Air Sparged Hydrocyclone*  
 $(CFD)$ : *Computational Fluid Dynamics*  
 $(BAF)$ : *Bubble Accelerated Flotation*  
 $(DTR)$ : Distribuição de Tempo de Residência  
 $(FAD)$ : Flotação por Ar Dissolvido  
 $(FAI)$ : Flotação por Ar Induzido  
 $(FGD)$ : Flotação por Gas Dissolvido  
 $(MSTLFLOA)$ : *Multi-Stage Loop-Flow Flotation Column*  
 $(OCS)$ : Óleo de Coco Saponificado

(PCC): Planejamento Composto Central  
(PCS): Primeiro Conjunto de Simulações  
(PPM): Partes Por Milhão

## RESUMO

Colunas de bolhas são equipamentos utilizados em diversas operações unitárias na indústria química, de alimentos, têxtil, dentre outras. As colunas de flotação e os inversores de fases são exemplos de colunas de bolhas utilizadas em processos de separação. Devido às grandes interações entre as fases contínua e dispersas são equipamentos de simples operação, porém que apresentam fluidodinâmica bastante complexa. Este trabalho trata do estudo das interações fluidodinâmica das fases de uma coluna de bolhas de geometria cilíndrica não regular, que pode ser operada tanto por ar disperso quanto por ar dissolvido. O trabalho foi realizado em duas frentes distintas que se inter-relacionam: a) estudo experimental e em CFD de fluidodinâmica da colunas de bolhas b) estudo de aplicação da coluna operada com microbolhas em processos de separação. Na primeira frente de estudos objetivou-se estudar a influência de suas características geométricas e das vazões de alimentação e de recirculação, nas propriedades fluidodinâmicas de três regiões da coluna de bolhas. Nesta etapa foram estabelecidos modelos que possibilitam relacionar as variáveis operacionais com as propriedades analisadas. Na segunda frente objetivou-se estudar a aplicação da coluna, tanto no processo de separação de misturas oleosas, compreendendo a faixa de 50000 ppm v/v até 600 ppm v/v, quanto no beneficiamento do minério apatita de granulometria fina, pelo uso de microbolhas. Nas separações oleosas utilizou-se como agente químico o polímero floculante álcool polivinílico a 20 ppm. Os maiores valores de eficiência e taxa de recuperação de óleo por inversão de fase, obtidos na faixa de concentrações de 50000 a 10000 ppm e volumes de emulsão de 0,76 a 2,24 L foram respectivamente 95% e 0,02 L de óleo/min respectivamente, obtidos para os maiores valores de concentrações e os maiores volumes de emulsão. Na separação da emulsão com concentração de 600 ppm, foram obtidas as maiores eficiências para o equipamento operando com os números e disposições dos bocais 0/4, 0/5, 1/5, 4/2 e 5/1, obtendo-se para os casos efluentes que atendem às normas brasileiras de descarte de efluentes oleosos com tempos de retenção hidráulicos entre 21 e 32 segundos. Na aplicação da coluna de bolhas na flotação da apatita, os maiores teores de  $P_2O_5$  podem ser obtidos para a coluna operando com vazão de recirculação em 0,75 L/min, concentração de sólidos em 12%, pH em 11,5, entrada de recirculação em 0,65 m e com mistura saturada alimentada pelo flange intermediário, quando é esperado um teor próximo de 36% e recuperação por volta de 90%.

## ABSTRACT

Bubble columns are equipments used in many unit operations on food, textile and chemical industries. Flotation columns and phase invertors are examples of bubble columns used on separation processes. Due to the great interaction between continuum and disperse phases, they are equipments of simple operation, but present a very complex fluid dynamics. This thesis is about the fluid dynamics interaction between phases of a non regular cylindrical bubble column which may be operated by dissolved air or dispersed air. The work was conducted in two distinct fronts that are interrelated: a) experimental and CFD studies of the bubble column fluid dynamics b) study on the application of the column operated with micro bubbles in separation processes. The first front aimed to study the influence of its geometrical characteristics and the operational variables feed and recirculation flow on the fluid dynamics properties on the three regions of the bubble column. On this stage, equations that allow relating the operational variables with the properties analyzed were established. The other front aimed to study the column application operating with dissolved air on the separation process of oily mixtures ranging from 50000 ppm v/v to 600 ppm v/v, as well as on the fines apatite beneficiation. On oily separations the flocculant polymer polyvinyl alcohol 20 ppm was used as the chemical agent. The higher values of efficiency and oil recovery rate by phase inversion, obtained on concentration range of 50000 to 10000 ppm and emulsion volumes of 0.76 to 0.24 L were 95% and 0.02L of oil/min respectively, obtained on the higher concentration values and the higher emulsion volumes. On the emulsion separation with concentration of 600 ppm, the higher efficiencies were obtained for the equipment operating with the number and diffuser disposition 0/4, 0/5, 1/5, 4/2 e 5/1, obtaining on these cases, effluents which meet the Brazilian norms of disposition of oily effluents with hydraulic retention time (HRT) between 21 and 32 seconds. On the bubble column application on mineral processing, the higher contents may be obtained to the column operating with a recirculation flow of 0.75 L/min, solids concentration of 12%, pH of 11.5, inlet recirculation 1.05 m above the base, and with saturated air feed by the intermediate flange, when it is expected a content of about 36% and recovery of about 90%.







# CAPÍTULO I

## INTRODUÇÃO

Colunas de bolhas são equipamentos que possuem excelentes características de transferência de calor e massa, baixos custos operacionais e de manutenção. Nas suas configurações mais simples, a ausência de partes móveis faz com que esses equipamentos possam ser empregados em condições extremas de corrosividade, temperatura e pressão (DECKER, 1992). São equipamentos muito úteis tanto para realizar o contato quanto para o transporte seletivo de componentes de uma mistura.

As colunas de bolhas são denominadas de acordo com suas aplicações. São exemplos dessas denominações, os saturadores, as colunas de flotação e os inversores de fases.

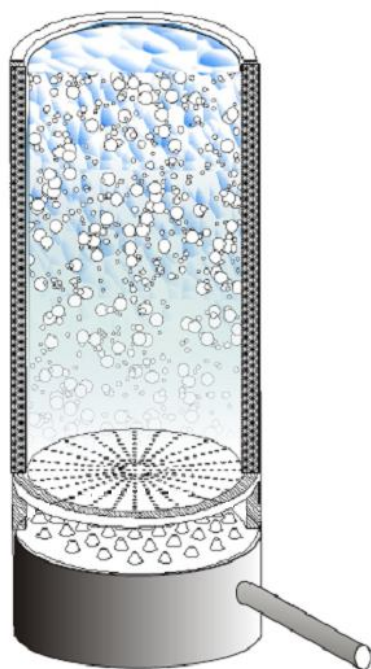


Figura 1.1- Coluna de bolhas.

Basicamente, esses equipamentos são constituídos por um cilindro vertical (carcaça) que é preenchido de líquido, no qual um gás escoar na forma de bolhas. Geralmente a fase gasosa é injetada pela sua base, através de um distribuidor (Figura 1.1).

As carcaças podem apresentar geometrias com seções transversais circulares, elípticas, quadrangulares e estas podem ainda estar recheadas ou não.

Nas colunas com recheios, estes podem estar distribuídos de forma randômica, estruturada ou mista.

Assim como em outras operações unitárias, essas colunas podem ser operadas em regimes: batelada, semi-batelada ou permanente. Quando operadas em regime permanente, a fase líquida pode estar em co-corrente e/ou em contracorrente com a fase gasosa.

A estrutura do distribuidor pode variar bastante dependendo da aplicação e das condições de operação desejadas, podendo apresentar diversas geometrias (pratos, anéis, cilindros ou cones) e constituições (vítreas, cerâmicas, metálicas ou poliméricas).

As colunas de bolhas não recheadas podem ser operadas sob diferentes regimes. Para baixas velocidades superficiais de entrada de gás (menor vazão de gás) as bolhas possuem praticamente o mesmo tamanho e a mesma velocidade de ascensão. Na medida em que a velocidade superficial do gás aumenta, as interações entre as fases assim como as características geométricas das bolhas se modificam, acarretando importantes efeitos fluidodinâmicos. O movimento e as características das bolhas nestes sistemas oscilam constantemente, caracterizando um comportamento fluidodinâmico transiente.

Na área de tratamento de efluentes líquidos por flotação, para o aumento da capacidade (taxa de aplicação) das unidades existentes, (assim como ocorre nos processos de tratamentos de finos de minérios) é desejável o uso simultâneo de bolhas de tamanho intermediário (entre 100 e 600  $\mu\text{m}$ ), de microbolhas ( $<100 \mu\text{m}$ ) e de nanobolhas ( $<10 \mu\text{m}$ ).

Devido ao fato de que ainda não foram obtidos controles precisos das distribuições de diâmetros de bolhas e da fração de volume de ar nas misturas contidas ao longo das colunas, que são propriedades que interferem fortemente na fluidodinâmica da fase líquida, muitos autores enfatizam a importância da investigação do efeito dessas variáveis, para o domínio aprimorado da operação desses equipamentos.

Dentre as muitas ferramentas e técnicas que foram desenvolvidas para possibilitar estas investigações, o uso de traçadores é um exemplo de tecnologia experimental aplicada nos estudos de fluidodinâmica de colunas de bolhas. Com o advento de computadores de alta velocidade e com grande capacidade de memória, a técnica da fluidodinâmica computacional tornou-se outro exemplo de tecnologia versátil muito utilizada para a investigação de fenômenos hidrodinâmicos.

Mesmo em suas configurações geométricas mais simples, as colunas de bolhas fornecem ambientes para interações hidrodinâmicas bastante complexos. Devido a isto, para a modelagem e a simulação de sua fluidodinâmica, as equações fundamentais de transporte devem ser associadas aos parâmetros globais representativos do sistema. A correta determinação desses parâmetros é de suma importância para o projeto e o aperfeiçoamento desse tipo de equipamento.

Em função da grande complexidade desses sistemas, as propriedades fluidodinâmicas de equipamentos de geometrias mais elaboradas foram pouco estudadas. Assim como nas colunas de geometria simples, variáveis operacionais como as vazões de alimentação de

líquido e gás bem como a de recirculação da fase contínua interferem diretamente nas características fluidodinâmicas das fases em seu interior. Sendo assim, a importância da compreensão dos princípios que relacionam essas variáveis com as propriedades do sistema justifica os esforços, pois os diferentes comportamentos fluidodinâmicos obtidos garantem diferentes desempenhos na realização das tarefas destinadas a esses equipamentos.

Procurando contribuir com tal entendimento, neste trabalho, uma coluna de flotação do laboratório de sistemas particulados desta instituição, extensamente utilizada para estudos de beneficiamento mineral, foi modificada para a operação tanto por ar dissolvido quanto por ar disperso. Essa coluna, diferentemente de muitas das reportadas na literatura científica, possui uma complexidade geométrica que permite diferentes intervenções sobre os comportamentos fluidodinâmicos das fases em distintas seções da mesma. De posse do conhecimento dessas propriedades torna-se possível propor diferentes aplicações para este equipamento.

Sendo assim, este estudo de fluidodinâmica de coluna de bolhas, tem como objetivos principais:

- Analisar as características fluidodinâmicas de uma coluna de bolhas, por meio de técnicas experimentais e de CFD, nos aspectos fundamentais e nas aplicações na separação de misturas oleosas e beneficiamento de minério fosfático fino;
- Baseado nos conhecimentos adquiridos sobre a fluidodinâmica da coluna, investigar:
  - para a geometria estudada, as condições operacionais que apresentam os melhores desempenhos no tratamento de uma emulsão efluente oleosa de baixa concentração, com o uso de um polímero floculante;
  - a importância das propriedades geométricas da coluna de bolhas sobre a taxa de recuperação, por inversão de fases, de óleo de soja emulsificado em água;
  - as relações entre algumas variáveis operacionais que interferem na fluidodinâmica do sistema e o desempenho da coluna no beneficiamento de finos de minério, por ar dissolvido.

Isto posto, o desenvolvimento desta tese contempla dois estágios, sendo o primeiro referente ao estudo da fluidodinâmica da coluna de bolhas e o segundo corresponde à análise de aplicações da mesma no tratamento de misturas oleosas e no beneficiamento de minérios.

O estudo de fluidodinâmica da coluna de bolhas foi dividido em duas subseções. Na primeira subseção, a experimental, foram aplicadas técnicas de medidas de distribuição de diâmetros de bolhas, de *hold up* de gás e de dispersão da fase líquida. Na segunda subseção

foi realizado um estudo de fluidodinâmica de bolhas via CFD, utilizando o software comercial FLUENT®-6.1-18.

As etapas que compõem o estudo em CFD de colunas de bolhas foram: a) Verificação do modelo computacional para a coluna operando em regime semi-batelada, com bolhas produzidas por insuflação de ar através de uma matriz porosa de formato cônico. b) Verificação do modelo computacional da coluna de bolhas operando em regime permanente e operando com microbolhas. c) Outros estudos de simulação de colunas de bolhas.

O estudo de aplicações da coluna de bolhas operando por ar dissolvido foi dividido em três subseções, nelas são exploradas duas técnicas de separação de misturas oleosas e os testes de beneficiamento de minério apatita.

## CAPÍTULO II

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Independente das aplicações, em sistemas gás-líquidos mais comuns, agitados ou não, quando a fase contínua é um fluido e a discreta é constituída de bolhas de gás, a depender da relação entre a altura e o diâmetro deste equipamento, este pode ser classificado como uma coluna de bolhas.

#### 2.1. – Características Fluidodinâmicas de Colunas de Bolhas

Segundo KANTARCI *et al.* (2004) é de consenso entre os pesquisadores que colunas de bolhas são equipamentos de simples operação, mas que apresentam uma fluidodinâmica muito complexa. Os estudos experimentais de escoamentos em colunas de bolhas se concentram nos estudos do regime de operação e sua influência na fluidodinâmica das fases, nos estudos de *hold up* e efeitos geométricos sobre esta variável, bem como nos estudos da influência das características das bolhas sobre a hidrodinâmica do sistema água-ar e nas características de transferência de calor e massa.

##### 2.1.1. - Regimes de operação de colunas de bolhas

As características da fluidodinâmica de uma coluna de bolhas têm um efeito significativo sobre o seu desempenho. De acordo com as investigações experimentais o regime de operação de uma coluna de bolhas é principalmente função da velocidade de escoamento das fases gasosa e líquida.

O regime de fluxo borbulhante, também chamado de regime de escoamento homogêneo, é obtido com a fase contínua estagnada e a baixas velocidades superficiais da fase gasosa, cerca de menos de 5 cm/s para colunas operando em semi-batelada (HILLS, 1974; FAN, 1989; SCHUMPE e GRUND, 1986). As bolhas nesse regime sobem através da coluna a uma velocidade praticamente constante (geralmente entre 18 e 24 cm/s) e estão bem distribuídas ao se considerar secções transversais da coluna. O tamanho das bolhas é quase

que exclusivamente determinado pelo método de produção das mesmas e pelas propriedades do sistema que as contém (SANTOS, 2005; DIONÍSIO, 2008).

Com o aumento gradativo na vazão de entrada de ar, o fluxo homogêneo de bolhas vai se tornando cada vez menos estável. O aumento da fração volumétrica de ar promove a coalescência das bolhas formando bolhas maiores. Posteriormente as bolhas de maior tamanho formadas, ascendendo em maiores velocidades sofrem cisalhamento e faz com que neste meio sejam formadas bolhas de diversos diâmetros. Este estado onde há a convivência simultânea de bolhas de diversos tamanhos é denominado de regime heterogêneo. No regime heterogêneo observa-se uma maior turbulência, com intensa recirculação interna de ambas as fases. THORAT e JOSHI (2004) relataram que a velocidade superficial da fase gasosa em que ocorre a transição de regime de escoamento depende das dimensões da coluna (diâmetro, altura), do tipo de dispersor e das propriedades físicas do sistema.

Com base na Figura 2.1 é possível visualizar os padrões mais comuns de escoamento nos regimes fluidodinâmicos nas colunas de bolhas.

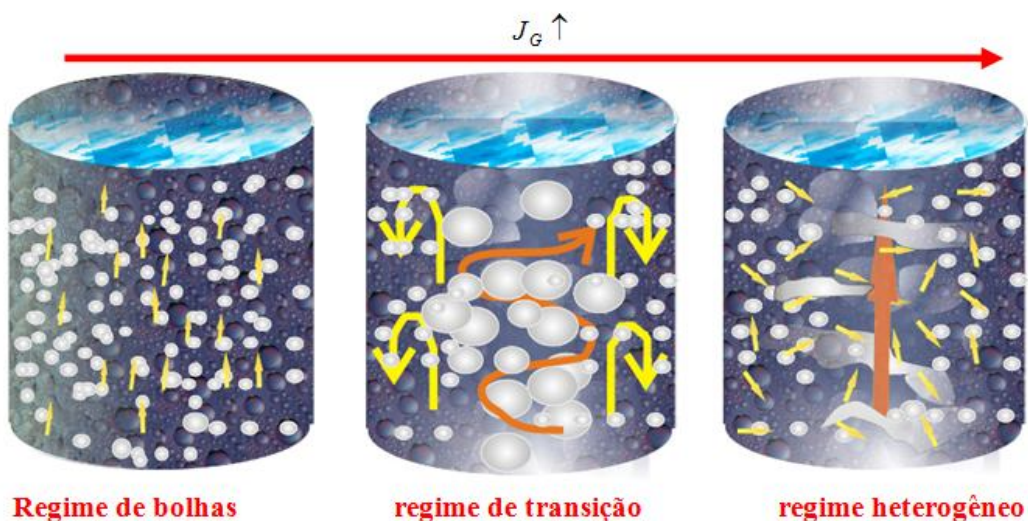


Figura 2.1 - Regimes de operação (adaptado de WILD et al, 2003)

O regime de operação é fator determinante no desempenho de uma coluna de bolhas e a transição de regime é um processo gradual (HYNDMAN *et al.*, 1997).

JACKOBSEN et al, 2005 apresentam as regiões do escoamento em regime de transição de uma coluna de bolhas e estas estão ilustradas na Figura 2.2, em um esquema bidimensional e outro tridimensional. Nesta figura se destacam as regiões de recirculação, os fluxos ascendentes e descendentes das fases, a pluma central, os vórtices, as bolhas de

diferentes diâmetros, e a região de ascensão de bolhas rápidas. Um aumento na frequência de ascensão das bolhas de maior tamanho provoca um sensível aumento na recirculação da fase líquida e consequentemente promove o aumento no arraste de bolhas de tamanho diminuto no sentido vertical descendente e especialmente das que se localizam próximas às paredes.

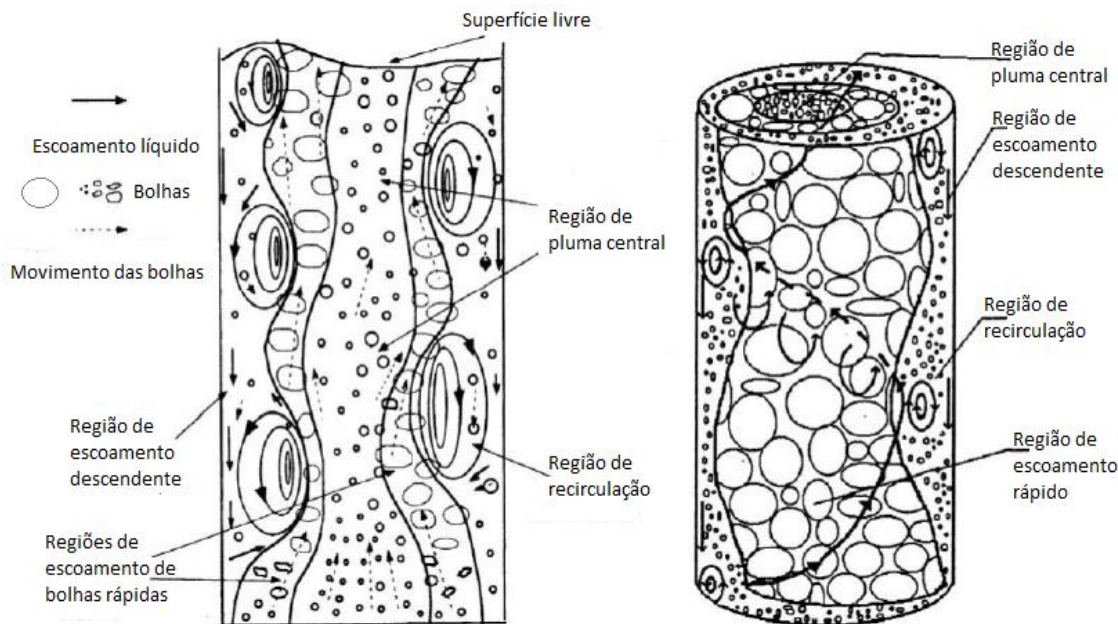


Figura 2.2 - Esquema de escoamento bi e tridimensional de uma coluna de bolhas (adaptado de JAKOBSEN *et al.* 2005)

Uma classificação padrão para os formatos das bolhas é descrita por CLIFT *et al.* (1978):

- “Esférica”: Se a razão entre o menor valor de diâmetro medido e o maior, para a mesma partícula estiver acima de 0,9, bolhas ou gotas são consideradas esféricas. Geralmente esta relação de diâmetros ocorre quando as forças de tensão e/ou viscosas são mais relevantes do que as forças gravitacionais.

- “Elipse”: São denominadas elipsoidais as bolhas que se apresentam achatadas nos pólos, porém suas formas podem diferir grandemente de uma elipse. É bastante comum que bolhas e gotas elipsoidais sofram alterações periódicas em suas relações de diâmetros.

- “Calota” ou “Touca”: Quando Bolhas ou gotas são suficientemente grandes tendem a se achatar e aparentam serem frações volumétricas de cortes transversais das formas esféricas e elipsoidais (calota esférica ou calota elipsoidal).

Segundo SANTOS (2005), muitos autores apresentaram a correlação gráfica generalizada (Figura 2.3) para as formas dos particulados não rígidos em termos da razão

entre forças gravitacionais e tensões superficiais (número de Eötvös,  $Eo$ ) e a razão entre forças inerciais e forças viscosas (número de Reynolds,  $Re$ ).

As equações 2.1, 2.2 e 2.3, respectivamente, permitem os cálculos dos adimensionais  $Eo$ ,  $Mo$  (número de Morton) e  $Re$ . Também há esboços dos formatos das bolhas descritas na Figura 2.3.

$$Eo = \frac{g * \Delta\rho * d_b^2}{\sigma} \quad (2.1)$$

$$Mo = \frac{g * \mu_l^4 * \Delta\rho}{\rho_l^2 \sigma^2} \quad (2.2)$$

$$Re = \frac{d_b * J_{rel}^\infty * \rho_c}{\mu_c} \quad (2.3)$$

onde:

$g$  é a aceleração da gravidade

$\sigma$  é a tensão superficial

$d_b$  é o diâmetro da bolha

$\Delta\rho$  é a diferença de densidade entre as fases

$J_{rel}$  é a magnitude do vetor velocidade relativa entre as fases para uma bolha isolada

$\mu_l$  é a viscosidade do líquido

$\mu_c$  é a viscosidade do gás

$\rho_c$  é a densidade do gás

$\rho_l$  é a densidade do líquido

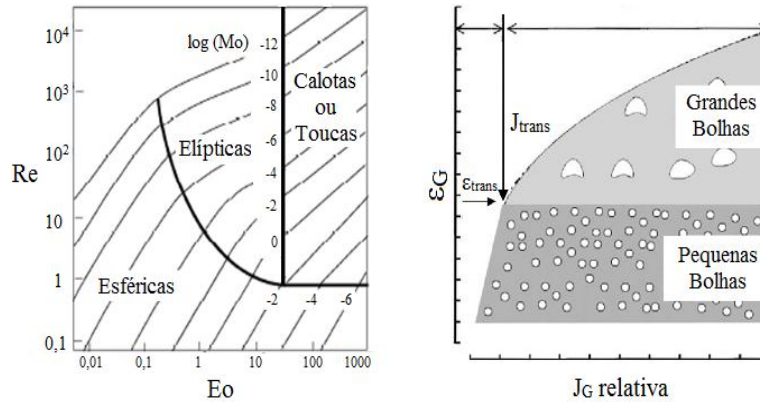


Figura 2.3 - Correlação entre números adimensionais e formas das partículas. (adaptado de CLIFT *et al.* 1978)

### 2.1.2 - Propriedades das dispersões gás-líquido

As propriedades das dispersões gás-líquido incluem as velocidades superficiais de gás ( $J_G$ ) e de líquido ( $J_L$ ), o *hold up* de gás ( $\epsilon_G$ ), a estimativa do fluxo superficial de bolhas ( $S_b$ ) e



o tamanho de bolha ( $d_b$ ) (normalmente o diâmetro médio de Sauter,  $d_{[3,2]}$ ) (FINCH *et al.*, 1995).

#### *As velocidades superficiais de gás e líquido*

A velocidade superficial de gás ( $J_G$ ) é definida pela Equação 2.4 como:

$$J_G = \frac{Q_{ar}}{A} \quad (2.4)$$

onde:

$Q_{ar}$  é a vazão de gás (ar); e  
 $A$  é a área da seção transversal do equipamento.

O  $J_G$  é a medida da capacidade de aeração da coluna e é um parâmetro que permite a comparação entre colunas de diferentes diâmetros. As medições do  $J_G$  tem sido realizadas principalmente pela captura do gás em um cilindro graduado (GORAIN *et al.*, 1996; BURGESS, 1997; DEGLON *et al.*, 2000) ou com métodos alternativos para quantificação do volume de gás capturado pelo cilindro (YIANATOS *et al.*, 2001; GRAU e HEISKANEN, 2003).

Para condições típicas de operação a velocidade superficial do gás situa-se entre 1 e 3 cm/s.

A velocidade superficial média do gás ( $J_G^*$ ) entre dois pontos da coluna, à pressão  $P_c$  e  $P_t$ , está relacionada com a velocidade superficial do gás em condições padrão ( $J_G$ ) através da Equação (2.5):

$$J_G^* = \frac{P_c J_G \ln\left(\frac{P_t}{P_c}\right)}{(P_t - P_c)} \quad (2.5)$$

sendo que:

$P_c$ : Pressão absoluta no “*overflow*” da coluna;  
 $P_t$ : pressão absoluta em qualquer ponto da coluna.

A velocidade superficial máxima do ar utilizada em uma coluna de bolhas está limitada por:

- Arraste excessivo de líquido – um acréscimo da velocidade superficial do gás ( $J_G$ ) acarreta num aumento do arraste de líquido para as seções superiores da coluna reduzindo o *hold up* de gás;
- Perda do regime de escoamento – o aumento da velocidade superficial do gás ( $J_G$ ) pode acarretar a mudança de regime de escoamento da coluna de pistão (*plug flow*) para mistura perfeita. Como apresentado anteriormente, esta alteração de regime de escoamento é ocasionada pelo aumento do tamanho das bolhas em função do aumento da vazão de gás;
- Insuficiência do aerador – o projeto do sistema de aeração prevê a operação em uma determinada faixa de vazão de gás. Em função disto, não é possível trabalhar com valores de velocidade superficiais de gás ( $J_G$ ) superiores aos especificados no projeto;
- Aumento do tamanho de bolhas - o aumento da velocidade superficial de gás ( $J_G$ ) acarreta um acréscimo no diâmetro das bolhas geradas.

A velocidade superficial de líquido é definida como a razão entre a vazão da fase líquida e a área da seção transversal do ducto por onde este escoar. Seu valor pode ser calculado pela Equação 2.6.

$$J_L = \frac{Q_L}{A} \quad (2.6)$$

onde:

$Q_L$  é a vazão de água

$A$  é a área da seção transversal do equipamento.

Segundo CLIFT (1978) a equação que relaciona as velocidades superficiais com a velocidade superficial da bolha isolada é:

$$J_{rel}^{\infty} = 1,53 * \left( \frac{\sigma^* g}{\rho_L} \right)^{0,25} \quad \text{com} \quad J_{rel} = J_{rel}^{\infty} (1 - \varepsilon)^1 \quad (2.7)$$

*O hold up de gás*

Quando o gás é introduzido no equipamento ocorre o deslocamento (aumento) do nível da fase líquida. A fração volumétrica deslocada, ou seja, a fração de gás na mistura gás-líquido ou gás-polpa, é chamada de *hold up* de gás ( $\varepsilon_G$ ) e é definida como:

$$\varepsilon_G = \frac{V_G}{V_G + V_L} \quad (2.8)$$

onde:

$V_G$  = volume de gás;

$V_L$  = volume de líquido.

As medidas de *hold up* de gás podem ser realizadas de diferentes maneiras. Conforme detalhado por DOBBY (1986), os métodos dividem-se em *hold up* total e *hold up* local (numa dada seção). Segundo DOBBY (1986) o método da diferença de pressão (entre duas posições axiais) é o mais simples e para sistemas gás-líquido o  $\varepsilon_G$  pode ser calculado pela equação:

$$\varepsilon_G = 1 - \frac{\Delta P}{\rho_{SL} * g * L} \quad (2.9)$$

sendo que:

$\Delta P$  é a diferença de pressão entre dois pontos;

$\rho_{SL}$  é a densidade da mistura entre esses pontos;

$L$  é a distância entre os pontos das medidas de pressão;

$g$  é a aceleração da gravidade.

Existem diversos trabalhos concernentes à influência das dimensões da coluna (altura  $H$ , diâmetro  $D$ , e a razão  $A = H/D$ ) nos valores de  $\varepsilon_G$  (FORRET *et al.*, 2003).

Segundo KANTARCI *et al.* (2005) os principais fatores que afetam o *hold up* de ar das colunas de bolhas são: velocidade superficial do gás, propriedades da fase líquida, dimensões da coluna, condições de operação (temperatura e pressão) e o tipo do distribuidor da fase gasosa. O distribuidor da fase dispersa determina o tamanho inicial das bolhas da coluna.

Segundo DECKWER (1992) quando um prato sinterizado é utilizado, inicialmente existe uma relação linear entre a velocidade superficial de entrada do gás  $J_G$  e o *hold up*  $\varepsilon_G$ . À medida que  $J_G$  aumenta  $\varepsilon_G$  passa por um máximo, depois por um mínimo local e em seguida volta a aumentar, porém a uma menor taxa. Para SANTOS (2005), com um distribuidor caracterizado por ser do tipo de prato perfurado, a relação entre as variáveis é diferente, onde a inclinação da curva de  $J_G$  vs  $\varepsilon_G$  varia continuamente na região de baixa  $U_G$ , indicando a presença cada vez mais intensa de bolhas maiores.

Para altos valores de  $J_G$ , as curvas tendem a convergir, indicando uma diminuição da importância em diferenciar-se entre os tipos de distribuidores utilizados (DECKWER, 1992).

As propriedades da fase líquida influenciam as características de formação e condições de quebra e coalescência das bolhas, alterando  $\varepsilon_G$ , e modificando a faixa de transição entre regimes de operação. Um aumento na viscosidade do líquido resulta no aparecimento de bolhas maiores, diminuindo assim o valor de  $\varepsilon_G$  (LI e PRAKASH, 1997).

É comumente aceito que a elevação da pressão de operação conduz a maiores valores de  $\varepsilon_G$ . Apesar de alguns artigos não denotarem a temperatura como fator significativo, DECKWER *et al.* (1980), reportaram em seu trabalho ter observado um aumento no valor de  $\varepsilon_G$  com a temperatura até certo ponto, a partir do qual ela deixa de ser importante (efeito sobre a viscosidade da fase contínua e dispersa).

BOUAIFI *et al.* (2001) declarou que há uma relação inversa entre o tamanho das bolhas e valores de  $\varepsilon_G$ .

Devido às constantes oscilações nos perfis de velocidades e frações volumétricas o cálculo da média e dos intervalos de oscilações dos parâmetros proporciona uma melhor avaliação dessas propriedades, como mostrado na Figura 2.4. Esta metodologia foi adotada por VAN BATEN *et al.* (2004-a).

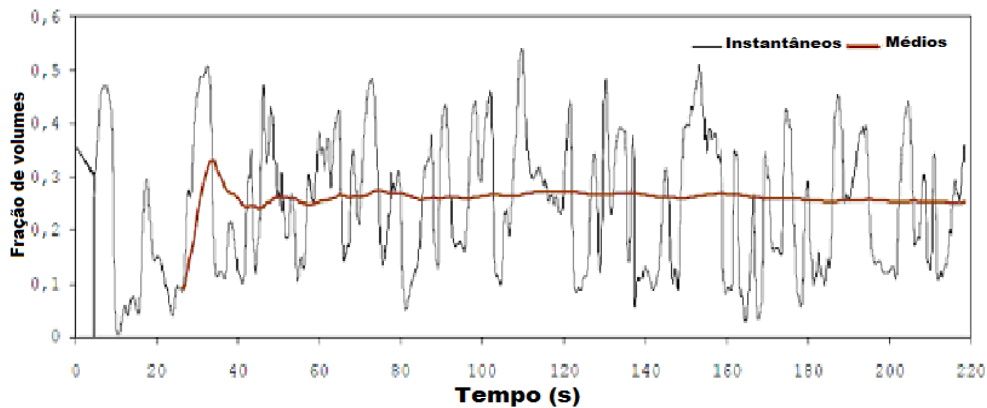


Figura 2.4 – Valores instantâneos e médios de frações volumétricas em uma posição axial de uma coluna de bolhas (adaptado de VAN BATEN *et al.*, 2004-a)

#### *A taxa superficial de bolhas*

Combinando a área superficial de bolhas (função do tamanho de bolha) com o  $J_G$  obtém-se o parâmetro taxa superficial de bolhas ( $S_b$ ) que pode ser obtido segundo a equação:

$$S_b = \frac{6J_G}{d_{[3,2]}} \quad (2.10)$$

onde:

$S_b = ((m^2 \text{ bolha/s})/m^2 \text{ de equipamento})$ .

O  $S_b$  é um parâmetro emergente para descrever as propriedades de colunas de bolhas (GORAIN *et al.*, 1997). A taxa superficial de bolhas indica a capacidade do equipamento de transportar sólidos para a zona de espuma. Entretanto a determinação do  $S_b$  é bastante complexa, pois depende da determinação precisa de outros parâmetros como o  $J_G$  e o  $d_{[3,2]}$ .

### *O tamanho de bolhas*

Muitos autores afirmam que a distribuição de diâmetro de bolhas é a propriedade que mais influencia na fluidodinâmica dos sistemas gás-líquido. Esta propriedade determina tanto o regime de escoamento quanto a área de contato para todos os fenômenos de superfície.

O tamanho das bolhas é normalmente representado pelo diâmetro médio de Sauter ( $d_{[3,2]}$ ) e a Equação 2.11 apresenta o método padrão de cálculo de seu valor:

$$d_{[3,2]} = \frac{\sum n_i d_{bi}^3}{\sum n_i d_{bi}^2} \quad (2.11)$$

onde:

$d_{bi}$  = diâmetro de bolha;

$n_i$  = número de bolhas com o diâmetro  $d_{bi}$ .

Em sistemas convencionais, bolhas de tamanho médio (500 A 2000  $\mu m$ ) podem ser obtidas pela insuflação de ar por matrizes porosas. Em alguns dos sistemas, em que são exigidos altos desempenhos, é necessário o uso de bolhas de tamanho reduzido consorciado às bolhas de tamanho médio.

### **2.1.3 - Geração de bolhas de tamanho reduzido**

Os processos eletrolíticos e os que envolvem a cavitação de gases em líquidos são dois dos processos mais comumente utilizados para a produção de bolhas de tamanho milimétrico e nanométrico.

Os processos eletrolíticos baseiam-se na geração de bolhas de hidrogênio e de oxigênio nas superfícies de eletrodos durante a eletrólise da água.

Dentre as técnicas que envolvem a cavitação, a técnica de precipitação de bolhas consiste na saturação de água pressurizada, com um gás, e posteriormente, através da passagem por uma válvula, bocal ou registro agulha descomprimi-la instantaneamente.

Com base na Lei de Henry, a fração de gás dissolvido em água a uma temperatura é proporcional à pressão parcial do gás. Então, o aumento na pressão causa um aumento na solubilidade de gases em líquidos (BOUAIFI *et al.*, 2001)

Tendo reduzida a pressão, o excesso de ar se precipita na forma de minúsculas bolhas e o volume de ar que pode precipitar por volume de água saturada depende de três fatores:

- Da eficiência de saturação (depende principalmente, entre outras coisas, das características físicas do vaso saturador e da forma de operação do mesmo);
- Da composição do ar no saturador. O aumento da pressão parcial do nitrogênio no ar pode reduzir a quantidade teórica de ar no saturado.
- Da eficiência da liberação do ar.

As cavidades formadas requerem tempo para atingir o tamanho de microbolhas após a pressão ser reduzida na constrição (RIKAART, 1995 *apud* FAN *et al.*, 2010).

Sendo assim, é possível afirmar que o processo de formação das microbolhas envolve duas etapas: a nucleação e o crescimento. Ainda segundo RIKAART (1995), o fenômeno de “dessorção” do gás dissolvido com formação de bolhas é freqüentemente chamado cavitação ou nucleação.

Núcleos gasosos (cavidades) podem ser gerados de acordo com os princípios da cavitação, por um forte cisalhamento (ou alta turbulência) e altas velocidades de fluido (fenômenos que ocorrem em constritores de fluxo), os quais criam flutuações de pressão necessárias no seio do líquido para que em alguns pontos a pressão local diminua até o valor da pressão de vapor da água (ZHOU *et al.*, 1994 *apud* FAN *et al.*, 2010).

FAN *et al.* (2010) relata que estudos do crescimento e nucleação de bolhas, reportados por TAKAHASHI *et al.* (1979), mostraram que a energia mínima a ser transferida para fase líquida para formar bolhas pelo fenômeno da cavitação (surgida da turbulência do líquido) será menor quando a tensão interfacial ar/líquido for menor. Estas observações indicam que a nucleação é iniciada em locais onde as forças intermoleculares momentaneamente se reduzem drasticamente (menor tensão superficial).

DUPRE *et al.* (1998) e FAN *et al.* (2010), observaram a formação exclusiva de bolhas no seio da fase líquida ao despressurizar água saturada utilizando uma constrição constituída de material hidrofílico, mas também ocorrendo em pontos específicos da superfície do tubo ao utilizar tubos hidrofóbicos. Esta observação sugere que a nucleação de bolhas depende da hidrofobicidade das superfícies presentes no meio em que ocorre a descompressão. FAN *et al.* (2010) relata que segundo LUBETKIN (2003), a rugosidade das superfícies da constrição é outro fator que influencia na nucleação gasosa a partir de soluções supersaturadas.

ENGLERT (2008) relata que evidências diretas e indiretas relativas à existência de nanobolhas em superfícies hidrofóbicas têm sido bastante estudadas (ATTARD, 2003; ATTARD *et al.*, 2002; CARAMBASSIS *et al.*, 1998; KIM *et al.*, 2000; LOU *et al.*, 2002; MILLER *et al.*, 1999; SIMONSEN *et al.*, 2004; ZANG *et al.*, 2008). Segundo MISHCHUCK *et al.*, (2006), a presença destas nanobolhas na superfície de partículas hidrofóbicas possui um efeito significativo na interação bolha-partícula. Entretanto ZHANG *et al.*, (2008) demonstraram experimentalmente que nanobolhas não estão sempre presentes na interface entre uma superfície hidrofóbica e a água, mas podem ser formadas durante a diminuição súbita da solubilidade do gás.

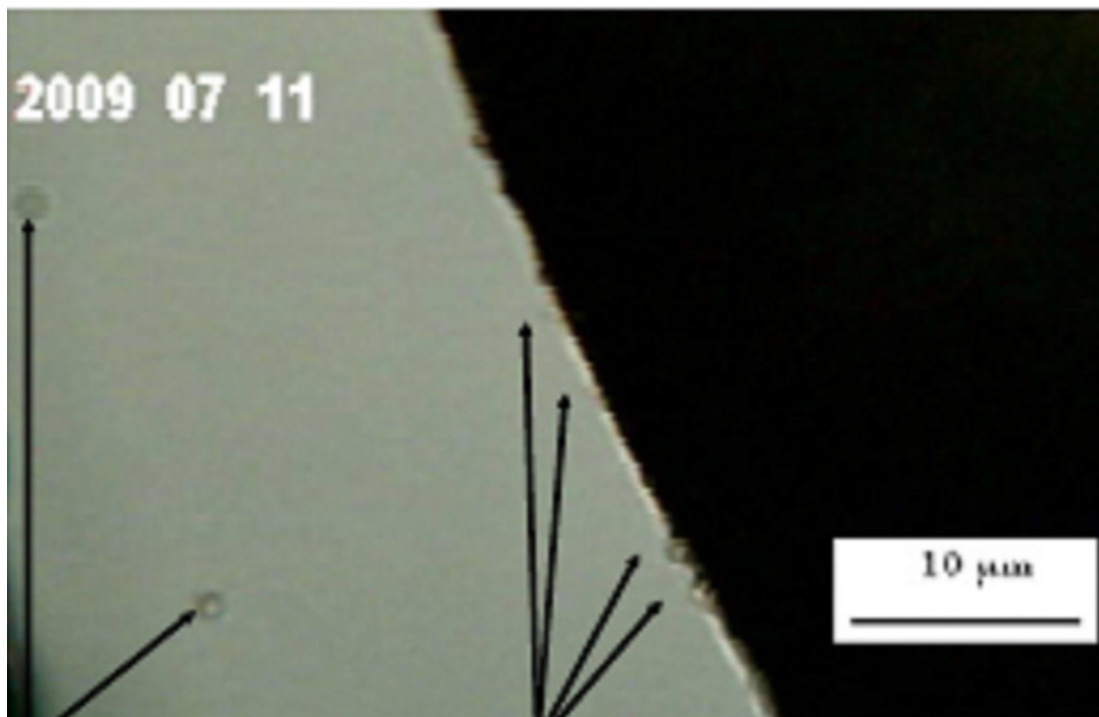


Figura 2.5 – Nanobolha gerada em água e sobre a superfície hidrofóbica da partícula (FAN *et al.*, (2010))

Em seu trabalho, FAN *et. al.* (2010), definem nanobolhas como bolhas com diâmetros de até 5  $\mu\text{m}$  que especialmente podem ser produzidas por cavitação e com o uso de surfactantes (tensoativos). A Figura 2.5 é uma foto ilustrativa das nanobolhas geradas no leito líquido e na superfície hidrofóbica de uma partícula mineral, regiões supostamente de menor tensão superficial.

Picobolhas são referidas como bolhas ou núcleos gasosos de tamanho menor que 1 nanometro, podendo ser geradas por ultrassom ou cavitação hidrodinâmica (TAO, 2004; TAO et al., 2008).

O regime de escoamento após a constrição é fator crítico no crescimento e tamanho final da bolha, visto que tubulações longas após a constrição permitem a coalescência.

Industrialmente utilizam-se dispositivos como: válvulas (agulha), bocais ou estreitamentos, placas de orifícios simples ou multiperfurados. O objetivo deles é aumentar a velocidade do escoamento e iniciar a cavitação seguida da nucleação de bolhas. Para RIKAART e HAARHOFF (1995) o número e tamanho das bolhas formadas em um determinado volume de água é função das características físicas do sistema (pressão de saturação, temperatura, tipo de válvula) e das características químicas do efluente (tensão superficial e presença de eletrólitos).

#### *Os bocais difusores*

ZABEL (1984) comparou dois diferentes tipos de dispositivos de liberação de recirculação, sendo um deles constituído de um bocal patenteado pelo Water Research Center (WRC), Inglaterra, outro, constituído de uma válvula agulha (PIOLTINI, 2009). Ele pôde então verificar que em ambos os casos o diâmetro das bolhas esteve na faixa de 10 a 120  $\mu\text{m}$ .

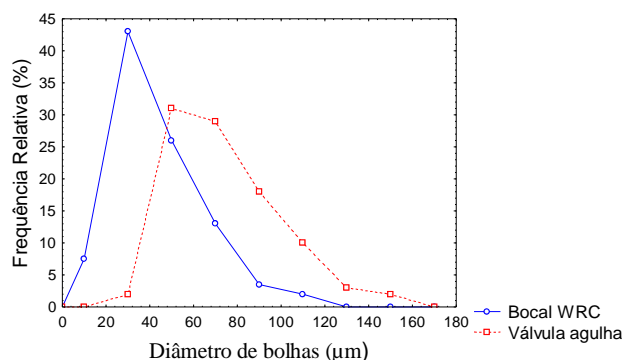


Figura 2.6 - Distribuição de tamanho de bolhas produzidas por válvula agulha e bocais tipo WRC (adaptado de ZABEL, 1984)



Segundo PIOLTINI (2009), ZHANG *et al.* (2008) desenvolveram estudo para projeto de um bocal aperfeiçoado, ilustrado na Figura 2.7. Os ensaios foram realizados com a utilização de um bocal constituído por uma região de constrição primária (D1, L1) e por um envoltório cilíndrico (D2, L2).

Segundo os autores, a água saturada é forçada através da constrição primária, aumentando sua velocidade e reduzindo sua pressão (efeito Bernoulli), o que proporciona a formação de nanobolhas. Já o envoltório cilíndrico confina o jato borbulhante, controlando a taxa de coalescência entre as bolhas e consequentemente, a distribuição de seu tamanho.

No trabalho de ZHANG *et al.* (2008), após a escolha da configuração ótima do bocal (D1 = 1 mm; L1 = 14 mm; D2 = 5mm; L2 = 50 mm), adicionou-se um envoltório externo. Esse reduziu o nível de turbulência na parte final do bocal, permitindo a dissipação da energia cinética, minimizando a fragmentação dos flocos na zona de contato e promovendo a formação dos “clusters”. Segundo este estudo, o comprimento do envoltório externo não é considerado crítico e seu diâmetro deve ser 250 mm.

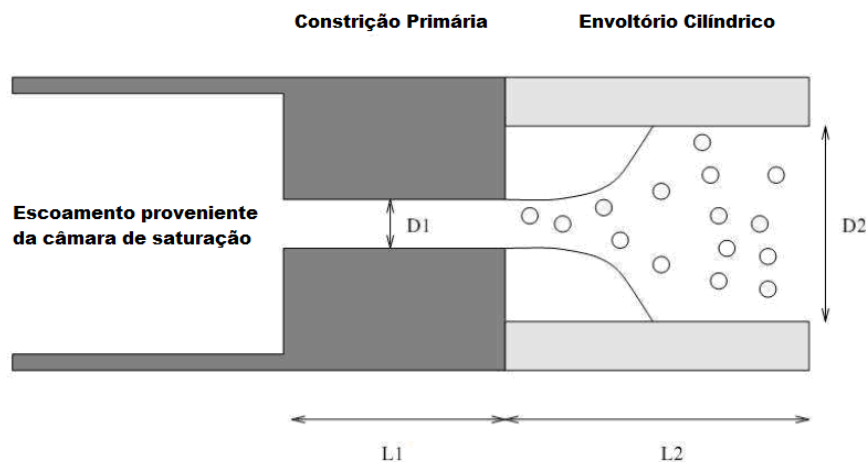


Figura 2.7 – Esquema da configuração de bocal mostrando a região de constrição primária e do envoltório cilíndrico (adaptado de ZHANG *et al.*, 2007)

Neste trabalho, ZHANG *et al.* (2008) concluíram que o novo bocal pode ser operado em câmaras de saturação com baixas pressões, reduzindo em 30% o consumo de energia e devido ao aumento do aglomerado bolhas-flocos, a utilização deste bocal permite que 20% a mais de água possam ser tratadas.

RYKAART e HAARHOFF (1995) analisaram a distribuição do tamanho de bolhas para as três diferentes variações de bocais de injeção de ar representadas na Figura 2.8 com ensaios realizados em uma câmara de saturação. Todos os experimentos foram realizados para

pressões de saturação de 2,0 e 5,0 atm. Os ensaios propiciaram as seguintes conclusões: a) na pressão de 2 atm., a distância entre a superfície de contato e a saída do bocal não tem efeito significativo no diâmetro médio da bolha, diferentemente do ensaio realizado a 5 atm, onde constatou-se uma grande diminuição no tamanho das micro bolhas abaixo da distância de 10 mm; b) a fração de macro bolhas é superior a 3% para a pressão de 2 atm e aumenta linearmente com a distância da superfície para a pressão de 5,0 atm, c) para superfície de contato muito próxima do bocal (5 mm), a energia cinética é abruptamente dissipada, diminuindo a coalescência entre as bolhas. d) a presença da curva diminui a fração de macro-bolhas pela sua quebra em seu interior. e) a presença de uma saída em forma de cone reduz o tamanho médio e a fração de macro bolhas.

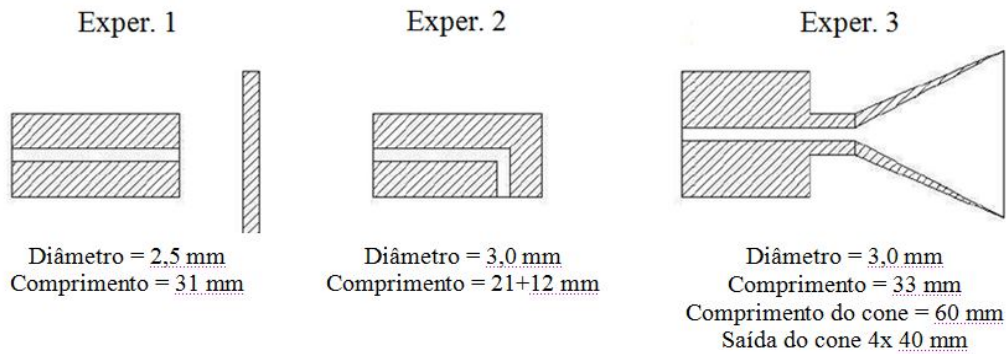


Figura 2.8 – Tipos de bocais difusores testados por RYKAART e HAARHOFF (1995) (adaptado de RYKAART e HAARHOFF, 1995)

#### 2.1.4 - Determinação do tamanho de bolha

Como a distribuição de tamanho de bolhas é uma propriedade importante para a caracterização dos sistemas gás-líquido, a determinação precisa deste parâmetro torna-se essencial para a compreensão das interações físicas que governam esses sistemas.

Segundo DIONÍSIO (2008), nos últimos anos, diversas técnicas e aproximações para avaliação do tamanho de bolhas têm sido reportadas. Alguns métodos mais importantes para a faixa de tamanho de bolha encontrados na flotação de minérios e efluentes (0,01 - 3 mm) incluem: a) análise de imagens adquiridas com células (visores) especiais para captura de bolhas; b) contadores de partículas e outros métodos baseados na condutividade; c) uso de fibra ótica para medir a velocidade da bolha; d) métodos óticos baseados na medida de comprimento de um cilindro de volume equivalente formado quando as bolhas são succionadas por um tubo capilar-UCT (*University of Cape Town*); e) determinação da velocidade de ascensão das bolhas e cálculo

do diâmetro segundo a Lei de Stokes; f) aproximações como o cálculo, a partir de medidas de vazão de gás ( $J_g$ ) e do *hold-up*. Já para bolhas de tamanho micrométrico, como as produzidas no processo FAD, a análise de imagem das bolhas coletadas em um amostrador, com o auxílio da microscopia, tem sido empregada com sucesso.

#### *O Método do tubo capilar –UCT (University of Cape Town)*

O método UCT (*University of Cape Town*) consiste em um tubo amostrador conectado a um reservatório de água no qual possui um tubo capilar (Figura 2.9). As bolhas ascendem pelo tubo amostrador até o reservatório. Parte dessas bolhas é succionada pelo tubo capilar ( $\approx 0,5$  a 1mm de diâmetro) e convertidas em cilindros onde seus comprimentos e velocidades são determinados por detectores óticos.

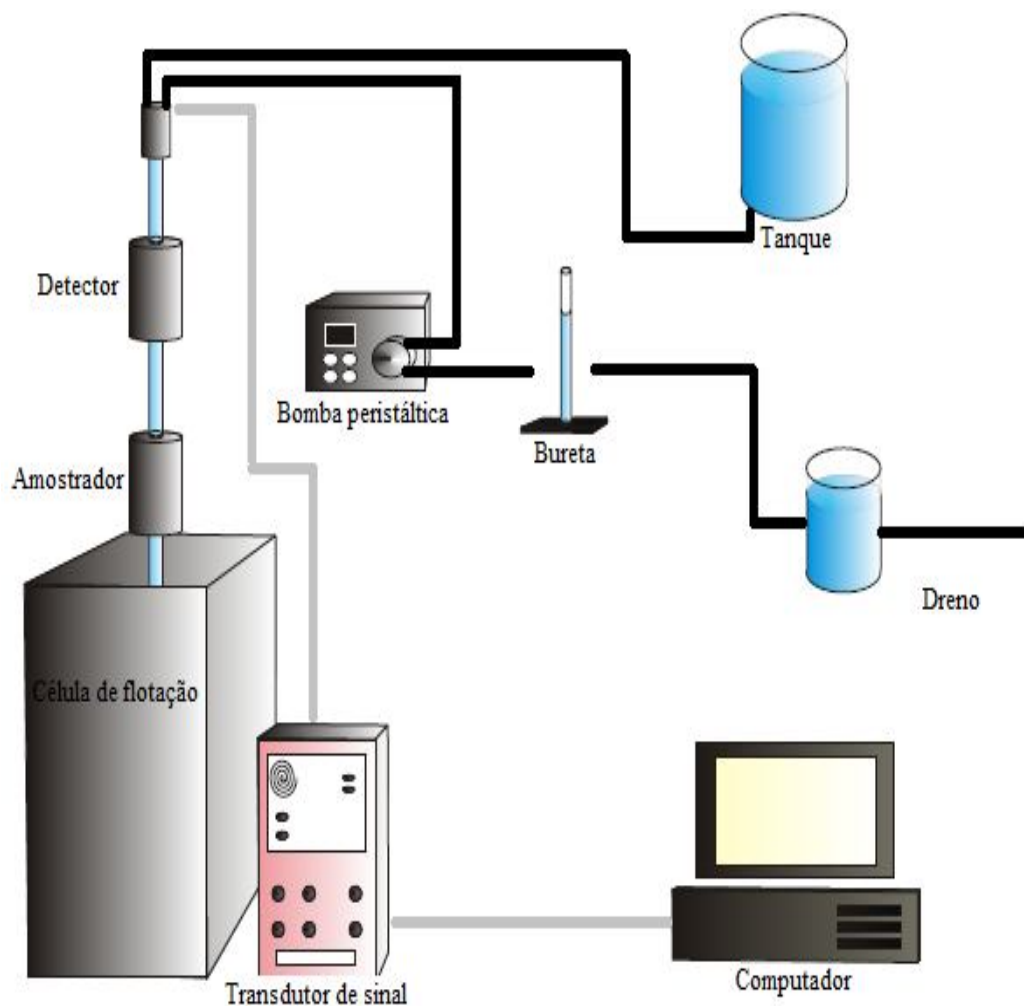


Figura 2.9 - Analisador de bolhas UCT (adaptado de TUCKER *et al.* 1994)

#### *A técnica da McGill University*

Esta técnica baseia-se na amostragem de bolhas em um visor externo onde são fotografadas (Figura 2.10). As medidas das bolhas são feitas por um processo automatizado de análise de imagem. O sistema possui de um tubo conectado ao fundo do visor para a captura das bolhas (amostrador). Como no método UCT, as bolhas ascendem por um tubo amostrador, em condições não-isocinéticas.

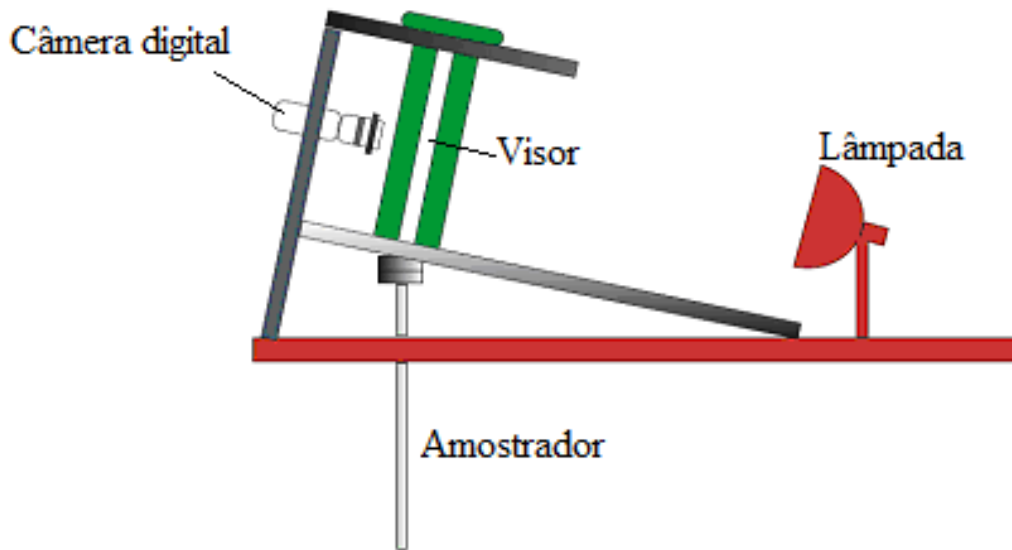


Figura 2.10 – Analisador de bolhas *McGill University* (adaptado de HERNANDEZ-AGUILAR *et al.*, 2003)

O visor é manufaturado em plástico (PVC) com duas janelas de vidro. Para aumentar o contraste da imagem, um difusor é colocado na janela voltada para a fonte de luz. O visor possui um ângulo de  $15^\circ$  para compactar as bolhas.

#### *A técnica HUT (Helsinki University of Technology)*

Este método foi desenvolvido baseado no equipamento sugerido por CHEN *et al.* (2001) e combina amostragem de bolhas em um visor externo onde são obtidas as imagens com uma câmera CCD (Figura 2.11). RODRIGUES (2004) descreve detalhadamente o sistema de amostragem e segundo ele, o equipamento consiste de um visor 20 x 20 cm e 5 cm de profundidade confeccionado em acrílico. Este visor é conectado a um tubo amostrador de

comprimento variável e com 5 cm de diâmetro, confeccionado em acrílico. A outra extremidade do tubo é conectada a uma válvula pneumática.

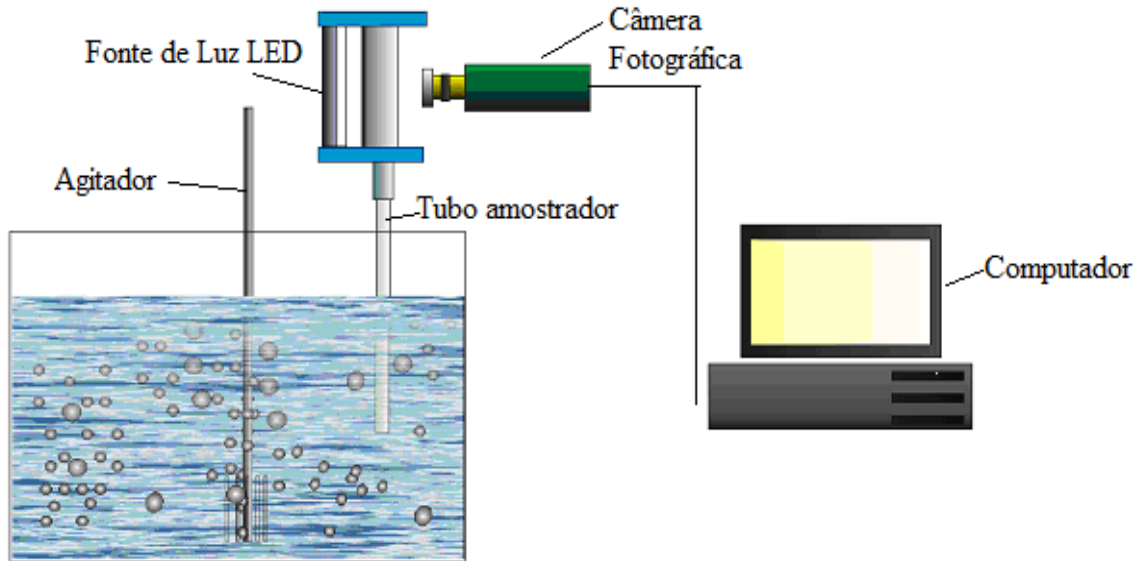


Figura 2.11 – Representação esquemática do HUT analisador de tamanho de bolhas (adaptado de GRAU e HEISKANEN, 2005)

Uma segunda válvula, localizada na parte superior do visor, serve para retirada do ar acumulado e também para inserção de um fio de diâmetro conhecido que é utilizado como escala para calibração das medidas. A fonte de luz foi posicionada atrás do visor. O campo de visão praticado foi de 26 x 35 mm. Nos experimentos de GRAU e HEISKANEN (2002) a faixa de tamanho de bolha detectada variou de 0,2 a 7,8 mm.

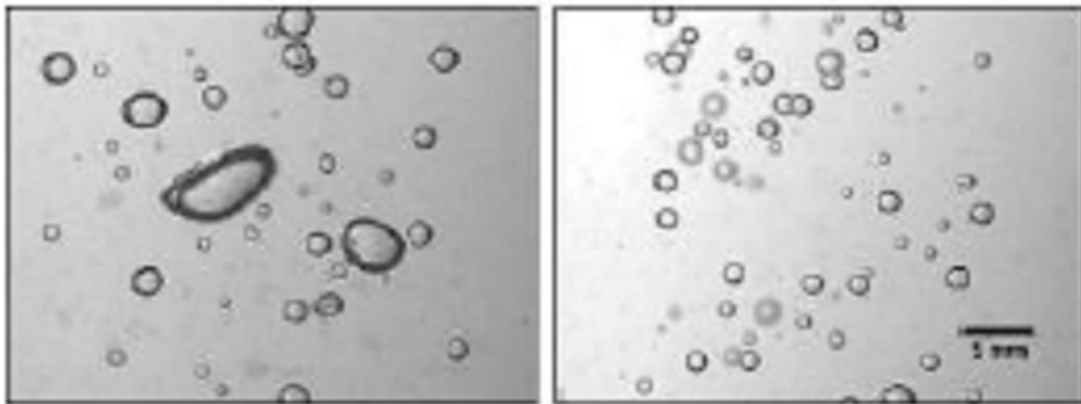


Figura 2.12 – Imagens capturadas pelo método HUT (com a mesma escala) segundo GRAU e HEISKANEN (2002)

STEARNES (2001) relatou em seus experimentos que uma das dificuldades encontradas no método fotográfico para avaliação da distribuição de tamanho de bolha é a presença de bolhas menores do que 100  $\mu$  (macrobolhas). Grandes agrupamentos de pequenas bolhas impossibilitam a determinação precisa da distribuição de tamanhos de bolhas presentes.

### *O método drift flux*

O *drift flux* é um modelo empírico que possibilita estimar o diâmetro médio das bolhas de ar em colunas, baseado essencialmente nos valores do *hold up* do ar e nas velocidades das fases presentes na coluna (DOBBY *et al.*, 1986). O diâmetro das bolhas é estimado a partir das seguintes equações:

$$d_b = \left[ \frac{18 * \mu_{SL} * U_\tau}{g * \Delta \rho} * \left( 1 + 0,15 * Re_p^{0,687} \right) \right]^{1/2} \quad (2.12)$$

$$J_\tau = \frac{J_G}{\varepsilon_g * (1 - \varepsilon_g)^m} - \frac{(J_G + J_L)}{(1 - \varepsilon_g)^m} \quad (2.13)$$

$$m = (4,45 + 18 * (d_b / d_c)) * Re_b^{-0,1} \dots\dots\dots para \_1 < Re_b < 200$$

$$m = 4,45 * Re_b^{-0,1} \dots\dots\dots para \_200 < Re_b < 500$$

$$Re_b = \frac{d_b * J_\tau * \rho_{SL}}{\mu_{SL}} \quad (2.14)$$

onde:

- $d_b$  é o diâmetro médio da bolha;
- $d_c$  é o diâmetro da coluna;
- $J_\tau$  é a velocidade terminal de ascensão das bolhas de ar;
- $\mu_{SL}$  é a viscosidade da mistura;
- $\rho_{SL}$  é a densidade da partícula;
- $g$  é a aceleração da gravidade;
- $Re_p$  é o número de Reynolds das partículas;
- $Re_b$  é o número de Reynolds das bolhas isoladas;
- $\Delta \rho$  é a diferença de densidade entre as fases partícula e bolha;
- $J_G$  é a velocidade superficial do ar;
- $J_L$  é a velocidade superficial do líquido.

### 2.1.5. - Revisão de trabalhos de CFD ligados à modelagem de colunas de bolhas

Segundo DUARTE (2006), o trabalho de RICHARDSON publicado em 1910 é considerado por alguns autores como sendo o pioneiro no desenvolvimento de métodos numéricos aplicados ao estudo da fluidodinâmica. Mas para JOSHI (2001) somente nos últimos 60 anos pesquisadores tem tentado modelar a complexidade do comportamento fluidodinâmico de colunas de bolhas. JOSHI (2001) afirma que o desenvolvimento desses estudos pode ser dividido em três etapas.

Nos modelos da primeira etapa, os fluidos eram considerados invíscidos e nas equações de momento, a contribuição da turbulência era desprezada. Inúmeras simplificações eram feitas para obter-se uma solução analítica do problema.

Nos estudos classificados como pertencendo à segunda etapa, o principal avanço reside na inclusão de termos simplificados para estimar a difusividade turbulenta nos modelos fluidodinâmicos. Nesses modelos assumiam-se os fluxos como unidimensionais, e não eram consideradas interações de forças entre as fases.

Já na terceira etapa, modelos elaborados (por exemplo,  $k-\varepsilon$ , *Reynolds stress*) são utilizados para estimar a difusividade turbulenta. Esses modelos possibilitaram considerar a complexidade das interações e das dissipações viscosas na formulação das equações da continuidade e *momentum*.

Para os estudos de simulação numérica de colunas de bolhas, geralmente utilizam-se na modelagem das fases (líquida e gasosa) a abordagem Euleriana-Euleriana (modelagem da população de bolhas) e Euleriana-Lagrangeana (modelagem de todas as bolhas individualmente) e os problemas de simulação da fluidodinâmica desse tipo de equipamentos estão sendo estudados em três frentes, sendo elas:

- 1ª – estudo dos modelos de interações interfaciais (força de arraste, força *lift*, força de aceleração mássica (SOKOLICHIN *et al*, 2004));
- 2ª – o estudo dos modelos de viscosidade turbulenta;
- 3ª – elaboração de novas correlações baseadas nos procedimentos das médias de Reynolds (JOSHI *et al*, 2001) e pressão (SOKOLICHIN *et al*, 2004) onde relações constitutivas, de cunho empírico ou teórico, são necessárias a fim de satisfazer a definição correta do número de graus de liberdade do modelo final.

Para escoamentos onde a fase dispersa contém altas frações volumétricas, costuma-se usar a abordagem Euleriana-Euleriana, pois, devido à grande complexidade a formulação

Lagrangeana é impraticável. Nela a fase dispersa é considerada como um contínuo interpenetrante e as flutuações na densidade em ambas as fases são desconsideradas, o que transforma a fase dispersa em uma fase contínua (PFLEGER, 1999). Como o volume ocupado por cada fase não pode ser ocupado por outra, surge assim o conceito de frações de volumes. Nos cálculos, essa propriedade de cada uma das fases é considerada função contínua no tempo e no espaço.

Diversos autores têm contribuído com o desenvolvimento da modelagem de colunas de bolhas através da abordagem Euler-Euler CFD utilizando o modelo de viscosidade turbulenta k- $\epsilon$ . A seguir é apresentada uma cronologia para esses estudos:

SOKOLICHIN *et al.* (1997) realizaram simulações de colunas de bolhas utilizando o modelo k- $\epsilon$  de turbulência comparando as abordagens Euleriana e Lagrangeana e notaram que não há diferenças substanciais entre elas se um esquema apropriado de discretização for empregado.

SOKOLICHIN e EIGENBERGER (1999), PFLEGER *et al.* (1999) e DHOTRE e JOSHI (2007) mostraram em seus trabalhos que para se obter uma solução pseudoperiódica e independente da malha, é necessário utilizar simulações tridimensionais. Além disso, os valores da viscosidade turbulenta se aproximam melhor dos valores reais.

JOSHI (2001) e ZHANG *et al.* (2001) obtiveram em seus trabalhos perfis de fluxo de massa para simulação bi e tridimensionais, utilizando um sistema hexaédrico (duto de seção quadrada). Esses perfis apresentaram-se com valores muito semelhantes até 6 s de tempo simulado, depois começaram a divergir, e aos 30 s, embora apresentassem comportamentos semelhantes, a diferença entre os valores destes perfis foi de aproximadamente 60 %.

RANADE e TAYLAIA (2001) utilizando uma abordagem Euleriana-Euleriana e um modelo de turbulência k- $\epsilon$ , investigaram a influência da configuração do distribuidor da fase gasosa na fluidodinâmica de uma coluna de bolhas. Os resultados simulados foram comparados com os dados experimentais presentes em HAQUE *et al.* (1986). O coeficiente de arraste utilizado foi o proposto por SCHWARZ e TUNER (1988), baseado em uma velocidade de escorregamento “*slip*”, que, segundo os autores, somente é apropriada para as zonas de escoamentos totalmente desenvolvidos. Para RANADE e TAYLAIA (2001), isto acarretou discrepâncias nos valores de  $\epsilon_G$  obtidos. A simulação superou o valor experimental em 100% para o caso bidimensional e em 90% para a o caso tridimensional.

DEEN (2001) realizou simulações LES (*Large Eddy Simulation*) e comparou-as com seus trabalhos anteriores, tanto experimentais quanto computacionais. Ele concluiu que as



simulações LES foram capazes de capturar as flutuações no movimento da pluma de bolhas, também observadas experimentalmente. A velocidade e suas flutuações apresentaram-se quantitativamente coerentes com os resultados experimentais.

YANG *et al.* (2003) através de um modelo de arraste para fluxos heterogêneos utilizaram mais de um diâmetro de bolhas para representar a fase gasosa. Com isto eles buscavam a substituição do modelo de balanço populacional. Os perfis de velocidade e de *hold up* apresentaram maiores concordâncias com os valores experimentais em comparação com os perfis obtidos a partir do diâmetro médio de Sauter da fase dispersa. Os autores simularam os comportamentos dos clusters (aglomerados) e o percurso das bolhas, apresentou uma boa concordância com os dados experimentais para uma coluna com 9 cm de diâmetro.

No trabalho numérico publicado por VAN BATEN *et al.* (2003) foi utilizado um modelo de coeficiente de arraste para o regime heterogêneo considerando uma situação onde há coalescência. Neste modelo, o diâmetro da bolha não foi diretamente computado neste coeficiente, pois este modelo considera uma velocidade média de ascensão da população de bolhas a baixas velocidades superficiais da fase gasosa, sendo esta velocidade obtida experimentalmente para cada condição. Com este modelo, os autores chegaram a bons resultados analisando a fração volumétrica global do sistema. Os resultados apresentados mostram uma grande influência da parede sobre o escoamento da fase líquida, sendo observado que em coluna com diâmetro de 5,1 cm, a diferença obtida para os valores de velocidade do gás em relação à do líquido foi 100 %, enquanto que na coluna com diâmetro de 1 m esta relação foi de apenas 30 %.

SOKOLICHIN *et al.* (2004) mostraram que forças como *lift*, de aceleração mássica podem ser desprezadas em virtude de sua pequena influência no escoamento quando comparadas ao efeito da turbulência sobre a viscosidade e sobre a dispersão da mistura.

DHOTRE e JOSHI (2007), usando malhas com refinamentos em (r,θ,z) de (22,62,40) usando o modelo de viscosidade turbulenta k-ε (parâmetros  $C_{\epsilon 1}=1,44$ ;  $C_{\epsilon 2}=1,92$ ;  $C_{\mu}=0,09$ ;  $\sigma_k=1,0$ ;  $\sigma_{\epsilon}=1,3$ ) compararam os perfis hidrodinâmicos (*hold up* e velocidades superficiais) produzidos na simulação pela abordagem Euleriana-Euleriana 3D com os produzidos experimentalmente e com outros simulados, apresentados na literatura. Para isto utilizaram colunas cilíndricas de 20, 30, 40 e 60 cm de diâmetro. Com o uso da técnica de estímulo-resposta para o monitoramento da fluidodinâmica da fase líquida observaram boa predição para os perfis hidrodinâmicos quando comparados com os dados experimentais e concordantes com os da literatura.

EKAMBARA e DHOTRE (2010) usaram malhas com os mesmos refinamentos e parâmetros do modelo k-ε similares ao do trabalho anteriormente mencionado. Eles compararam os perfis hidrodinâmicos (ε<sub>G</sub> e velocidades superficiais) produzidos na simulação pela abordagem Euleriana-Euleriana 3D para os diferentes modelos de viscosidade turbulenta (k-ε, k-ε RNG, k-ω) com os produzidos experimentalmente. A partir daí concluíram que o modelo k-ε padrão, assim como os outros, oferece uma boa predição para os perfis hidrodinâmicos de velocidade e frações de volume das fases.

### *Modelagem Matemática Aplicada nas Simulações CFD*

Como relatado anteriormente, no estudo de equipamentos como colunas de bolhas operando com altas frações de volumes na fase discreta, costumeiramente a abordagem Euler-Euler é utilizada. Segundo RODRIGUES (2004), nesta abordagem as equações da continuidade e de momento para cada fase são acopladas através dos termos de pressão e fração volumétrica (que soma 1) e também de termos de forças entre fases como arraste (*drag*) e ascensão (*lift*). Relações para forças de interfaces são necessárias para resolver as equações, onde também a turbulência é modelada.

As equações da continuidade e do momento resolvidas para cada fase são dadas respectivamente pelas Equações 2.15 e 2.16.

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_q \rho_q) + \nabla \cdot (\alpha_q \rho_q \vec{v}_q) = 0 \quad (2.15)$$

na qual:

ρ é a densidade, α é a fração volumétrica v é a velocidade e q indica a fase primária.

$$\frac{\partial}{\partial t}(\alpha_q \rho_q \vec{v}_q) + \nabla \cdot (\alpha_q \rho_q \vec{v}_q \vec{v}_q) = -\alpha_q \nabla P + \nabla \cdot (\alpha_q \mu_q (\nabla \vec{v}_q + (\nabla \vec{v}_q)^T)) + \alpha_q \rho_q \vec{g} + F_\gamma \quad (2.16)$$

em que P é a pressão distribuída em todas as fases; o termo F<sub>γ</sub> corresponde à soma de todas as forças entre fases dada pela Equação 2.17.

$$F_\gamma = \sum_{\beta \neq \gamma} F_{\beta\gamma} = F_{\beta\gamma,drag} + F_{\beta\gamma,lift} + F_{\beta\gamma,vm} \quad (2.17)$$

em que:

$\gamma$  e  $\beta$  indicam as fase (continua e dispersa).

Nesta equação,  $F_{\text{drag}}$  é a força de arraste (*drag force*),  $F_{\text{lift}}$  é a força de ascensão (*lift force*),  $F_{\text{vm}}$  é a força de massa virtual (*virtual mass force*), para este estudo, essas duas últimas forças são desprezadas.

Apesar de todas as interações poderem afetar o escoamento, considerou-se atuando no sistema apenas a força de arraste. Segundo SANTOS *et al.* (2007), é de conhecimento geral, que as interações de arraste é a principal força entre fases com maior influência no escoamento de colunas de bolhas. O arraste é considerado por meio da função de arraste  $f$  dada pelo modelo Schiller-Naunmann (Equação 2.18):

$$f = \frac{C_D \text{Re}}{24} \quad (2.18)$$

em que:

Re e  $C_D$  são obtidos por meio das Equações 2.19 e 2.20:

$$\text{Re} = \frac{\rho_q |\vec{v}_p - \vec{v}_q| d_p}{\mu_q} \quad (2.19)$$

$$C_D = \begin{cases} \frac{24(1 + 1,15 \text{Re}^{0,687})}{\text{Re}} & \text{Re} \leq 1000 \\ 0,44 & \text{Re} \geq 1000 \end{cases} \quad (2.20)$$

sendo:

d o diâmetro médio de Sauter da fase secundária p e q é relativo à fase primária.

A turbulência foi considerada para a fase fluida utilizando o modelo k- $\epsilon$  padrão. Este modelo define a viscosidade turbulenta,  $\mu_t$ , para o fluido baseada na energia cinética turbulenta (k) e dissipação de Eddy ( $\epsilon$ ) de acordo com a Equação 2.21.

$$\mu_t = C_\mu \rho \frac{k^2}{\epsilon} \quad (2.21)$$

Os valores de k e  $\epsilon$  são obtidos por meio das equações de transporte para a energia cinética turbulenta e a taxa de dissipação conforme as Equações 2.22 e 2.23.

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho_m k) + \nabla \cdot (\rho_m \vec{v}_m k) = \nabla \cdot \left( \frac{\mu_{t,m}}{\sigma_k} \nabla k \right) + G_{k,m} - \rho_m \varepsilon \quad (2.22)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}(\rho_m \varepsilon) + \nabla \cdot (\rho_m \vec{v}_m \varepsilon) = \nabla \cdot \left( \frac{\mu_{t,m}}{\sigma_\varepsilon} \nabla \varepsilon \right) + \frac{\varepsilon}{k} (C_{1\varepsilon} G_{k,m} - C_{2\varepsilon} \rho_m \varepsilon) \quad (2.23)$$

em que a densidade e a velocidade da mistura  $\rho_m$  e  $\vec{v}_m$ , são dadas pelas Equações 2.24 e 2.25 e a produção de energia cinética turbulenta,  $G_{k,m}$ , gerada por forças viscosas é fornecida pela Equação 2.26.

$$\rho_m = \sum_{i=1}^N \alpha_i \rho_i \quad (2.24)$$

e

$$\vec{v}_m = \frac{\sum_{i=1}^N \alpha_i \rho_i \vec{v}_i}{\sum_{i=1}^N \alpha_i \rho_i} \quad (2.25)$$

$$G_{k,m} = \mu_{t,m} \left( \nabla \vec{v}_m + (\nabla \vec{v}_m)^T \right) : \nabla \vec{v}_m \quad (2.26)$$

## 2.2 - Aplicação de colunas de bolhas nos processos de separação

### 2.2.1. - Flotação em coluna

Segundo COLIC (2001), o processo de flotação em coluna, empregado tradicionalmente para beneficiamento de minérios, tem provado ser muito eficiente em diversas áreas, principalmente no tratamento de efluentes industriais. É um processo imprescindível na remoção de óleos emulsificados de efluentes de refinarias, indústria petroquímica, alimentícia, metal-mecânica, etc., conforme descrito por diversos trabalhos (LEECH, 1987; BENNETT, 1988; BEEBY e NICOL, 1993; READETT e CLAYTON, 1993; OLIVEIRA, 1995; RUBIO, 1998; SANTANDER, 1998, ROSA *et al.*, 1999; RODRIGUES, 1999; SANTANDER *et al.*, 1999).

Um dos principais problemas da mineração atual é a baixa recuperação das partículas muito finas e muito grossas por flotação. Enquanto na prática as partículas mais grossas podem sofrer uma remoagem, grande parte das partículas minerais finas é perdida nos rejeitos.

### *A flotação de particulados finamente divididos*

Segundo SANTOS (2011), diversos autores (TRAHAR e WARREN, 1976; TRAHAR, 1981; SIVAMOHAN, 1990) têm demonstrado as dificuldades encontradas no processamento de partículas finas e ultrafinas. A flotação “convencional” destas frações é ineficiente por fenômenos que derivam de suas características intrínsecas, como: pequena massa, alta superfície específica e alta energia superficial.

Para eles, os principais problemas que se observam na flotação convencional de minérios são: baixa probabilidade de colisão e adesão entre partículas e bolhas, dificuldade para superar a barreira energética, arraste mecânico (“*entrainment*” e “*entrapment*”), elevada adsorção de reagentes, rigidez da espuma, uma baixa seletividade na adsorção de reagentes, recobrimento por ultrafinos. O arraste mecânico, considerado danoso para o processamento mineral, na flotação de misturas oleosas, aumenta significativamente a eficiência do processo.

A literatura tem registrado o desenvolvimento de novos processos de beneficiamento para recuperação de partículas “finas”, a maioria deles fundamentados em modificações feitas na flotação convencional ou na flotação por micro e nano bolhas. Neste caso, existem os métodos que se baseiam no aumento do diâmetro das partículas a serem flotadas (adição de óleos – flotação *extender*, flotação aglomerante ou flocoflotação, ultraflotação ou flotação transportadora). Enquanto a maioria destes métodos vem sendo testados exaustivamente, o efeito da diminuição do diâmetro da bolha coletora tem recebido crescente atenção na literatura técnica e científica.

### *Fatores que influenciam na estabilidade dos agregados bolha-partícula/ bolha-gota*

A estabilidade dos agregados bolha-particulados depende fundamentalmente dos sub processos que seguem à captura, ou seja, os de ascensão das unidades bolha-partícula/bolha-gotícula e sua recuperação como produto flotado. Nesta etapa, os fatores relacionados ao cisalhamento causado pela ascensão dos aglomerados em meio rico em partículas abrasivas e ao fenômeno de ruptura via colapso natural das unidades bolha-partícula é que determinam esta estabilidade. Dentre esses fatores, o tamanho dos flocos ou coágulos formados (quanto maior, menor é a probabilidade de permanecer no produto flotado); a concentração de partículas; a viscosidade e densidade da mistura; a altura da camada flotada; a turbulência; a fricção; velocidade de ascensão das bolhas e a geometria do equipamento de flotação são alguns dos que mais influenciam no processo de transporte do material flotado.

MOOSAI e DAWE (2003) estudaram o mecanismo do processo de flotação por bolhas superiores a 150 µm de óleo não emulsionado. Eles afirmam que o processo de contato é essencialmente controlado por interações hidrodinâmicas entre as bolhas e as gotas.

Segundo eles, o processo de coleta das gotículas de óleo pode ser subdividido nas seguintes etapas: aproximação entre a bolha e a gota; estreitamento do filme de água entre as gotas; formação da covilha, causada pela diminuição da tensão superficial; drenagem da covilha; rompimento do filme e espalhamento do óleo sobre a superfície da bolha e subida do aglomerado. Para eles, o movimento principal do filme fluido acontece na direção radial. Após o contato bolha/gota, forças intermoleculares passam a atuar cada vez mais fortemente, tornando o filme laminar instável até o rompimento. O tempo de vida deste filme é uma função da taxa na qual a drenagem acontece. Após a ruptura, ocorre a coalescência da gota de óleo/bolha de gás ou gota de óleo/gota de óleo (LIMA, 2004). Caso o espalhamento não ocorra, o aglomerado “instável” formado poderá se desfazer por não suportar as tensões de cisalhamento geradas durante o movimento de subida da gota.

De acordo com ADAMSON (1976) *apud* MOOSAI e DAWE (2003), as interações fluido/fluido são descritas pelo coeficiente de espalhamento ( $S_o$ ), para sistemas gás/óleo/água. O coeficiente de espalhamento na interface água/gás pode ser descrito matematicamente através da Equação 2.27:

$$S_o = \gamma_{ag} - \gamma_{oa} - \gamma_{og} \quad (2.27)$$

Sendo que:

$S_o$  é o coeficiente de espalhamento do óleo sobre a bolha de ar;

$\gamma_{ag}$  é a tensão superficial água/gás;

$\gamma_{oa}$  é a tensão interfacial óleo/água;

$\gamma_{og}$  é a tensão superficial óleo/gás.

*A Influência do tamanho de bolha no processo de flotação de particulados finamente divididos e gotículas de óleo*

Um modo efetivo de melhorar a flotação de particulado finamente dividido é reduzir o tamanho das bolhas. A redução do tamanho das bolhas de ar corresponde a um aumento na

probabilidade de colisão com as partículas para uma determinada vazão de gás (REAVY e RATCLIFF, 1973; AHMED e JAMESON, 1985; DIAZ-PENAFIEL e DOBBY, 1994) e a um aumento na estabilidade dos aglomerados pela diminuição na velocidade de ascensão das mesmas.

O trabalho de REAVY e RATCLIFF (1973), usando bolhas de aproximadamente 100 µm de diâmetro, forneceu a primeira evidência experimental da capacidade de melhora da flotação de partículas finas pela diminuição do tamanho de bolha. AHMED e JAMESON (1985) reportaram que a constante cinética de flotação (K) é inversamente proporcional ao diâmetro de bolha ( $d_b$ ). Foi reportado que a constante cinética é afetada pela eficiência de colisão que é afirmada ser dependente da relação de tamanho das partículas e bolhas de acordo com a Equação 2.28:

$$E_c = \frac{(d_g)^m}{(d_b)^n} \quad (2.28)$$

Onde:

m varia de 1 a 2 e n de 2,5 a 3,0.

A partir da equação da constante cinética, tem-se discutido que a cinética de flotação aumenta cerca de 100 vezes quando o tamanho de bolha é reduzido de 655 para 75 µm (AHMED e JAMESON, 1985). Esta é a razão pela qual a geração de bolhas pequenas permanece um objetivo para qualquer flotação eficiente, especialmente quando se está lidando com partículas finas. Estas constatações têm sido exploradas e comprovadas em processos como flotação por ar dissolvido, eletroflotação e o uso de “*coloidal gás aphrons*”.

Embora a eficiência de coleção das bolhas seja melhorada com esse aumento da área superficial específica de bolhas, tal benefício pode não resultar em melhora da flotação. Bolhas menores possuem menor capacidade de carregamento e menor velocidade de ascensão, podendo ser mais facilmente arrastadas pela fase contínua. Segundo FILIPPOV *et al.* (2000), um fator limitante na flotação com microbolhas é o arraste de bolhas (ou agregados bolha-partícula) cuja velocidade de ascensão seja menor do que a velocidade superficial do líquido no interior da coluna.

CILEK *et al.* (2003) concluíram que o sistema de flotação ideal para alcançar altos teores e recuperação deve possuir bolhas pequenas na zona de contato, para aumentar a coleção, e uma espuma não muito estável (que coalesça facilmente) constituída de bolhas grandes para promover a drenagem. Eles ainda afirmam que embora o tamanho de bolha seja

de grande importância na flotação, o benefício da redução no tamanho das bolhas é pronunciado quando associado a outras variáveis, especialmente ao grau de agitação ou turbulência, à densidade das partículas ou agregados e ao diâmetro de partículas ou agregados.

#### *O papel do núcleo de gás e das microbolhas*

GRAU (2005) explica o papel de núcleos de gás no aumento no desempenho da flotação. Ele discriminou o gás existente no meio flotante em duas classes: o gás nucleado (dimensões submicroscópicas, nanométricas, micrométricas ou milimétricas) e gás dissolvido (dispersão molecular). Ele propôs que a adsorção de núcleos de gás na superfície da partícula condicionada era responsável pela posteriormente rápida adesão de bolhas de maior tamanho.

A nucleação de uma bolha na superfície de uma partícula elimina a necessidade do estágio de colisão para coleta de partículas que é frequentemente a etapa limitante na flotação convencional. KLASSEN (1963), citado por ZHOU (1994), mostrou a importância da combinação de núcleos de gás e bolhas para acelerar a coagulação e flotação. Mostraram que a flotação combinada por supersaturação com ar e bolhas geradas mecanicamente resultam em recuperação mais alta do que para os casos separados. Isto suporta o modelo de duplo estágio como uma explicação do aumento do desempenho da flotação.

#### **2.2.2 - Flotação por ar dissolvido (FAD)**

Segundo SOLARI (1992), o processo de flotação por gás dissolvido (FGD) refere-se à flotação realizada na presença de gás dissolvido, como fonte geradora de bolhas. Gases como o  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2$  e  $\text{CH}_4$  foram testados (CHEN, 1985). A escolha do gás utilizado dependerá do tipo de afluente a ser tratado e das características desejadas para os efluentes do processo de separação.

Segundo RODRIGUES (2004), na prática, qualquer gás pode ser usado, mas devido ao custo, o ar é comumente empregado na maioria das aplicações industriais. Sendo assim, quando no processo de produção de bolhas por dissolução e precipitação de um gás, o ar é escolhido para a produção das microbolhas, a flotação por gás dissolvido é denominada flotação por ar dissolvido (FAD).

Os possíveis mecanismos de separação de micro partículas na FAD são mais variados do que os mecanismos verificados na flotação convencional de particulados. A Figura 2.13



apresenta alguns dos principais mecanismos de captura, segundo GEORGE *et al.* (2004), onde as bolhas de ar estão representadas em cinza e o particulado a ser capturado em amarelo.

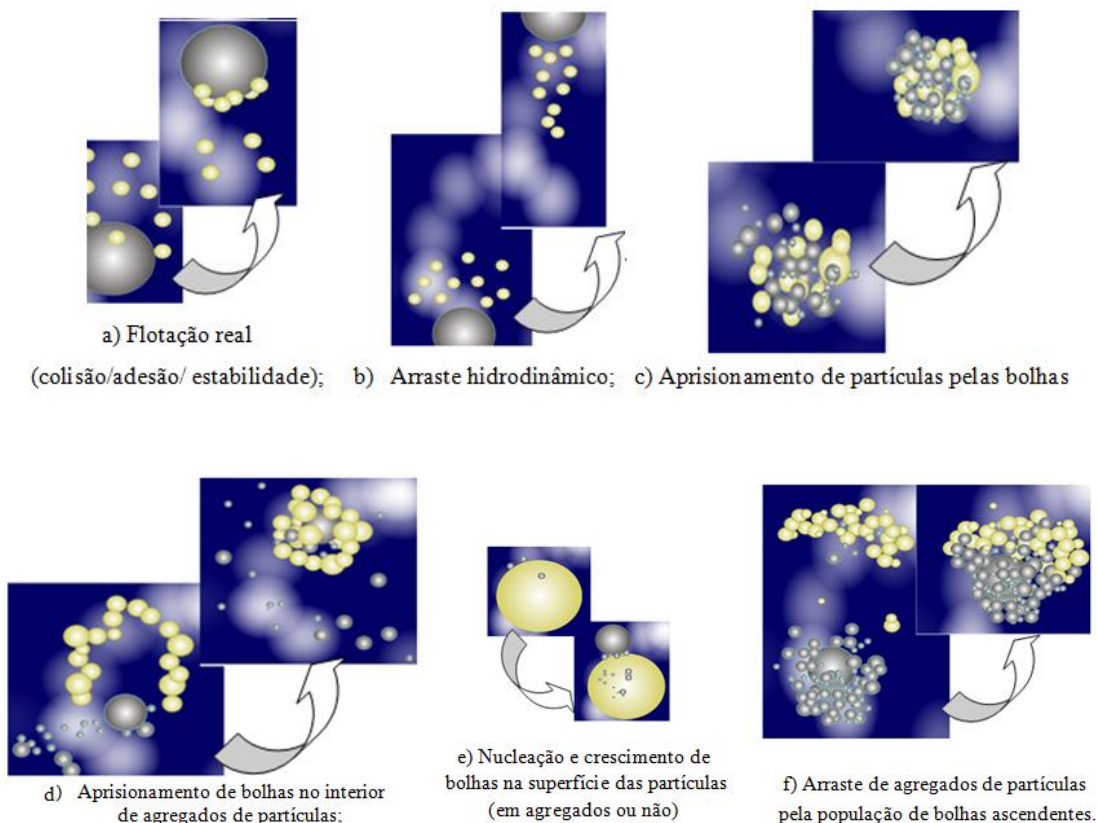


Figura 2.13 – Mecanismos de captura de partículas na flotação por ar dissolvido

Nos casos (a) e (e), os sistemas trifásicos podem ser influenciados pela tensão superficial e pelo ângulo de contato. Segundo RODRIGUES (2004), é comum na prática industrial adicionar agentes como coletores, coagulantes e floculantes nos processos de FAD para aumentar a eficiência de separação, uma vez que o aumento da hidrofobicidade e a da agregação acarretam a um aumento na probabilidade de colisão bolha-partícula, incrementando a cinética de flotação e aumentando a eficiência da utilização do ar.

Os mecanismos (b), (c), (d) e (f) ocorrem independentes das características superficiais das fases dispersas, mas são dependentes das características físicas da estrutura do floco.

Ainda de acordo com MISHCHUK *et al.* (2002) e (2006), o mecanismo (d) de aprisionamento de bolhas pode ocorrer (i) durante a formação de agregados de partículas, (ii) devido à ruptura dos agregados de partículas e re-formação dos mesmos e (iii) como o resultado de uma filtração de bolhas ascendentes por agregados e partículas que sedimentam

no meio líquido. Segundo os autores os mecanismos (d) e (f) possuem um papel preponderante na separação de partículas hidrofílicas na FAD.

As três etapas fundamentais em um sistema de FAD são:

- dissolução do ar na água;
- redução da pressão com formação de microbolhas;
- adesão bolha-partícula;
- separação do sobrenadante.

#### *Dissolução do ar*

RODRIGUES (2004) afirma que esta etapa controla a disponibilidade de ar (gás) na flotação. A quantidade teórica de gás que pode ser dissolvida na água é determinada pela lei de Henry, a qual estabelece que a solubilidade de um gás em um líquido é proporcional à pressão parcial do gás. Assim, a quantidade teórica de ar disponível para flotação na FAD é dada pela Equação (2.29):

$$V_{ar} = K * P_{SAT} \quad (2.29)$$

onde:

$V_{ar}$  é o volume teórico de ar disponível para flotação por litro de água saturada;

$K$  é a constante de Henry, expressa a solubilidade do gás por litro de água à pressão atmosférica em função da temperatura;

$P_{SAT}$  é a pressão de saturação.

A eficiência de um saturador é medida em relação ao valor teórico predito pela Lei de Henry (Figura 2.14).

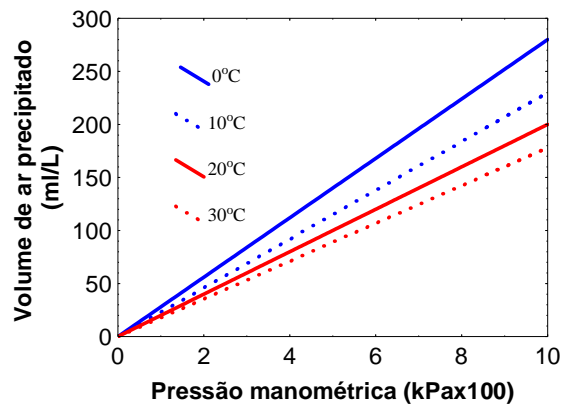


Figura 2.14 - Valor teórico, previsto pela Lei de Henry, do volume de ar precipitado por litro da alimentação do saturador em função da pressão e da temperatura (RODRIGUES, 1999)

De maneira geral, a dissolução do gás é feita em vasos compressores denominados saturadores. Diversos tipos de saturadores são empregados em unidades de FGD, entre os quais os mais empregados são:

- os saturadores com sistemas de difusão do gás (borbulhamento);
- os saturadores com sistema de injeção de gás na sucção da bomba pressurizadora;
- os saturadores com leito de percolação.

Para RODRIGUES (1999) a eficiência de operação dos saturadores é dependente da vazão de gás injetado e do tempo de retenção da água no saturador. Segundo ele, normalmente valores próximos do teórico são alcançados para tempos de retenção maiores que 30 minutos e vazões de ar acima de 50 L/min.

Segundo SOLARI (1992), em alguns processos de tratamento de rejeitos, o próprio material a ser tratado deve ser saturado com ar para a produção das microbolhas. De acordo com o modo de compressão deste material, os processos de FAD podem ser classificados como:

- sistema de compressão total do afluente;
- sistema de compressão parcial do afluente;
- sistema de compressão parcial do efluente clarificado.

No sistema de compressão total, todo afluente a ser tratado é pressurizado e saturado com gás. Este modo de operação requer menores pressões de saturação, pois neste caso a probabilidade de adesão bolha-partícula é maximizada pela nucleação de bolhas de ar na superfície do particulado. Porém, devido ao efeito de cisalhamento nas bombas e nas válvulas de descompressão, não é aconselhado nos casos em que o efluente precisa passar por uma etapa de pré-floculação devido ao rompimento dos flocos.

Nos sistema em que se opta pela compressão parcial do afluente, parte dele é direcionado para o sistema de pressurização. A redução do custo de bombeamento (para saturação), menor suscetibilidade às variações das vazões de afluentes e menores rupturas dos flocos são as vantagens em relação ao sistema de compressão total do efluente.

O sistema de compressão parcial do efluente clarificado, por causar um aumento no volume total de líquido, requer um flotador de maior capacidade. Normalmente o efluente reciclado constitui de 20 a 50% do efluente total alimentado (BRATBY e MARAIS, 1976). O sistema de compressão parcial do efluente clarificado vem sendo preferencialmente utilizado para o tratamento de efluentes oleosos. Segundo ELLIS (2001) e também FERNANDES Jr

(2006) os outros métodos possuem a desvantagem de promover a emulsificação do óleo durante o bombeamento e a descompressão.

#### *Pressão de saturação*

Vários autores, entre eles HAN *et al.* (2002) e HAN *et al.* (2007) avaliaram a influência da pressão de saturação na distribuição do tamanho de micro-bolhas de ar na FAD. Todos eles afirmam que o aumento na pressão de saturação propicia a redução no tamanho médio das bolhas e que acima de 5 atm, um aumento na pressão de saturação tem um pequeno efeito na distribuição do tamanho das mesmas.

Segundo SANTANA (2011), o tamanho médio das bolhas possui um importante papel na faixa de partículas que serão capturadas durante a FAD. Quanto maior a concentração volumétrica de bolhas, maior a eficiência sobre todos os tamanhos de particulados.

#### *A formação de microbolhas pela redução da pressão*

ZHOU *et al* (1994) estudaram a aplicação da cavitação e nucleação de gás na flotação. Segundo esses pesquisadores, a base teórica da flotação por precipitação de gás foi proposta por KLASSEN *et al* (1963).

RODRIGUES (2004) afirma que baseados em raciocínio termodinâmico, eles mostraram que, para partículas fortemente hidrofóbicas, a energia necessária para gerar uma nova bolha em uma superfície é consideravelmente menor do que a energia gasta na formação de uma bolha no seio da água e depois aderir em uma partícula. Por analogia, no tratamento de misturas de óleo em água, pode-se inferir a possibilidade de que a formação de microbolhas terá precedência na superfície da gotícula de óleo encapsulada pela camada de tensoativo.

#### *Aplicações da FAD*

Os princípios termodinâmicos, cinéticos e os mecanismos da aplicação da FAD na separação seletiva são semelhantes aos da flotação convencional (SOLARI, 1992).

A flotação por ar dissolvido é amplamente empregada em diversos setores, destacando-se na indústria de celulose, indústria de alimentos, no setor petroquímico, unidades de tratamento de água e sistemas de tratamento de resíduos industriais e residenciais

(BRATBY e MARAIS, 1976, SOLARI, 1992). Entre as diversas aplicações destacam-se a remoção de íons, fibras, óleos, macromoléculas, microorganismos, corantes, e outros materiais da água, para a redução de DBO e DQO ou para espessamento de lodo. Os processos de flotação que empregam microbolhas despertam interesses, em nível de laboratório, no beneficiamento de finos de minérios e misturas sintéticas de minerais. (SOLARI, 1992). Mas ainda não atingiu aplicação em escala industrial para o beneficiamento de minérios.

Segundo RODRIGUES (2004), a maior desvantagem da FAD, quando se considera sua aplicação no beneficiamento de finos de minérios reside na sua baixa capacidade de tratamento expressa em termos de teor de sólidos da polpa. É conhecido da literatura de FAD que a percentagem de sólidos é um fator limitante para sua eficiência, tal limitação decorre do baixo conteúdo ( $\approx 3\%$  v/v) de ar que esta técnica consegue injetar no sistema quando comparado ao da flotação convencional ( $\approx 20\%$  v/v).

SHIMOIZAKA e MATSUOKA (1982) encontraram que a percentagem de sólido ótima na FAD de rejeito de carvão foi de 1% em peso, de sólidos. Já quando se fez o uso da pressurização direta da polpa, obteve-se boa recuperação para concentrações de sólidos até 5% (p/v). No entanto, para este caso houve uma diminuição da seletividade. Eles também constataram que micro-bolhas desempenham um papel importante na flotação de partículas finas e devem ser conjugadas com bolhas da flotação convencional. Segundo GUERRA (1985), a flotação por ar dissolvido, no beneficiamento da fração ultrafina de carvão (com 97,2% das partículas com diâmetros menores que  $37\ \mu$  e  $d_{50} = 7,56\ \mu$ ), apresentou eficiência similar a flotação convencional, com respeito aos parâmetros de recuperação (91%) e seletividade do processo (13-14% de cinzas).

SOLARI (1992) estudou os fundamentos da flotação por ar dissolvido (FAD) e sua aplicação na flotação seletiva de suspensões cassiterita/quartzo. O trabalho mostrou que finos de cassiterita podem ser recuperados seletivamente de suspensões de quartzo por FAD. ZHOU *et al.* (1994) reportaram a importância do núcleo de gás formado na superfície das partículas a partir da suspensão saturada com gás como ponte para adesão bolha-partícula.

#### *A distribuição do tamanho de micro-bolhas e flocos.*

A distribuição do tamanho de micro-bolhas de ar geradas numa unidade FAD, depende fundamentalmente da taxa de aglutinação. Segundo REAVY (1973), o fenômeno da

aglutinação depende da taxa de colisão entre as bolhas e das características das superfícies destas e do líquido em torno das mesmas.

LEPPINEN e DALZIEL (2004) estudaram a distribuição do tamanho de bolhas geradas na FAD dentro de tanques de flotação de duas estações de tratamento de água. As medidas foram realizadas inserindo-se verticalmente um tubo de acrílico em diferentes profundidades dentro dos tanques. Uma bomba foi utilizada para extrair as amostras, as quais foram fotografadas por uma câmera digital e armazenadas em um computador para posterior tratamento das imagens obtidas. Através deste estudo foi possível analisar a ação dos “clusters” (aglomerado de bolhas), os quais agem como filtros, constituindo o meio primário de remoção de flocos durante a FAD. Os ensaios indicaram tamanhos de bolhas na faixa de 16 a 350  $\mu\text{m}$ . De acordo com os autores, os “clusters” são promovidos pelas menores bolhas geradas, as quais possuem velocidade de ascensão menor que as maiores bolhas. Com a formação dos “clusters”, estes adquirem altas velocidades de ascensão, sendo capazes de dominar o escoamento e as flutuações turbulentas e assim, ascender à camada de lodo. As maiores bolhas ( $>200\mu\text{m}$ ) são excluídas dos “clusters”, devido à presença de uma velocidade de cisalhamento que promove uma força hidrodinâmica, a qual age em todas as bolhas e que é proporcional à área superficial destas. Assim, as maiores forças agem nas bolhas maiores, causando a sua separação em aglomerados. Com relação aos flocos fotografados, constatou-se que estes possuem uma variedade de formas e tamanhos, sendo não-isotrópicos em forma e constituídos por minúsculos dendritos e monômeros de flocos. As imagens mostraram que os “clusters” parecem estar presos pelos grandes grupos de flocos, assim, segundo os autores deve-se minimizar a fragmentação do floco (KISNER, 2010; PIOLTINE, 2009)..

MORUZZI (2005) realizou investigação da distribuição de tamanho de bolhas de ar em sistema FAD, submetido a diferentes condições de mistura (taxa de aplicação superficial ou  $J_L = 0,7; 1,1$  e  $1,7$   $\text{cm/s}$  e tempo de retenção hidráulico = 40; 60 e 90 s), pH (6,0; 6,25; 6,50; 6,75), taxa de recirculação (5; 10 e 20%) e dosagem de coagulante (0 e 2,25 ppm de  $\text{Al}^{+3}$ ). Os ensaios ocorreram em instalação especialmente concebida visando à captura de imagens em movimento e não interferindo nas características originais das micro bolhas. O aparato experimental foi formado por câmeras digitais, conjunto de lentes para a ampliação e plano de iluminação a laser. Em todas as condições estudadas, a distribuição do tamanho de bolhas de ar apontou para valores coerentes com os encontrados na literatura (10 a 120  $\mu\text{m}$ ). Os resultados demonstraram que a alteração dos valores do par taxa de aplicação superficial na zona de contato e tempo de retenção, produziu leve mudança na distribuição de tamanho de bolhas, sendo que a fração de bolhas menores que 50  $\mu\text{m}$  foi maior que 85 % em todas as

condições investigadas, e que a alteração do pH produziu um achatamento na curva de distribuição de diâmetros de bolhas. O diâmetro médio das bolhas foi pouco alterado (27 a 35  $\mu\text{m}$ ) e a fração de bolhas menores que 50  $\mu\text{m}$  variou de 75 a 90%, a taxa de recirculação foi pouco importante na sua distribuição de tamanhos, onde o diâmetro médio de bolhas variou de 25 a 30  $\mu\text{m}$  (maior valor observado na taxa de 10%) e a fração de bolhas menores que 50  $\mu\text{m}$  oscilou entre 90 e 95%, a aplicação de coagulante teve pouca interferência nessa distribuição (27  $\mu\text{m}$  na ausência e 29  $\mu\text{m}$  na presença de  $\text{Al}^{+3}$ ).

LEE *et al.* (2007) investigaram diversos tamanhos de flocos e partículas que escapam da camada de micro bolhas na FAD. Os ensaios foram desenvolvidos em escala de laboratório (sistema batelada), com diversos tamanhos de areia e de carvão ativado. A análise de distribuição de tamanho de partículas ocorreu após 1 minuto de flotação (pressão de 4 a 5 atm, com taxa de recirculação de 30%), revelando que o tamanho limite da areia e de carvão são similares e de aproximadamente 30  $\mu\text{m}$ . Desta forma, para alcançar taxas elevadas de remoção de sólidos suspensos na FAD, os autores concluíram que é necessário produzir flocos com tamanho superior ao tamanho limite encontrado.

De acordo com estudos desenvolvidos por EDZWALD (2007), flocos com tamanhos superiores a 100  $\mu\text{m}$ , somente poderão alcançar altas velocidades de ascensão caso ocorra a adesão de múltiplas bolhas em sua superfície. Segundo o autor, é desejável a produção de flocos menores, a fim de que altas velocidades possam ser obtidas com apenas uma bolha de diâmetro de 100  $\mu\text{m}$  aderida à sua superfície. Assim, o autor defende a idéia de que o tamanho ideal para os flocos encontra-se na faixa de 20-50  $\mu\text{m}$ .

FAN *et al.* (2010), estudaram o efeito da associação de nanobolhas e microbolhas no processo de beneficiamento do mineral apatita. Eles demonstraram que as nanobolhas são formadas preferencialmente nas regiões de maior hidrofobicidade aumentando a seletividade e as taxas do processo de flotação. Eles afirmam que a associação dessas bolhas conferiu maior estabilidade aos flocos formados pelo aumento na adesão das bolhas de maior tamanho às partículas minerais. Também comprovaram que a associação de nanobolhas com microbolhas reduziu significativamente a necessidade de aditivos químicos no processo de flotação de finos do minério em coluna.

#### *Floculação e quantidade de ar fornecida ao processo*

EDZWALD *et al.* (1992) realizaram investigação dos efeitos do tempo de floculação e do requerimento de ar em diferentes tipos de água. Os ensaios foram realizados em escala de bancada e escala piloto (KISNER, 2010; PIOLTINE, 2009).

Nos ensaios em escala de bancada, utilizando-se água sintética e natural, foram testados três diferentes tempos de floculação (TML): 5,0 10 e 20 min. Nestes ensaios os melhores valores de turbidez ( $<1$  NTU) foram obtidos para TML igual a 20 min. Já os experimentos realizados na ausência de floculação indicaram um fraco desempenho da FAD.

EDZWALD *et al.* (1995) estudaram a viabilidade da integração de baixos TML (aproximadamente 5 min) com altas cargas hidráulicas na FAD. Os resultados demonstraram um bom desempenho da FAD com os baixos TML tanto para as águas com temperaturas mais elevadas ( $12 - 22$  °C), quanto para águas mais frias ( $3-5$ °C) com carga hidráulica de 3 m/h. Para as águas quentes, com cargas hidráulicas de até 30 m/h, verificou-se que um excelente desempenho pode ser alcançado com ou sem a presença de medidas de redução do arraste de bolhas para o efluente final. Também foi constatado que a carga hidráulica pode ser aumentada para até 40 m/h, mas para que sejam alcançados valores de turbidez  $< 1$  NTU, é necessária a utilização de um mecanismo de remoção de ar.

Os autores utilizaram dois diferentes mecanismos para a remoção de ar:

- interno – presença de tubos ou placas;
- externo – presença de uma coluna de “stripping” após o tanque FAD.

Já para a água fria, os autores constataram que valores de turbidez  $< 1$  NTU são alcançados somente na presença de um dos dispositivos de remoção de ar mencionados anteriormente.

Em estudos realizados por VALADE *et al.* (1999) apud EDZWALD (2007), comparou-se em uma unidade piloto (com capacidade de até  $10\text{ m}^3/\text{h}$ ), o desempenho da FAD em termos de remoção de turbidez e quantidade de partículas ( $2-200\mu\text{m}$ ) para tempos de floculação (TML) de 5 a 20 minutos. Os dados demonstraram que baixos TML podem ser utilizados e que se verificam quantidades inferiores a 1500 partículas/ml para ambos os tempos de floculação após a FAD.

Na determinação dos requerimentos de ar os resultados indicaram que há uma recirculação ou uma concentração em volume mínimo necessário para um tratamento efetivo.

### **2.3. – Aplicação de colunas de bolhas ao tratamento de misturas oleosas**

#### **2.3.1 - Águas oleosas**

A resolução do Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA) n° 357/2005 é extremamente rígida estabelecendo que para o lançamento de qualquer efluente, direta ou



indiretamente, em cursos d'água o nível máximo de óleos e graxas permitido será de 20 mg/L para óleos minerais e 50 mg/L para óleos de origem animal ou vegetal. Os óleos e graxas podem estar presentes nas águas residuárias como matérias leves ou pesados em suspensão sobre a superfície da água, ou ainda formando emulsões com a água.

Óleos não dissolvidos apresentam-se de três formas em águas residuárias (MOOSAI e DAWE, 2003):

- a) Gotas de diâmetro inferior a 150  $\mu\text{m}$  que podem ser separadas através de métodos convencionais;
- b) Gotículas livres 15 – 150  $\mu\text{m}$ ;
- c) Como uma emulsão estável de óleo em água, com gotículas de diâmetro médio (3 – 20  $\mu\text{m}$ ).

Os óleos e graxas geralmente são removidos através de processos físicos e químicos como: separadores gravitacionais, separadores de grade, filtração, flotação e adsorção (FORD, 1976). Porém, não raro o nível de contaminantes ainda permanece acima do nível estabelecido pelo CONAMA mesmo após o tratamento convencional.

### **2.3.2. - Aspectos teóricos:**

Óleos e graxas estão em contato com água em muitos processos industriais gerando resíduos ou produtos com diferentes características. A energia dissipada pelo processo, a presença de substâncias surfactantes e/ou de partículas sólidas fazem com que o óleo apresente-se de várias formas nos efluentes líquidos. As formas mais comuns são: livre, disperso, emulsificado e dissolvido (OLIVEIRA, 1995). Em função disto, inúmeras técnicas são utilizadas para separação óleo/água e o método de tratamento adequado é função das características do afluente (concentração de óleo, tamanho de gota, a existência ou não de sólidos suspensos, etc.) e da capacidade específica desejada.

O óleo livre representa as dispersões grosseiras constituídas por gotas com diâmetro próximas a 150  $\mu\text{m}$ . Em geral, nesta forma, o óleo é facilmente removido da água por processos convencionais de separação gravitacional. Em efluentes em que, as gotículas dispersas, apresentam diâmetros entre 50 e 150  $\mu\text{m}$ , estas também podem ser removidas por processos gravitacionais, sempre considerando que a eficiência de separação dependerá fundamentalmente da distribuição de tamanhos de gotas e da presença de agentes estabilizantes.

Segundo OLIVEIRA (1995), na forma emulsificada o diâmetro de gotas encontra-se, freqüentemente, abaixo de 50  $\mu\text{m}$ , o que dificulta sua separação por processos gravitacionais. Para tal finalidade, são utilizados processos mais complexos tais como, a centrifugação, hidrociclonagem ou a flotação, associados ao emprego de produtos químicos desestabilizantes. Porém para ZHANG (2008), poucos processos são eficientes para a separação de óleos emulsionados. Estes incluem a ultracentrifugação, a coagulação, a floculação, o uso sinérgico entre sal e ozônio, o uso de campo elétrico a flotação e a filtração por membrana.

Segundo um ramo da física denominada estatística dos fluidos complexos, as misturas oleosas em geral e, principalmente as classificadas como ácidos graxos, formam aglomerados moleculares com conformações específicas denominadas micelas. Dentre as inúmeras possíveis conformações encontradas as membranas planares bicamadas, as micelas ordinárias, as micelas ordinárias inversas, as micelas prolatas, as micelas prolatas inversas e as micelas oblatas são exemplos de conformações primárias para esse grupo de moléculas em meio aquoso. Esses grupos de moléculas se comportam como polieletrólitos gigantes com cargas na superfície.

A partir da formação desta estrutura primária, diferentes interações entre essas estruturas formam as estruturas secundárias que como exemplo podem ser citadas as formas hexagonais das estruturas prolatas e das prolatas inversas.

As propriedades macroscópicas deste fluido dependem da forma das estruturas primárias e secundárias e de como elas interagem entre si e com a água. Dependendo das condições físico-químicas da solução aquosa em que estão imersos, a forma dos agregados ou a sua interação mútua pode sofrer alteração, modificando, conseqüentemente, as propriedades macroscópicas do fluido.

Ainda segundo a estatística dos fluidos a água pode em alguns aspectos ser também considerada um fluido complexo, pois suas moléculas também associam-se em pequenos conjuntos chamados “clusters” (aglomerados). As moléculas de água se mantêm próximas por ligações do tipo “pontes de hidrogênio”. Estas ligações têm duração muito curta e os clusters não são estáveis, mas ficam formando-se e desmanchando-se continuamente. No entanto, devido à rede de pontes de hidrogênio, do ponto de vista estrutural a água se comporta como um gel.

Quase que na totalidade das publicações sobre separações de misturas oleosas, este fluido (a mistura água/óleo ou óleo/água) é tratado como fluido simples e as diversas

conformações para os aglomerados moleculares e micelares são tratados como particulados ou simplesmente gotículas de óleo ou de água no meio contínuo.

Com base nessas considerações são propostas algumas definições, classificações e teorias que são minimamente apresentadas a seguir:

### **2.3.3. - Emulsões óleo/água**

SHAW (1975) define emulsão como uma mistura de dois líquidos imiscíveis ou parcialmente miscíveis onde uma das fases encontra-se dispersa na outra sob a forma de gotas de tamanho microscópico ou de coloide.

HUNTER *et al.* (2007) apresentam a classificação das emulsões de acordo com a natureza da fase contínua. Segundo ele, nas emulsões de água em óleo, gotas de água estão dispersas em óleo, a fase contínua é o óleo e a fase descontínua é a água. Nas emulsões de óleo em água, gotas de óleo estão dispersas na água. Eles definem as gotículas como fase interna ou dispersa e o outro líquido como fase externa ou contínua.

Segundo ADAMSON (1976), estabilidade de uma emulsão é a capacidade da mesma em manter sua homogeneidade durante certo período de tempo. Segundo ele, as emulsões formadas pela dispersão de uma substância pura em outra são termodinamicamente instáveis. Para HUNTER *et al.* (2007), na coalescência há uma grande redução na área interfacial das fases, o que faz com que a variação da energia livre seja negativa, caracterizando o processo de coalescência como espontâneo e as emulsões como termodinamicamente instáveis.

Para SHAW (1975) e MYERS (1992), os volumes relativos das fases líquidas, o tamanho de gotas da fase dispersa e a viscosidade também afetam a estabilidade das emulsões. Segundo ele, as emulsões estabilizadas fisicamente são aquelas formadas sem adição de substâncias surfactantes, ou seja, a estabilidade é mantida por cargas elétricas inerentes ao sistema. A estabilidade deste tipo de emulsão é fortemente afetada pela fração volumétrica da fase dispersa em relação à fase contínua, viscosidade da fase externa e principalmente pela distribuição de tamanho e pela carga superficial das gotas.

A adição de uma substância surfactante durante a sua formação garante às emulsões uma estabilidade razoável (estabilização química). Segundo SHAW (1975), a estabilidade destas emulsões é consequência da alta densidade de carga superficial conferida às gotas devido à adsorção da substância emulsificante na superfície das mesmas. As gotas de óleo

estabilizadas quimicamente, segundo BEEBY e NICOL (1993), comportam-se fluidodinamicamente como partículas sólidas devido à sua alta densidade de carga superficial e seu reduzido tamanho.

Segundo ROSS e MORRISON (1988), as forças de London-van der Waals são responsáveis pelo conjunto de forças de atração e as de caráter iônico pelas repulsões mútuas das partículas (Figura 2.15). Para eles todas as forças intermoleculares são de origens eletrostáticas, eletrodinâmicas e eletrônicas. Estabelece a teoria das duplas camadas elétricas que afirma que existe preponderância das forças de atração para maiores distâncias e repulsão para menores distâncias. A atração potencial varia com o inverso da sexta potência e a repulsão com o inverso da décima segunda potência da distância. Tal comportamento pode indicar a possibilidade do uso de moléculas ponte como intermediadora da ação das cargas presentes entre as partículas, como atenuadoras ou como amplificadoras (uso de polímeros poliinsaturados como o álcool polivinílico - efeito mesomérico em sua cadeia molecular).

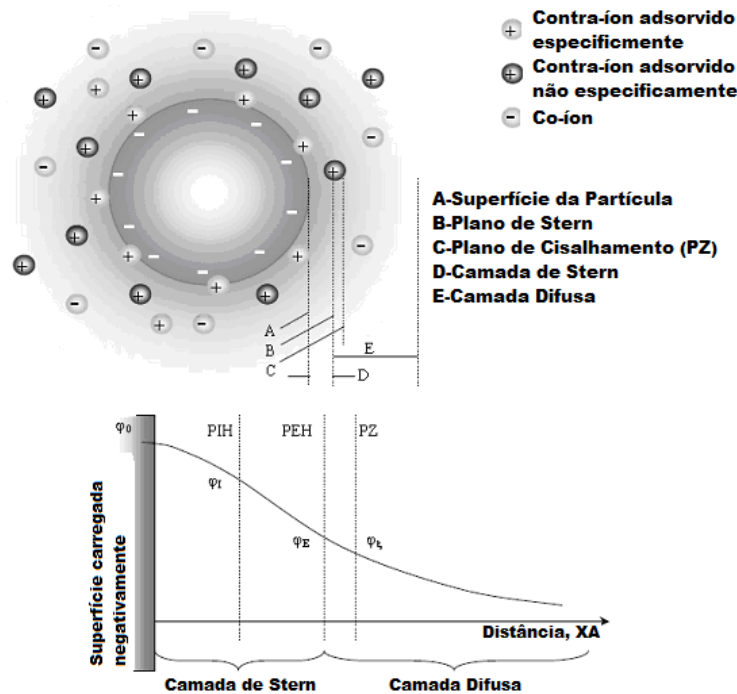


Figura 2.15 – Teoria da dupla camada elétrica de Derjagin e Landau ( Adaptado de ROSS & MORRISON, 1988)

HUNTER *et al.* (2007) classificam as forças atuantes nas gotas em: forças intergotas e forças de campo. A ação da gravidade é uma típica força de campo, podendo estar presentes, também, as de campo elétrico. As forças intergotas são representadas pelas de atração e

repulsão natural assim como por outras geradas pela aplicação de uma força de campo entre elas. Quando consideradas as forças atuantes, aquela para o escoamento da fase contínua é considerada. A força Browniana está sempre presente em sistemas fluidos, porém a sua intensidade é menor que as outras forças atuantes. Seu efeito é insignificante comparado com a eletrocoalescência.

SANTANDER (1998) constatou carga superficial negativa em gotículas de óleo para uma ampla faixa de pH. Afirmam também que a estabilidade de algumas emulsões está associada às forças de interação eletrostática, resultantes da sobreposição das duplas camadas elétricas.

ZHANG (2008) percebeu que ao adicionar óleo vegetal à água destilada houve o surgimento de cargas negativas nas superfícies das gotículas formadas. De acordo com ele o surgimento da carga superficial em misturas oleosas é decorrente de dois fatores:

- a) ionização ou dissociação de grupos superficiais deixando a superfície negativamente carregada;
- b) adsorção específica de íons produzidos pela hidrólise da água, na superfície das gotas.

HUNTER *et al.* (2007) apresentam as diferenças e as similaridades entre emulsões e os sistemas espumosos. Neste trabalho relaciona os princípios para a determinação da estabilidade de emulsões e espumas assim como, no estudo sobre o uso de surfactantes discrimina os diferentes tipos de emulsificantes utilizados em processos de flotação. Segundo eles, existem emulsificantes que possuem características hidrofílicas, hidrofóbicas e lipofílicas na mesma molécula e sua escolha é fundamental quando se deseja obter uma emulsão estável.

#### *Coalescência das gotas*

Segundo HUNTER *et al.* (2007), o mecanismo de coalescência de gotas possui três etapas que são: aproximação e colisão, drenagem e desestabilização do filme interfacial levando à sua ruptura e por fim junção das duas gotas. A energia cinética é utilizada como parâmetro para a coalescência das gotas. Segundo eles, dentre as técnicas de desemulsificação típicas incluem os métodos térmicos, os elétricos, os acústicos, os mecânicos e os químicos. Para eles quando duas gotas se aproximam há três possibilidades:

- As gotas se repelem, caso a energia cinética delas, no momento do choque, não seja suficiente para superar a energia de repulsão natural, vencer a tensão superficial de cada gota e romper o filme de interface;

- As gotas se aglutinam, ou seja, se encostam uma na outra, permanecendo com a mesma área superficial, caso a energia cinética delas, no momento do choque, seja equivalente à energia a superar a repulsão natural, vencer a tensão superficial de cada gota e romper o filme de interface;
- As gotas coalescem, ou seja, tornam outra gota de maior diâmetro com redução de área superficial, caso a energia cinética delas, no momento do choque, seja superior à energia para superar a repulsão natural, vencer a tensão superficial de cada gota e romper o filme da interface.

### *Mecanismos envolvidos na desestabilização de emulsões*

A busca de mecanismos que permitam reduzir a estabilidade dos sistemas dispersos é o princípio fundamental para a separação de uma emulsão. Nas águas oleosas a desestabilização da emulsão é governada por quatro diferentes fenômenos: a coagulação, a floculação, a sedimentação “*creaming*” e coalescência (HUNTER *et al.*, 2007) (Figura 2.16).

Segundo SCHRAMM (1992), algumas alterações podem ocorrer nas emulsões e são elas: a formação de creme, a desemulsificação e a inversão.

A formação de creme: Para SCHRAMM (1992), a formação de creme ocorre quando as gotas migram para a região superior da mistura, resultando em uma camada superior com maior concentração e outra inferior com menor concentração de gotas.

A demulsificação: A desemulsificação é o processo de quebra da emulsão e envolve duas etapas. Primeiramente ocorre a coalescência das gotas e posteriormente a decantação da mistura resultante.

Os mecanismos de desestabilização de emulsões estabilizadas eletricamente podem ser avaliados a partir dos mesmos mecanismos que explicam sua estabilidade e podem ser classificados como: compressão da dupla camada elétrica; adsorção e neutralização de carga; varredura; e, adsorção e formação de pontes.

A coagulação por compressão da dupla camada elétrica pode ser explicada através do modelo físico apresentado na Figura 2.15, sendo que a adição de um eletrólito inorgânico modifica a orientação das moléculas do dispersante, reduz a espessura da dupla camada elétrica, enfraquecendo as forças repulsivas de origem eletrostática, permitindo a aproximação das partículas até que as forças de caráter dipolo predominem.

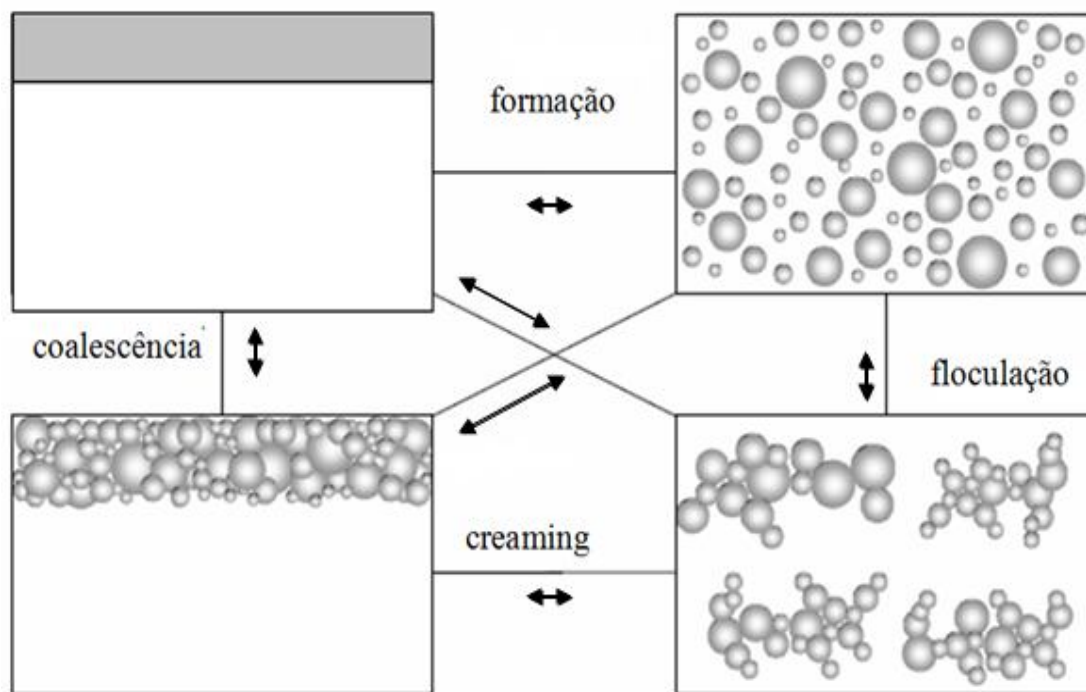


Figura 2.16 – Mecanismo de desestabilização de emulsões (adaptado de HUNTER et al. 2007)

Baseando-se nas técnicas de demulsificação químicas, muitos trabalhos vêm sendo desenvolvidos e entre eles destacam-se o de RIOS (1998) que é um estudo da eficiência de separação de óleo de soja usando um sal metálico, o de PINOTTI (2001) que investigou a demulsificação de óleo de canola em água usando sulfato de alumínio e um polieletrólito, e o de MEYSSAMI (2005) que estudou a desestabilização de uma emulsão de óleo de oliva em água usando diversos polieletrólitos.

Tanto MEYSSAMI (2005) quanto PINOTTI (2001) afirmam que o fato das gotículas, de óleo em suspensão, apresentarem diâmetros inferiores a 0,1 micrometros, para a desestabilização da emulsão é necessária a redução da tensão interfacial entre os dois líquidos pela adição de surfactantes.

A inversão de fases: Já a inversão de fases refere-se ao processo em que uma emulsão repentinamente muda de emulsão água-óleo para uma emulsão óleo-água ou vice versa. Duas etapas fundamentais para a efetividade da separação por inversão de fases são a geração de microbolhas e a formação de grandes aglomerados bolha partícula (GALLINARI, 1991; BURNS, 1997; YOON, 2000; TAO, 2004).

Em síntese, entre os parâmetros que tem incidência direta ou indireta na efetividade do processo de inversão de fases, destaca-se (GALLINARI, 1991; PONASSE, 1997; AL-SHAMRANI, 2002; BLOOM e HEINDEL, 2003; MALYSA, 2005; SARROT, 2005):

- a) Tamanho das bolhas;
- b) Geometria da válvula de expansão;
- c) Taxa de coalescência de gotas;
- d) A efetividade de formação de aglomerados bolha/gotícula que é constituída de 3 etapas sucessivas: Colisão-adesão-estabilização;
- e) Fenômenos de superfície caracterizados pelo ângulo de contato;
- f) Adsorção hidrofílica e hidrofóbica e a disposição das cargas elétricas presentes;
- g) A relação massa de ar injetada/ massa de suspensão presente no meio;
- h) A fluidodinâmica do equipamento.

#### *Desestabilização com polímeros floculantes*

Quando a agregação de partículas ou coagulação ocorre mediante adição de polímeros floculantes ela é denominada floculação. Os agentes coagulantes e floculantes são utilizados em diversos processos industriais e principalmente na separação particulado/líquido. Já nos sistemas óleo/água, os surfactantes são utilizados tanto como estabilizantes quanto como desestabilizantes das emulsões dependendo do tamanho, forma e polaridade das moléculas do surfactante.

Segundo ZHANG (2008) e LELINSKI (1993), a cinética de coalescência durante a desestabilização de emulsões depende principalmente da repulsão química entre os filmes adsorvidos na interface do polímero e do seu grau de dessorção. Eles afirmam que para emulsões óleo/água diluídas em que as cinéticas de floculação são menores que a de coalescência, a estabilidade da emulsão será afetada por fatores relacionados com a cinética de floculação. Afirmam ainda que a colisão, entre as gotas, pode levar à coalescência, podendo tornar-se novamente uma fase contínua separada do meio dispersante por uma simples interface.

Os polímeros floculantes usados no tratamento de efluentes oleosos são macromoléculas possuindo diversos grupos carregados, classificados como: catiônicos, aniônicos e não iônicos, dependendo da carga residual do polímero em solução (ROSA, 1999).



Diversos trabalhos (VAN HAM *et al.*, 1983; XIOFAN, 1997; SANTANDER, 1998; RODRIGUES, 1999) focaram a desestabilização de óleos emulsificados com o uso de polímeros floculantes, principalmente os não iônicos e os catiônicos.

Entre as vantagens de se usar os polímeros floculantes em vez de eletrólitos inorgânicos, destacam-se: os polímeros formam flocos maiores e mais resistentes, um volume menor de lodo é produzido, eles são eficientes em uma ampla faixa de pH, os polímeros produzem um lodo com menor teor de água que os eletrólitos coagulantes. Como desvantagens, o óleo recuperado possui resíduos do polímero utilizado, a eficiência do polímero pode ser mais dependente das características do efluente (ROSA, 1999).

Em seu trabalho BRATBY (1980) afirma que são reconhecidos dois mecanismos para a desestabilização de sistemas coloidais com polímeros: o mecanismo de pontes e o mecanismo de neutralização de cargas.

#### *Mecanismo de pontes*

Para BRATBY (1980), quando são empregados polímeros não iônicos, o mecanismo de pontes poliméricas é o observado. Este mecanismo também é aplicado a sistemas onde as partículas e o polímero apresentam cargas opostas. BRATBY (1980) explica ainda os quatro estágios em que este pode ser subdividido:

- a) Difusão do polímero na suspensão: Os polímeros em solução apresentam alta viscosidade e baixa taxa de difusão. Para a sua dispersão, aplica-se de uma curta e vigorosa agitação.
- b) Adsorção na interface partícula-líquido: A adsorção dos polímeros na superfície da partícula ocorre mediante a sua difusão na suspensão. Depois de aderidas na superfície do particulado em uma ou mais extremidades, deixa livre na solução e restante da cadeia. Dentre os mecanismos propostos para a adsorção os que envolvem a troca iônica, as interações eletrostáticas ou de afinidades de origens eletro-magnéticas e os que envolvem os diversos tipos de ligações intra e intermoleculares merecem destaque. A energia livre de adsorção é resultante dessas diversas contribuições.
- c) Compressão do polímero adsorvido na interface: Quando as outras extremidades da cadeia passam a se adsorver no particulado, a configuração resultante é composta de um núcleo (a partícula com as cabeças do polímero ligada a ela) e os restantes das

cadeias estendidas em direção ao seio do fluido na forma de laços e de caudas. Neste momento é atingida a configuração ideal para o aprisionamento de novas partículas nessas extremidades estendidas. Caso não se liguem a novas partículas, com o passar do tempo, essas extremidades livres também se adsorvem à superfície, comprimindo o polímero na partícula.

- d) Colisão entre as partículas e a formação de pontes: Os laços estendidos em direção à solução formam pontes entre as partículas adjacentes. A resistência dos flocos depende do número de laços e caudas disponíveis.

Os processos que envolvem fenômenos de adsorção são representados por diversos modelos matemáticos identificados com a cinética e dinâmica do conjunto de interações envolvidas (ABREU, 1999; BENFER, 2001).

Segundo BENFER (2001) a adsorção pode ser classificada como adsorção física ou adsorção química. Na adsorção química ou quimissorção, o adsorbato se liga ao adsorvente por forças originadas nas ligações químicas. A adsorção física ou fisiossorção está caracterizada pela aderência do adsorbato no adsorvente através de forças de afinidades de origem eletrostática.

Adsorção Física: Segundo BENFER (2001) é um processo de interação por afinidade que requer pequena quantidade de energia. Ocorre sempre sob temperaturas relativamente baixas.

#### *Mecanismo de neutralização de cargas*

Segundo este mecanismo, ocorre uma compressão da dupla camada elétrica (efeito de força iônica) provocando interações específicas da superfície da gotícula com o polímero.

A floculação ocorre quando há adsorção de uma definida quantidade de íons de carga contrária a da superfície das partículas, independentemente do comprimento da cadeia do polímero (ROSA, 1999).

As condições hidrodinâmicas, principalmente o tipo de mistura e de misturadores, têm grande influência na desestabilização de emulsões com sais metálicos hidrolisantes e/ou polímeros flocculantes.

Ainda segundo BRATBY (1980), após a adição do agente desestabilizante, a mistura rápida é, possivelmente, a etapa mais importante do processo de desestabilização, posto que

esta exerça significativa influência sobre a cinética dos processos posteriores. Após o aparecimento dos flocos primários na etapa de mistura rápida, um estágio de mistura lenta permite a formação de flocos maiores.

A energia para o processo de agregação é proporcionada pelos gradientes de velocidade dentro do sistema (agregação ortocinética). A dinâmica da agregação ortocinética é governada pelo gradiente de velocidade aplicado e pelo tempo de agitação. Estes dois parâmetros influenciam na frequência de colisão e quebra entre os coágulos ou flocos, dando a forma, estrutura e dimensão final dos flocos.

BRATBY (1980) considera situação ideal o uso de misturadores que proporcionem um grau de dispersão do tipo fluxo pistão, onde todas as partículas apresentem o mesmo tempo de residência. Segundo ele, em sistemas do tipo mistura completa, algumas partículas apresentam “curto circuito” e outras apresentam tempos de permanência muito elevados, o que, para este caso, não é desejável. Na adsorção de polímeros, um tempo de residência curto não permite a adsorção completa das espécies hidrolisadas na superfície das partículas. Por outro lado, a mistura intensa por um período muito prolongado poderá romper as pontes de polímeros entre as partículas e até mesmo o polímero (ROSA, 1999).

Nos estudos de floculação publicados, normalmente utilizam-se câmaras ou colunas onde o ar é injetado através de um difusor (McCONNACHIE, 1984; SHOLJI e KAZI, 1997; SHOLJI, 1998; ITYOKUMBUL, 1999). Outro fator responsável pela floculação pode estar relacionado às grandes áreas interfaciais formadas pela “quebra” do ar introduzido sob a forma de bolhas. As substâncias surfatantes (como os polímeros floculantes) têm afinidade por interfaces ar-água, de tal modo que os fenômenos ocorridos na interface gás-líquido, na presença de óleo podem ser decisivos na floculação (ROSA, 1999).

#### **2.3.4. - A separação água-óleo**

São propostas na literatura várias técnicas de separação para limpeza de água oleosa no último par de décadas. Geralmente essas técnicas podem ser classificadas em: métodos gravitacionais; tratamento químico; métodos de membrana (Ultrafiltração); tratamento biológico e métodos mistos e suas aplicações estão limitados por fatores técnicos e econômicos.

Segundo SANTANA (1994), alguns dos métodos de separação são restringidos pelo diâmetro crítico das gotículas de óleo (partículas) tratado. Como exemplo, os sedimentadores

são satisfatórios para partículas com diâmetro superior a 60  $\mu\text{m}$ ; as operações de coalescência/filtração requerem partículas com diâmetro na faixa de 10–20  $\mu\text{m}$ , enquanto que partículas de óleo de diâmetro menor que 10  $\mu\text{m}$  só podem ser tratados adequadamente através de tratamento químico, filtração absorviva e tratamento biológico.

#### *Separadores gravitacionais*

Os processos de separação gravitacional utilizam como princípio de separação as diferentes massas específicas associadas à imiscibilidade de diferentes componentes de uma mistura. Esta separação se dá através da sedimentação (tanques sedimentadores), pelos equipamentos inversores de fase ou pela flutuação (flotadores) (SANTANA, 1994).

FERNANDES *et al.* (2006) apresentaram um método de separação por inversão de fases. Eles afirmam que tal método constitui a base do funcionamento de um novo modelo de misturador-decantador de configuração vertical e que ocupa pequena área superficial. A operação conduzida no equipamento consiste em transferir o óleo disperso na água de formação para um solvente orgânico por meio de agitação mecânica. Depois da transferência, acontece a separação das fases água tratada/solvente. Esta separação ocorre através de decantador de disposição vertical e suficientemente compacto.

BENSADOK *et al.* (2007) realizaram experimentos para a obtenção da taxa de recuperação de óleo em uma emulsão 2% a 8% v/v de dois diferentes tipos de óleos minerais solúveis TASFALOUT 22B e MEDACOUPE 250'' utilizando três tipos de floclulantes: cloreto de cálcio, cloreto férrico e sulfato de alumínio. Como resultados eles obtiveram recuperações na ordem de 70% dos óleos em 20 minutos e cerca de 99% em 60 a 90 minutos sem o uso de microbolhas. Já com o auxílio da FAD, com o uso  $3,37 \cdot 10^4$  g de ar por g de suspensão em 25 minutos, 99% do óleo estava separado.

CHEN *et al.* (2009) afirmam que a técnica mais utilizada para remoção do óleo emulsificado é a flotação auxiliada pela quebra da emulsão com adição de coagulantes e/ou polímeros floclulantes.

#### **2.3.5. - O processo de flotação em coluna no tratamento de efluentes oleosos**

Algumas modificações nos processos de separação de misturas oleosas por flotação em coluna têm sido propostas por diferentes estudiosos.

GU e CHIANG (1999) testaram a aplicabilidade de uma coluna desenvolvida para o beneficiamento de finos de minérios *multi-stage loop-flow flotation column* (MSTLFLOA) no tratamento de emulsões de óleo mineral leve com 500 ppm usando como tensoativo 2-etil-1-hexanol. O diâmetro médio de Sauter das bolhas esteve entre 1 e 1,3 mm. Para a medida de concentração de óleo no efluente foi utilizado um analisador de teor de óleo OCMA-220 da marca HORIBA. Para a modelagem da fluidodinâmica da fase líquida foi utilizada a técnica de estímulo-resposta associada ao modelo de número de tanques ideais em série (N). Em seu trabalho eles afirmam que o diâmetro de bolhas é a variável mais importante para a eficiência do sistema. A maior eficiência de remoção obtida foi de 97% em tempo espacial de 5 minutos. As constantes cinéticas foram correlacionadas aos parâmetros hidrodinâmicos, diâmetro de bolhas e taxas de circulação da fase líquida. Eles afirmam neste trabalho que o aumento da recirculação de líquido aumentou o contato entre as partículas, o que resultou no aumento da eficiência de separação.

PATRÍCIO (2006) estudou a influência do diâmetro das bolhas de ar e vazão de borbulhamento na remoção de óleo no processo de flotação em coluna em escala piloto utilizando como tensoativo óleo de coco saponificado. Em seus estudos e para o equipamento nas dimensões testadas a melhor vazão operacional foi de 700 cm<sup>3</sup> de ar/min. Estabeleceu um modelo Gaussiano de distribuição de diâmetros de bolha na coluna, sendo observado um aumento no diâmetro médio de bolhas em relação ao tempo, quando o equipamento opera em regime batelada. Para o autor este aumento era causado pela diminuição da concentração de óleo e de tensoativo no decorrer do processo acarretando a diminuição da tensão superficial.

SILVA (2007) estudou a influência do tensoativo óleo de coco saponificado (OCS) em um processo de flotação de efluentes oleosos provenientes da indústria de petróleo. Constatou que a remoção de óleo neste sistema, apresentou um modelo cinético de 1ª ordem.

XIAO-BING *et al.* (2007) analisaram o desempenho de uma coluna de flotação de 2 m de altura e 5 cm de diâmetro operada por ar dissolvido (FAD) no tratamento de emulsões de óleo em água. Na preparação da emulsão, o óleo era agitado por 30 minutos em alta velocidade e após procedia-se a análise de distribuição de diâmetro de gotículas de óleo por difração a laser. Eles obtiveram um diâmetro médio de gotículas na ordem de 18 micrometros com 95% das gotículas com diâmetros inferiores a 50 µm. As concentrações iniciais analisadas estiveram na faixa de 50 a 200 PPM. Os autores fizeram seus estudos de eficiência de remoção de óleo pela associação dos agentes químicos dodecil-sulfonato de sódio, policloreto de alumínio e poliacrilamida. Para a operação em regime permanente, as maiores remoções de óleo (na ordem de 90%) foram obtidas para a taxa de alimentação de 0,6 L/min,

com taxa de reciclo de 20 a 30% (tempo espacial de 6,5 minutos). As concentrações dos agentes químicos que apresentaram aquela eficiência foram o dodecil sulfonato de sódio a 10 PPM, poliacrilamida a 15 PPM e 30 PPM de policloreto de alumínio.

## **2.4. - O mineral apatita**

A apatita é um nome genérico para vários fosfatos cristalinos (CHULA, 2004 apud SANTANA, 2011). O mineral mais freqüente do grupo da apatita é a flúor-apatita e muitas vezes o termo apatita é utilizado como sinônimo de flúorapatita. O grupo de minerais apatíticos inclui uma ampla família de minerais.

A apatita pode ser representada pela fórmula geral  $M_{10}(XO_4)_6Z_2$  na qual:

- a) M: cátion formado por um dos metais = Ca, Pb, Sr, Na, Ba, Mg, Mn, Zn, Cd, Ag,...
- b) X: ânion trivalente = P, Si, S, C, As, V,...
- c) Z: ânion monovalente = F, Cl, OH,...

A composição depende da estrutura mineralógica, do ambiente da formação (clima e topografia) e da necessidade de compensação entre cargas. A flúor-apatita, a cloro-apatita e a hidroxiapatita são as apatitas naturais mais comuns e são classificadas de acordo com o ânion Z. O cátion alcalino é normalmente cálcio. O ânion trivalente, geralmente é  $PO_4^{3-}$ . De acordo com FUERSTENAU (1962), devido à grande quantidade de substituições na composição química das apatitas, suas propriedades de superfície variam muito de um minério para outro.

### MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 – Fluxograma do Trabalho

A Figura 3.1 apresenta um fluxograma simplificado das etapas do trabalho realizado. De forma resumida, foram realizados dois estudos distintos.

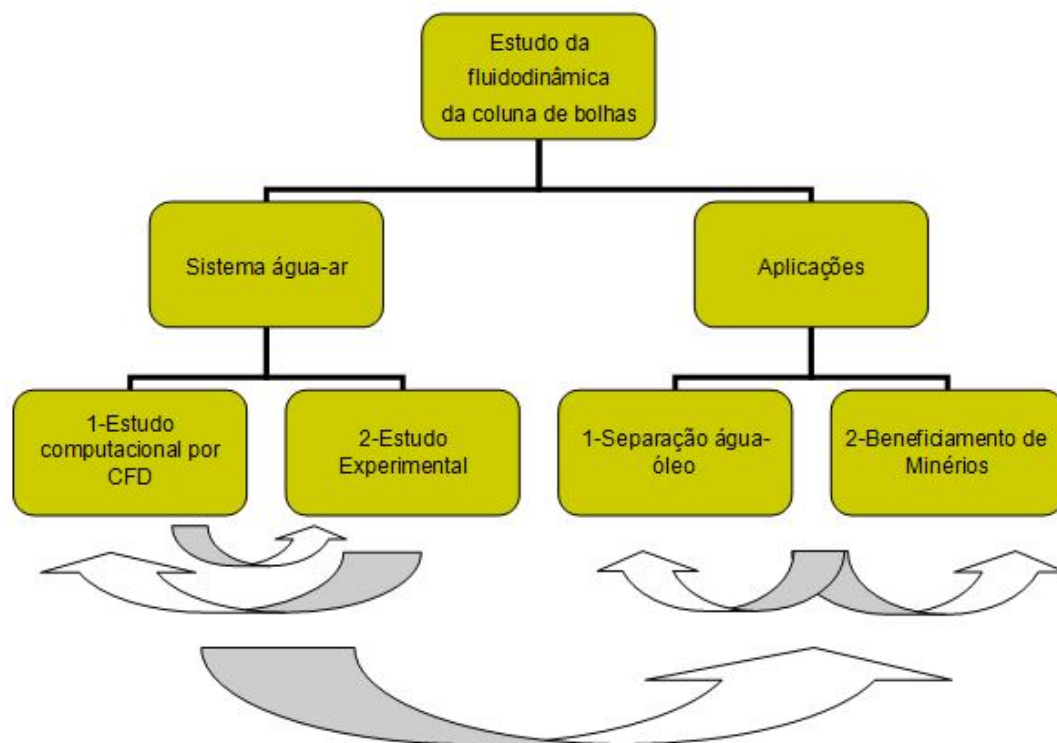


Figura 3.1 – Fluxograma do escopo geral do trabalho.

Como relatado na introdução deste documento, a primeira etapa desta tese trata-se do estudo da fluidodinâmica de colunas de bolhas em sistema água-ar. Esta etapa pode ser subdividida em duas subseções 1- Estudo experimental e 2- Estudo computacional por CFD. Estas duas subseções se complementam e se inter-relacionam através dos testes de

verificações dos modelos computacionais. Na segunda etapa estão os estudos experimentais de aplicação de colunas de bolhas. Esta segunda etapa pode ser subdividida também em outras duas seções, 1- Estudo de separação de emulsões oleosas com o uso de microbolhas e 2- Estudo de separação de minérios finamente particulado pelo uso de microbolhas.

Uma descrição mais detalhada das etapas e subseções está apresentada na Figura 3.2.

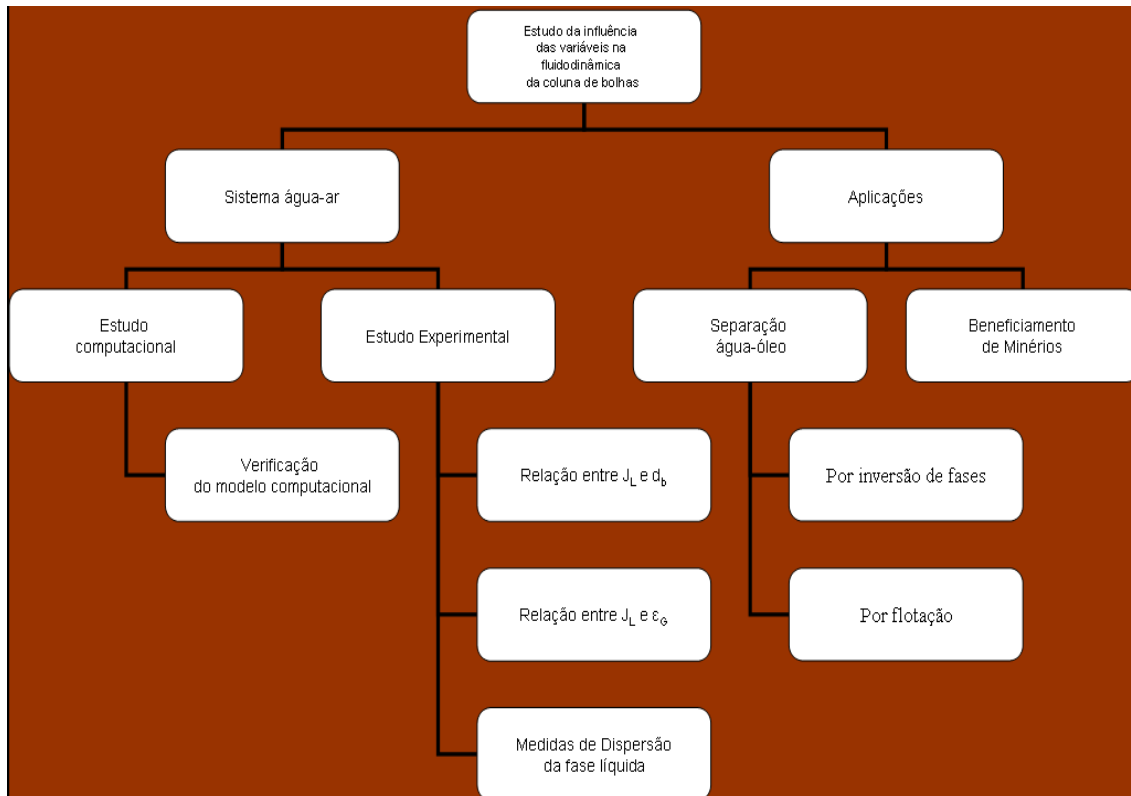


Figura 3.2 – Escopo geral do trabalho

O nível de detalhamento apresentado pela Figura 3.2 possibilita observar que no estudo de CFD foi verificada a adequação de um modelo computacional que possibilitasse o seu uso como ferramenta adicional para o estudo da fluidodinâmica do sistema água-ar. Na Figura 3.2 também é possível observar que os estudos experimentais sobre a fluidodinâmica foram verificadas as relações entre  $J_L$  e  $d_b$  assim como entre  $J_L$  e  $\epsilon_G$ . O estudo se complementa pela análise do comportamento hidrodinâmico da fase líquida. Já nos estudos de aplicações, na área de separação água-óleo, duas diferentes técnicas foram testadas, por inversão de fases e por flotação.



### 3.2 - A Definição das Coordenadas

A Figura 3.3 é a representação gráfica do sistema de coordenadas adotado neste trabalho. Nota-se a posição axial da origem adotada e à esquerda os valores de referência para as dimensões de cada uma das seções da coluna de bolhas.

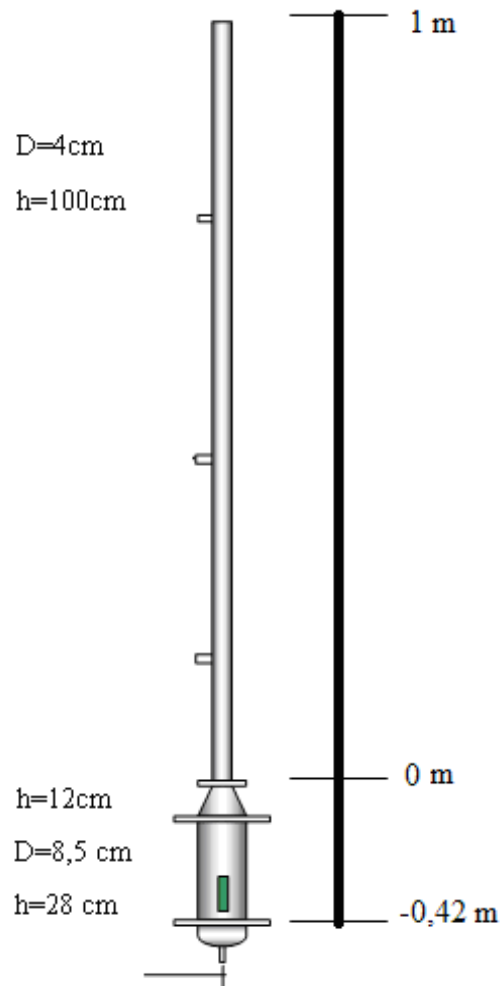


Figura 3.3 – Sistema de coordenadas adotado

### 3.3 - A Unidade Experimental

A Figura 3.4 ilustra de forma simplificada a configuração da unidade experimental escolhida para os experimentos. Os testes foram realizados no laboratório de sistemas particulados da Universidade Federal de Uberlândia e o aparato experimental consiste de uma coluna de flotação e, acoplados a ela estão: tanque de preparação de emulsão ou reservatório de água pura (1), bomba de recirculação (2), micro aspersor e sistema de injeção de ar

dissolvido (3), pontos de alimentação ou entrada de recirculação (4, 5 e 6), bomba de controle de retirada na base com medidor de condutividade elétrica (7), colunas de saturação (8), sistema de alimentação de ar comprimido (9), sistema de bombeamento de água (10), manômetros (11) e sistema de amostragem de bolhas (12).

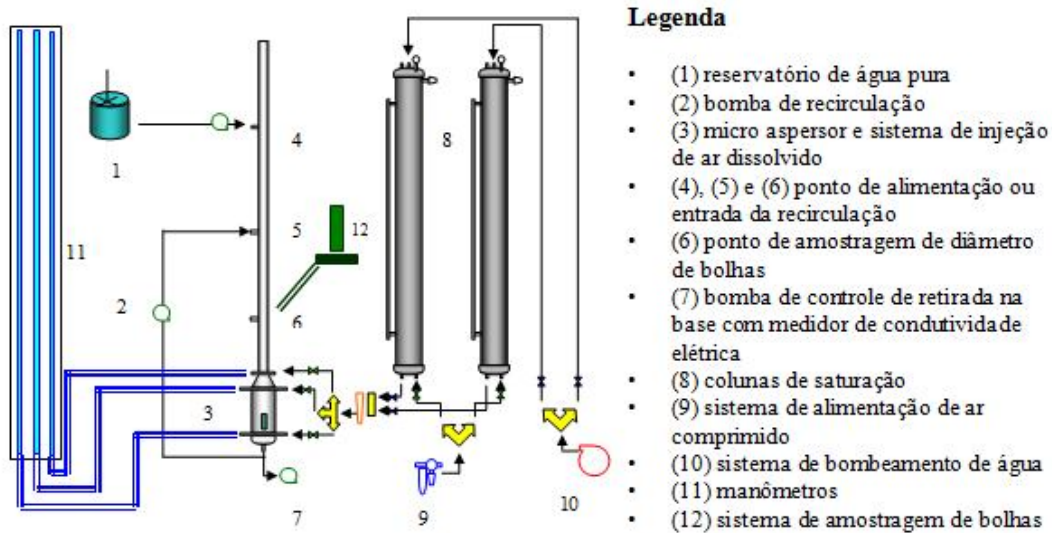


Figura 3.4 – Desenho esquemático simplificado da configuração da unidade experimental escolhida para os experimentos

O sistema de bombeamento de água para os saturadores está ilustrado na Figura 3.5. Ele é composto de uma bomba helicoidal um registro de controle do *By Pass* e um tanque (tanque pulmão) que em alguns experimentos serviu também para o preparo da mistura líquida que foi alimentada nos saturadores.



Figura 3.5 – Sistema de alimentação dos saturadores (a) bomba helicoidal, (b) tanque pulmão, (c) registros para controle de vazão.

O recalque daquela bomba possui um registro do tipo gaveta e em sequência um divisor de corrente de água. Essas duas correntes contêm um registro gaveta cada, para que o controle das vazões, de suas respectivas linhas, possa ser feito de forma independente. Essas correntes de água abastecem os saturadores através de distribuidores de fluxo posicionados na porção superior de cada saturador.

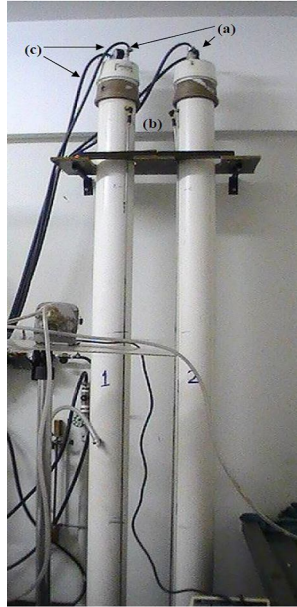


Figura 3.6 - Os saturadores, (a) manômetros, (b) medidores de nível e (c) dutos de entrada de água e saída do suspiro

Também na porção superior dos saturadores são posicionados os respiradores ou suspiros que possuem uma válvula agulha cada, que são usadas para o controle fino da pressão no interior dos saturadores durante o carregamento de água. O fornecimento de ar para os saturadores é feito através de distribuidores de fluxo posicionados ao fundo dos cilindros de compressão onde estes últimos também possuem as aberturas para a corrente de retirada da mistura saturada.

A Figura 3.6 ilustra os dois saturadores utilizados. Eles são constituídos de uma carcaça em PVC de 100 mm de diâmetro interno, preenchida de forma estruturada e randômica intercaladas em leitos de altura 30 cm. O recheio é constituído de tubículos de polietileno com 1 mm de diâmetro das seções transversais e altura de 10 mm nos segmentos preenchidos randomicamente e 1 mm x 300 mm nos segmentos preenchidos de forma estruturada. Cada um dos vasos compressores possui um visor para a detecção do nível de enchimento e um manômetro para a indicação da pressão interna. Tanto os sistemas de

alimentação quanto os de exaustão foram construídos de forma que eles pudessem ser utilizados de forma totalmente independente.

Cada corrente possui uma válvula esfera para o controle geral de retirada do líquido saturado. As duas correntes são então subdivididas em 12 correntes, onde cada uma delas possui um controlador de fluxos. Essas 12 correntes alimentam os 12 bocais difusores de forma independente.

Na Figura 3.7 está ilustrado o conjunto de registros utilizados para o controle da alimentação de cada um dos componentes da unidade experimental.

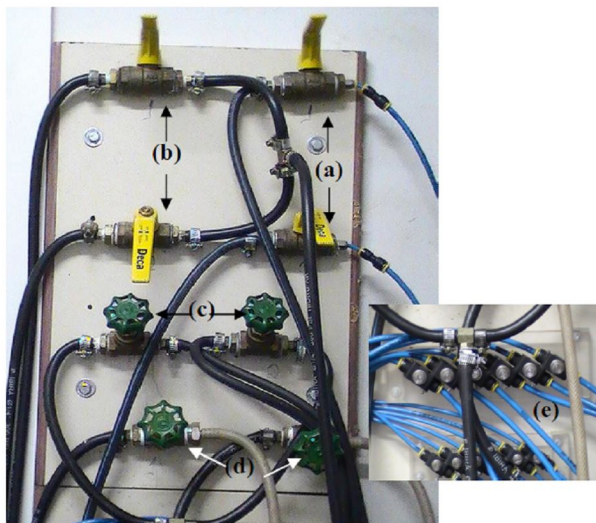


Figura 3.7 – Sistema de registros da unidade experimental: registros esferas de líquido saturado (a) e de ar para os saturadores (b); registros gavetas de líquido para os saturadores (c) e dos suspiros (d); e os 12 controladores de fluxo para os bocais difusores (e).

#### *A colunas de bolhas*

A Figura 3.8 ilustra a coluna de bolhas que é constituída de módulos de acrílico com o intuito de permitir a visualização de alguns dos fenômenos internos e também a mudança de sua configuração. A coluna possui um segmento de formato tronco-cônico, com 12 cm de altura denominada funil do concentrador (FC), acima dele um corpo cilíndrico superior de 1 m de extensão e 4 cm de diâmetro denominado cilindro do flotador (CF) e abaixo dele um outro segmento de formato cilíndrico de altura 27 cm e diâmetro de 8,5 cm denominado cilindro do concentrador (CC). No topo da coluna existe um anteparo para a coleta do material flotado.

Para a injeção da mistura proveniente dos vasos saturadores, a coluna possui dois flanges de alimentação com 3 cm de espessura posicionados: um entre o FC e o CF a 1 m do topo da coluna (posição axial 0,00 m) e outro entre o FC e o CC a 1,15 m abaixo do topo da coluna (posição axial -0,15 m). Cada um dos flanges possui seis (6) bocais difusores alinhados concentricamente dois a dois. Na Figura 3.8 também estão ilustrados os dois flanges superiores com os respectivos bocais difusores.

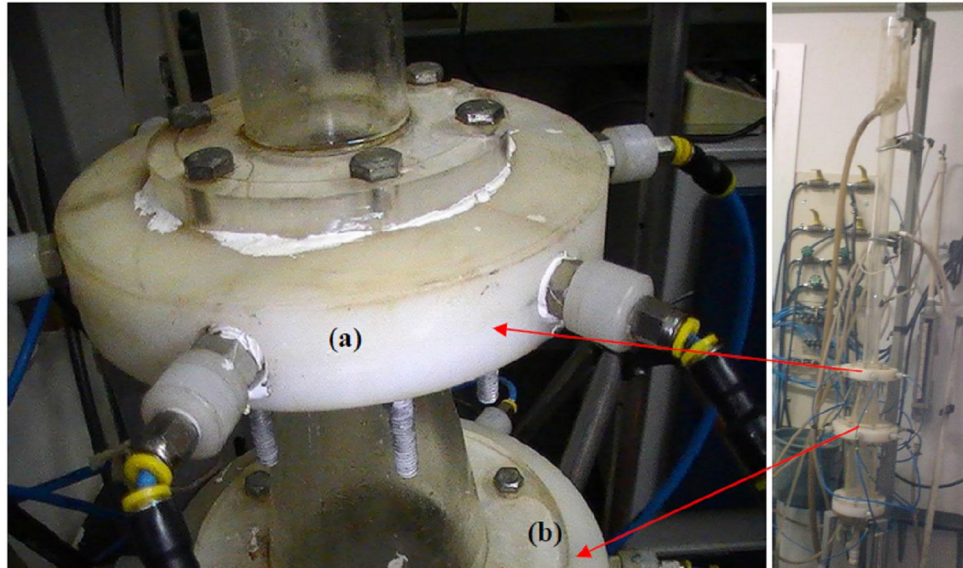


Figura 3.8 – Ilustração dos flanges superior (a) e intermediário (b) com os respectivos bocais difusores.

A coluna possui também um aspersor de bronze sinterizado de formato cônico, ao centro da base da coluna, a 1,4 m do topo, para a insuflação de ar em que, pressão e vazão são controladas por um pressostato e um conjunto de registros agulha.

Nos flanges também estão conectados os manômetros, de forma a medirem as pressões do interior da unidade, nas posições axiais de alimentação, possibilitando medir as pressões internas à coluna de bolhas nas três seções distintas (no CF, no FC e no CC).

Uma bomba peristáltica controla a vazão de alimentação (ALIM), de água ou de mistura oleosa, que pode estar posicionada nos pontos (4), (5) ou (6) da Figura 3.4 respectivamente, a 30 cm (posição axial 0,73 m), 40 cm (posição axial 0,63 m) e 80 cm (posição axial 0,23 m) do topo da coluna. Outra bomba peristáltica controla a vazão de recirculação (Rec) do conteúdo interno da coluna, podendo ela ser realimentada nesses mesmos pontos, tendo sido retirada no fundo da coluna. A vazão do efluente da coluna é controlada por outra bomba peristáltica adequadamente posicionada no *underflow* da coluna onde também se localiza o sensor de condutividade.

### Os bocais difusores

Os 12 bocais difusores dos dois flanges, superior ( $FL_{sup}$ ) e intermediário ( $FL_{int}$ ), foram construídos em tecnyl e aço inoxidável. Suas geometrias são adaptações das características do projeto “otimizado” proposto por ZHANG *et al.* (2007).

A Figura 3.9 é a representação em corte transversal de um bocal difusor, as dimensões mais importantes e comuns a todos eles estão apresentadas.

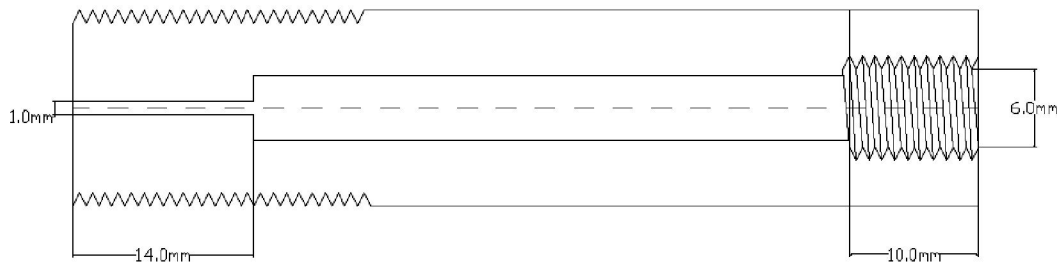


Figura 3.9 – Representação em corte transversal de um bocal difusor

### Os flanges distribuidores

Os dois flanges distribuidores superior e intermediário, foram construídos em tecnyl de forma que os bocais injetores ficassem concentricamente posicionados e alinhados dois a dois.

A Figura 3.10 é a representação das vistas superior (em corte) e lateral com as características geométricas do flange superior. À esquerda a forma de acoplamento de um dos bocais difusores. Nota-se a distribuição radial e o alinhamento aos pares dos mesmos.

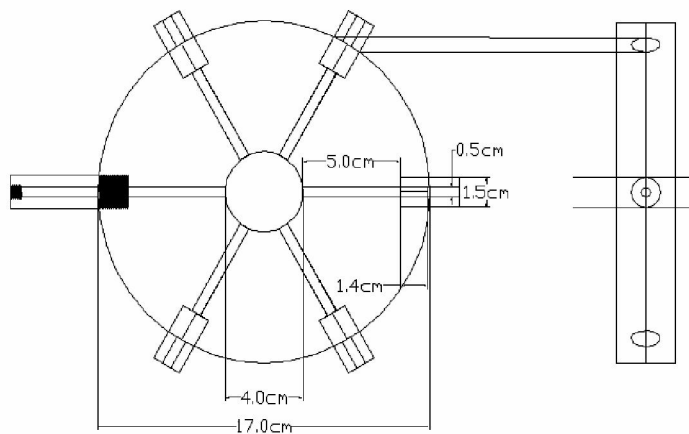


Figura 3.10 – Vistas superior em corte e lateral do flange distribuidor superior ( $FL_{sup}$ )

A Figura 3.11 é a representação da vista lateral em corte do flange inferior ( $FL_{inf}$ ). Em seu orifício central é possível acoplar mais um bocal difusor para a operação com ar dissolvido ou um distribuidor poroso para a operação por ar disperso.

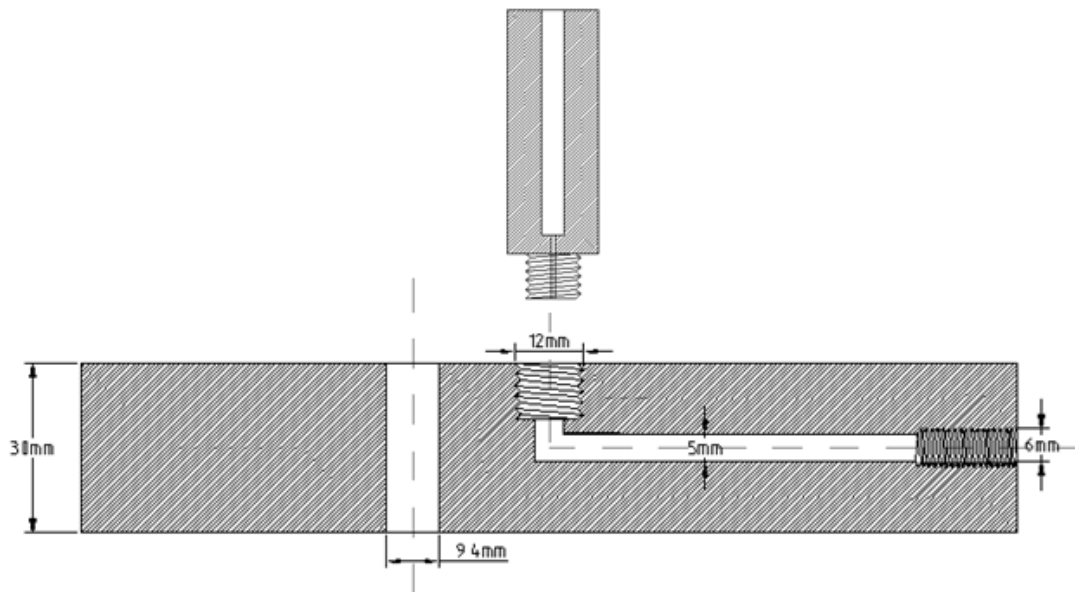


Figura 3.11 – Vista lateral em corte do flange distribuidor inferior ( $FL_{inf}$ )

A Figura 3.12 é a representação da vista superior do flange inferior ( $FL_{inf}$ ). Os três círculos posicionados à distância de 24 mm do centro estão representando os orifícios que permitem a passagem do conteúdo do cilindro do concentrador para a posição do *underflow*. Já os seis círculos externos de diâmetro 9,4 mm são os orifícios de fixação do flange à coluna de acrílico.

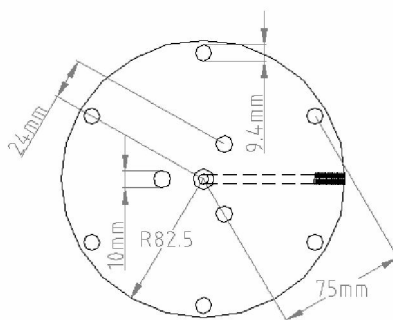


Figura 3.12 – Vista superior e dimensões do flange distribuidor inferior

Os demais equipamentos que ora estão ou não acoplados à coluna de bolhas estão descritos nos apêndices contidos ao final do texto deste trabalho. Esses equipamentos são o sistema de captura de imagem direta ou por microscopia e o sistema de medida da condutividade da mistura efluente da unidade experimental.



### 3.4 - Metodologias Para os Estudos em Fluidodinâmica Experimental

Conforme apresentado na Figura 3.2, o estudo da fluidodinâmica experimental foi subdividido em três partes: medidas de distribuição de diâmetros de bolhas, medidas de frações de volumes de ar nas seções da coluna de bolhas e medidas de dispersão da fase líquida em seu interior.

O sistema experimental ilustrado na Figura 3.4 foi utilizado para os estudos da relação entre as propriedades velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) e as distribuições de diâmetros de bolhas da fase dispersa em duas regiões da coluna de bolhas. Nesses testes, a  $J_L$  sofreu variação através da manipulação da vazão de recirculação.

Os valores de  $J_L$  nas posições axiais -0,16, -0,11, -0,03, 0,03, 0,72,  $\varepsilon_G$  nas seções e os parâmetros característicos das medidas de dispersão da fase líquida foram calculados através das rotinas computacionais implementadas contidas no Apêndice III.

Embora segundo a literatura consultada, alguma coalescência e ruptura de bolhas possam ser observadas ao longo do cilindro do flotador, foi escolhida uma posição axial no CF para a amostragem das microbolhas. Essas medidas foram feitas em duas etapas, tendo como parâmetros de divisão as faixas de velocidades superficiais da  $J_L$  testadas e as metodologias de capturas de imagens.

*As Metodologias de captura de imagens:*

Método Off-line: Para a análise feita por amostragem, o conteúdo da coluna de bolhas era coletado por sucção através de uma bomba peristáltica posicionada à jusante do amostrador de bolhas. O material confinado neste último era então filmado com o auxílio de um microscópio óptico. O filme gravado era reproduzido para a captura das imagens estáticas.

Método On-line: Neste método, o cilindro da coluna era diretamente filmado na posição axial 60 cm. As imagens eram gravadas para posterior captura das fotografias. Foi montado um procedimento para a compensação da distorção de imagens.

Para os dois métodos, os conteúdos de bolhas contidos nessas fotografias digitais eram analisados através do software GLOBAL LAB image/2 v 2.60. Maiores detalhes das montagens experimentais, das metodologias de amostragens e das análises de imagens podem ser obtidos no Apêndice II deste documento.

A seguir são detalhadas as metodologias aplicadas em cada conjunto de experimentos.



*Estudo experimental da influência da velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) sobre o diâmetro médio de bolhas no cilindro do flutador e na mistura arrastada no underflow.*

Quando a avaliação foi feita para as bolhas presentes no CF (cilindro de diâmetro 4 cm), buscou-se quantificar a variação da distribuição de diâmetros de bolhas nesta seção, em função da velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na posição de interface entre o CF e o FL<sub>sup</sub>, de posição axial -0,03 m descrito na Figura 3.2. O sentido positivo da velocidade  $J_L$  tem por referência a adotada nesta mesma figura. A amostragem foi feita na posição axial 0,23 m e avaliou-se o sistema operando com 2 bocais difusores acionados no FL<sub>sup</sub>. Mantendo-se a vazão de retirada no fundo da coluna igual a zero e alterando-se a vazão de recirculação para a variação da  $J_L$  no intervalo de -0,7 cm/s a 0,0 cm/s, a captura das imagens era feita pelo método off-line com o auxílio de microscopia (vide Apêndice II).

No intervalo de variação de -4,0 cm/s e -1,4 cm/s para  $J_L$ , manteve-se a vazão do *underflow* em 500 ml/min e variou-se a vazão de recirculação (0 a 2000 ml/min). A mensuração das bolhas foi feita por filmagem direta do CF para a captura das imagens (método on-line). Para estes dois conjuntos de experimentos o ponto de entrada da recirculação escolhido foi o de posição axial 0,73 m.

A avaliação das respostas obtidas em cada etapa desse estudo foi feita com suporte do *software* STATISTICA® 7.0.

A outra posição de amostragem escolhida tinha por objetivo obter medidas quantitativas das bolhas arrastadas pelo *underflow* da coluna em função da velocidade superficial da fase contínua. Nesses testes a captura de imagens era feita com o auxílio de microscopia e adotou-se a mesma metodologia empregada na quantificação de diâmetros de bolhas no CF na faixa de velocidades superficiais entre -0,7 cm/s e 0,0 cm/s, que se encontra detalhada no Apêndice II. Então nos estudos da influência da velocidade superficial da fase líquida na posição axial -0,03 m sobre a distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas através do underflow, as vazões de recirculação e de retirada no *underflow* variaram de 0 a 2000 ml/min e de 0 a 1000 ml/min, respectivamente. Considerando a vazão de alimentação de 3200 ml/min para a fase líquida, durante todo o intervalo de variação da velocidade superficial da  $J_L$  naquela região, a mesma velocidade medida na posição entre a entrada da recirculação e acima da posição axial da alimentação da mistura saturada, a velocidade superficial da fase líquida assume valores positivos, entre 0,26 cm/s e 4,26 cm/s. Com o objetivo de avaliar a influência da posição da alimentação na distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas, outro

conjunto de dados foi obtido para os mesmos intervalos de valores para as vazões de retirada no *underflow* e de recirculação e o mesmo valor de vazão de alimentação, porém com esta última feita através do acionamento de dois bocais difusores posicionados no FL<sub>inf</sub>.

*Estudo experimental da influência da combinação e número de bocais difusores e condições de operação nos hold ups das seções da coluna de bolhas.*

Nos testes de avaliação da influência do número de bocais difusores e da posição destes na distribuição do  $\varepsilon_G$  no interior da coluna de bolhas, operou-se a coluna de bolhas com 2, 4 e 6 bocais difusores de forma combinada. As vazões de retiradas, no topo (0 ml/min e restante) e no fundo da coluna (0 ml/min e 1000 ml/min), bem como a de recirculação (0 ml/min e 2000 ml/min) testada foram escolhidas de acordo com algumas das diferentes possibilidades de uso da coluna de bolhas.

Primeira condição de operação - Na primeira condição de operação considerou-se a retirada de 0 ml/min no *overflow* e o restante do total alimentado era retirado no fundo da coluna de bolhas. Neste caso a recirculação era mantida em 2000 ml/min. A vazão de retirada no fundo da coluna era medida pela coleta e pesagem do conteúdo efluente da coluna em um dado tempo de amostragem. As médias e os desvios padrões dos valores amostrados eram feitos a partir de cinco réplicas para cada condição amostrada.

A notação de número e combinação de bocais difusores - Considerando os ajustes das bombas peristálticas que controlavam as vazões de retirada no *underflow* e de recirculação da fase líquida, nesta primeira condição, quando se operava a coluna com 2 bocais, primeiramente eram acionados ambos no FL<sub>sup</sub>, em seguida um no FL<sub>sup</sub> e outro no intermediário (FL<sub>int</sub>) e por fim os dois bocais eram acionados no FL<sub>int</sub> de modo que a notação ([2/0], [1/1], [0/2]) indica respectivamente as posições dos bocais descrita anteriormente. Mantidas as condições de retirada e recirculação, em seguida, operava-se com 4 bocais, inicialmente os quatro eram acionados no FL<sub>sup</sub> [4/0], depois três no FL<sub>sup</sub> e um no FL<sub>int</sub> [3/1], em seguida [2/2], logo após [1/3] e por fim [0/4]. Quando eram utilizados seis bocais, inicialmente cinco eram acionados no FL<sub>sup</sub> e um no FL<sub>int</sub> [5/1], em seguida [4/2], [3/3], [2/4] e por fim [1/5]. Esta última condição completava o ciclo de utilização dos bocais para esta condição de retirada e recirculação.

A sequência de números e combinações dos bocais difusores testados pode ser então descrita pelo conjunto representado pela notação:

$$\{[2/0];[1/1];[0/2];[4/0];[3/1];[2/2];[1/3];[0/4];[5/1];[4/2];[3/3];[2/4];[1/5]\}.$$

Segunda condição de operação - Na segunda condição de retirada e recirculação, a vazão da fase líquida no topo da coluna era nula, todo conteúdo alimentado na coluna era retirado no fundo e, para esta condição, a vazão de recirculação não era acionada. Novamente 2, 4 e 6 bocais eram combinados na forma:

$$\{[2/0];[1/1];[0/2];[4/0];[3/1];[2/2];[1/3];[0/4];[5/1];[4/2];[3/3];[2/4];[1/5]\}.$$

Terceira condição de operação - Na terceira condição de ajustes para as vazões de retirada e recirculação, as vazões de retirada no *underflow* e de recirculação eram mantidas em 1000 ml/min e 2000 ml/min, respectivamente. Nesta condição, todo restante da vazão alimentada era retirada no topo da coluna. Novamente 2, 4 e 6 bocais difusores eram acionados de forma combinada conforme relatado anteriormente.

As medidas de pressões nos flanges - Durante cada teste, após estabelecido o regime estacionário, os controladores de fluxos dos manômetros que mediam as pressões estáticas nas posições axiais dos três flanges ( $FL_{sup}$ ,  $FL_{int}$  e  $FL_{inf}$ ) eram totalmente abertos e os valores de pressões obtidos eram utilizados para o cálculo do *hold up* de cada seção da coluna de bolhas (CF, FC e CC) através da rotina computacional contida no Apêndice IV. As vazões de retiradas e recirculação eram anotadas e seus valores usados para os cálculos das velocidades superficiais da fase líquida ( $J_L$ ) através da rotina computacional contida no Apêndice III.

*Estudo experimental da influência das variáveis: vazão de alimentação e vazão de recirculação sobre as características fluidodinâmicas da fase líquida.*

Com o objetivo de caracterizar e quantificar as mudanças no comportamento fluidodinâmico da fase líquida, mediante as mudanças nos valores das variáveis operacionais vazões de alimentação de saturado e de recirculação, foram realizados os testes exploratórios e preliminares bem como um planejamento composto central (PCC). As faixas de valores para as variáveis exploradas nesta investigação compreenderam às mesmas relacionadas aos limites dos equipamentos dosadores de vazão, instalados na base da coluna e de recirculação. O número e posições dos bocais difusores escolhidos para esta fase de experimentos

correspondem à notação 2/0, que é a mesma adotada no estudo da influência da velocidade superficial da fase líquida sobre o diâmetro médio de bolhas no cilindro do flutador e na mistura arrastada no *underflow*. Também a posição de entrada da recirculação é a mesma adotada naquele estudo.

As metodologias de coleta dos dados experimentais e de tratamento dos dados, bem como os resultados dos testes exploratórios e preliminares se encontram nos Apêndices V, VI e IX respectivamente.

O planejamento composto central (PCC), para duas variáveis com cinco réplicas no ponto central e valor extremo do planejamento ( $\alpha=1,41$ ) foi escolhido visando a ortogonalidade da matriz de variância e co-variância.

Estabeleceu-se uma vazão de ar de  $60\pm 2$  litros/hora e pressão de 5 atm para os saturadores. Foi utilizada uma faixa de vazão da fase líquida ( $X_1=Q_L$ ), proveniente dos saturadores, de  $218\pm 0,5$  mL/min a  $782\pm 0,2$  mL/min. Para a vazão de recirculação ( $X_2=Rec$ ) a faixa adotada foi de  $154\pm 0,2$  a  $1846\pm 0,3$  mL/min, estabelecidos com base nos testes preliminares. O  $\varepsilon_G$  da mistura alimentada ( $Q_L$ ) esteve na ordem de 8,5%.

As metodologias de tratamento dos dados e cálculo dos parâmetros fluidodinâmicos se encontram no Apêndice V.

### **3.5 - Materiais e Metodologias Para os Estudos em Fluidodinâmica Computacional**

*As malhas computacionais utilizadas para os estudos teórico-computacionais em CFD*

Devido à complexidade do problema abordado e para uma melhor compreensão das técnicas CFD, as simulações foram agrupadas em três conjuntos.

O primeiro conjunto de simulações (PCS) tinha como objetivo, testar a capacidade dos modelos estabelecidos na literatura científica de prever o comportamento fluidodinâmico das fases (contínua e dispersa) de uma coluna de bolhas não regular reta, sendo as bolhas de ar produzidas por uma matriz porosa de formato cônico.

Para a verificação contida no segundo conjunto de simulações (SCS), foram feitas algumas modificações na coluna de bolhas para que ela pudesse operar por ar dissolvido e em regime permanente e a partir dessas modificações foi construída uma malha computacional geometricamente semelhante à coluna de bolhas para o (SCS).

Para o terceiro conjunto de simulações (TCS), uma nova malha foi construída e nela, as simulações foram conduzidas visando correlacionar velocidade superficial da fase contínua e diâmetro de bolhas representado pela fase discreta com o  $\varepsilon_G$  de ar nas seções da malha computacional, simulando a operação de uma coluna em co-corrente/contracorrente e com bolhas de dimensões micrométricas e em sistema bifásico, o modelo obtido foi utilizado para a estimativa das condições de contorno do SCS.

A Figura 3.13 é a representação das malhas tridimensionais construídas. A Figura 3.13 (A) é a representação da malha utilizada no conjunto de simulações correspondentes ao PCS.

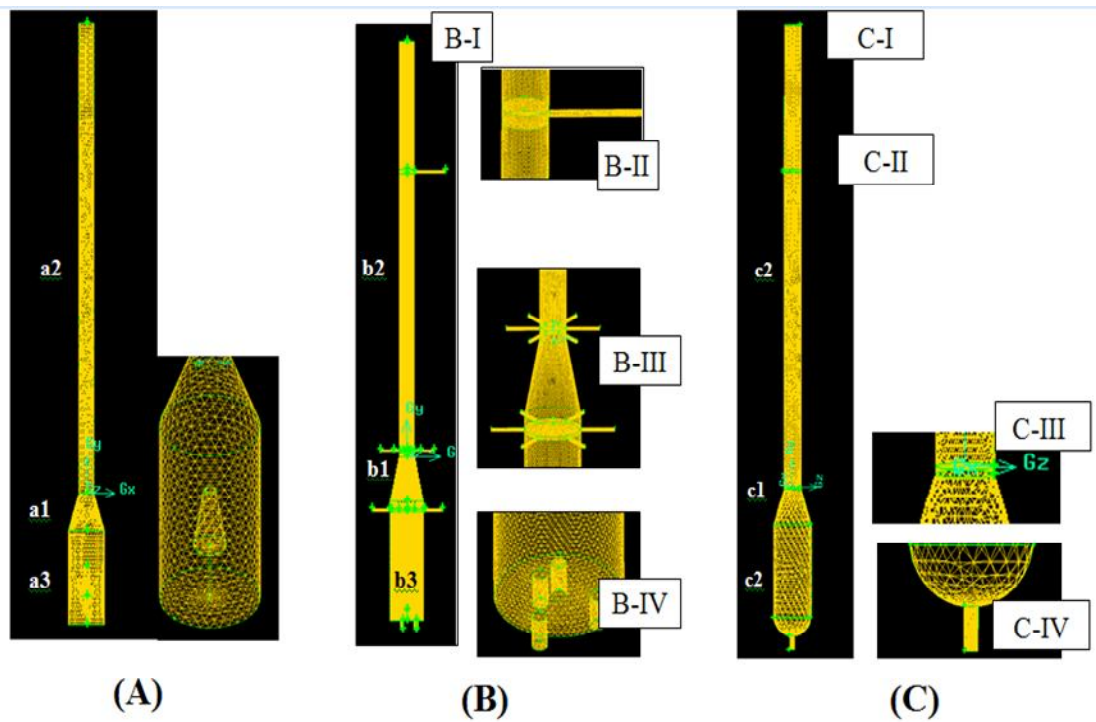


Figura 3.13 – Características geométricas das malhas tridimensionais utilizadas neste estudo: (A) para a primeira etapa com 24875 células; (B) para a segunda etapa com 196805 células e (C) para a terceira etapa com 55086 células.

As Figuras 3.13 (B) e (C) são as representações das malhas utilizadas, respectivamente, no SCS e TCS. As características comuns para as três malhas podem ser observadas na Figura: Uma seção de formato tronco-cônica em a1, b1 e c1 (FC); uma seção de formato cilíndrico acima da seção tronco-cônica em a2, b2 e c2 (CF); e uma seção de formato cilíndrico abaixo da seção tronco-cônica em a3, b3, e c3 (CC). Na malha (B), a alimentação era feita pelos cilindros horizontais detalhados em B-III. O detalhe em B-I apresenta a posição de retirada superior “*overflow*”, em B-II ponto de alimentação de água

(pura), em B-III (cone do concentrador e os flanges superior e inferior com as agulhas de injeção de mistura bifásica água-ar), em B-IV os três locais de retirada inferior “underflow”.

Os detalhes apresentados em B-II, B-III e B-IV são as regiões da malha que receberam refinamentos 2 vezes maiores tanto em  $r$  quanto em  $\theta$ . A Figura 3.13 (C) apresenta detalhes da malha construída para a terceira parte das simulações. O detalhe em C-I apresenta a posição de retirada superior “overflow” e em C-II ponto de alimentação de água (pura). Na malha (C) a alimentação era feita por um anel localizado logo acima da seção de formato tronco-cônica C-III. Em C-IV o local de retirada inferior “underflow”.

As malhas A e C são malhas irregulares e na construção da malha B optou-se pelo método multiblocos para possibilitar diferentes refinamentos em diferentes regiões da malha (regiões de alimentação, regiões de contato das correntes alimentadas e regiões de retirada no fundo da malha) como descrito anteriormente em B-II, B-III e B-IV.

#### *O aparato computacional*

As malhas foram construídas no pré-processador Gambit 2.3.16 Fluent. Inc. e as simulações (CFD) foram conduzidas no *software* comercial Fluent versão 6.3.26 associado ao sistema operacional Windows XP Service Pack 3.

A configuração de *hardware* utilizada possuía um processador core2-quad da Intel, com 3 GB de memória RAM.

#### *Condições de contornos comuns a toda as simulações*

- Não deslizamento nas paredes;
- Entrada uniforme de gás e líquido e com mesmas velocidades;
- Sistema aberto (*opening*), com condição de pressão atmosférica no topo e na base da coluna (nos casos em que ela existe) para a saída das fases.

#### *As condições iniciais das simulações*

- A coluna de bolhas está inicialmente preenchida com água pura;
- Velocidade inicial zero para todas as fases.

A abordagem adotada: Euleriana-Euleriana.

O modelo padrão de viscosidade turbulenta adotado foi o k- $\epsilon$  com os parâmetros propostos pela maioria dos autores da literatura consultada ( $C_\mu = 0,09$ ,  $C_{\epsilon_1} = 1,35$ ,  $C_{\epsilon_2} = 1,8$  e  $\sigma_\epsilon = 1,3$ ; LAI e SO, 1990).

#### *Parâmetros de Simulação:*

- Passo de tempo inicial utilizado - Adotou-se um *time step* inicial de  $10^{-9}$ s.
- Critério para a variação do passo de tempo – o passo de tempo era mantido em  $10^{-9}$  até que fosse atingido  $10^{-5}$  segundos de tempo simulado. Após isto, sempre que o tempo simulado era 10 vezes maior que o anterior, mudava-se o passo de tempo de forma que a razão entre tempo simulado e passo de tempo era ajustada para  $10^4$ .
- Passo de tempo final utilizado – o passo de tempo era variado, de acordo com a metodologia acima apresentada até o valor máximo de  $10^{-1}$  segundos. A partir de então o passo de tempo era mantido constante.
- Iterações – Limite máximo de 2000 iterações por intervalo de tempo, o ajuste do passo de tempo garantia que as convergências fossem obtidas em uma única iteração.
- Critério de convergência – O desvio médio quadrático utilizado como critério de convergência foi de  $10^{-3}$ .
- Esquema de interpolação no espaço utilizado – Implícito de primeira ordem.
- Esquema de interpolação no tempo utilizado – Implícito de primeira ordem.
- Critério de parada – As simulações eram conduzidas até o estacionamento das médias temporais das frações volumétricas das fases em todas as seções da malha utilizada.

#### *O Método Numérico*

A resolução numérica do sistema de equações gerado neste trabalho utiliza uma técnica que associa a técnica dos volumes e elementos finitos e para a discretização da solução do problema.

#### *Metodologia para os testes de independência de malha*

Neste estudo, os testes de independência das malhas foram realizados para sucessivos refinamentos em  $r$ ,  $\theta$  e  $y$ , até que, na comparação entre refinamentos para a mesma geometria, as diferenças entre as médias temporais das pressões totais pseudo-estacionárias na menor posição axial das malhas não fossem superiores a 0,5%. Para a comprovação da independência da malha, os valores de  $\epsilon_G$  calculados a partir da média aritmética dos valores obtidos nos nós de cada uma das três seções da malha eram então comparados.

No primeiro conjunto de simulações (PCS), o teste de independência de malhas foi feito para a vazão de ar de 100 L/min e o diâmetro da fase discreta (de bolhas) de 500  $\mu\text{m}$ . Já para os segundo conjunto de simulações (SCS) e terceiro conjunto de simulações (TCS), os testes de independência foram feitos para as taxas de alimentação de 0,03 kg/s e diâmetro da fase discreta de 100  $\mu\text{m}$  para as suas respectivas malhas. As malhas que apresentaram simultaneamente independência e menores demandas computacionais foram as seguintes:

PCS: 24875 células;  
SCS: 196805 células;  
TCS: 55086 células.

*A metodologia experimental para a determinação dos valores de diâmetros de bolhas ( $d_{[3,2]}$ ) para a composição da condição de contorno (5 fases secundárias).*

Para a determinação dos valores de diâmetros de bolhas que comporiam as 5 fases secundárias representativas da fase gasosa na simulação (SCS), foram consideradas as distribuições de volumes das bolhas amostradas no concentrador e na saída do *underflow*.

O valor da taxa de arraste da corrente gasosa pelo *underflow* foi calculado considerando a vazão total do *underflow* e o  $\varepsilon_G$  desta mistura. A taxa de escoamento da corrente gasosa pelo *overflow* foi calculada considerando o balanço global de massas e então, foi determinada a distribuição de volumes das bolhas que deixam o sistema. Para a determinação dos diâmetros representativos das faixas, foram consideradas as faixas de maiores frequências no *underflow* e no flotador, bem como o modelo matemático obtido no TCS, com base nos *hold ups* desejados para as seções.

*A metodologia para o cálculo do valor da média simulada da fração de volume da seção (MFV).*

Os valores da média da fração de volume de cada seção eram obtidos pelas médias aritméticas das frações de volumes calculadas para os nós das seções avaliadas em dez diferentes tempos simulados, com intervalos de 100 s, contados após o estacionamento da média temporal da pressão total na base da malha. Para isto os valores de fração de volume da malha eram ordenados pelas posições axiais dos mesmos. Selecionado o intervalo definido pelos limites da seção a ser avaliada, o valor da média aritmética era calculado.



*A metodologia para a determinação do intervalo de valores de hold up simulados (IVH) calculados pelas diferenças de pressões estáticas das posições limites da seção.*

Os valores de pressões estáticas nos nós de uma mesma posição axial da coluna de bolhas eram discriminados e as maiores e menores diferenças entre esses valores eram usadas para o cálculo do intervalo de valores calculados pelas diferenças de pressões. Na verificação do modelo, o cálculo das frações de volumes simuladas para o intervalo segue a mesma metodologia usada para a determinação das frações de volume de ar da mistura no segmento da malha.

*As demais condições de contorno e metodologias para as simulações e para a verificação dos modelos*

Durante o PCS, as simulações e os experimentos eram conduzidos com a coluna operando com bolhas de tamanho milimétrico em sistema bifásico e em regime semi-batelada. Nas fases discretas, os diâmetros de bolhas simulados de 500  $\mu\text{m}$ , 1500  $\mu\text{m}$  e 2000 $\mu\text{m}$  eram combinados com os valores de vazão de ar nas composições das condições de contorno. Os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos das simulações foram então comparados aos obtidos experimentalmente para uma coluna de bolhas operando por insuflação de ar em sistema bifásico com as taxas de alimentação da fase gasosa de 60, 80 e 100 L/h. Os perfis de fração de volume e velocidades superficiais das fases eram então comparados aos encontrados na literatura científica.

Nos testes experimentais para a verificação do modelo computacional, a medida de fração de volume de ar na mistura foi feita pelo método de diferenças entre as pressões estáticas medidas a duas diferentes posições axiais da coluna (Apêndice II). Estas medidas foram feitas na seção do flutador nas posições axiais localizadas a 40 cm e 80 cm do topo da coluna operando em regime semi-batelada operando por insuflação de ar, com 20 PPM de tensoativo (*frother*).

A verificação do modelo estabelecido foi feita pelo confronto entre os valores simulados para a fase discreta representando o diâmetro de bolhas de 2000  $\mu\text{m}$  e o obtido experimentalmente para a mesma vazão de ar. Considerou-se a hipótese que no regime pseudo-estacionário as médias das frações de volumes globais e parciais não sofreriam variação com o tempo, a medida de diferença de pressão estática foi utilizada como critério de

parada das simulações. Assim, quando a curva de diferença de pressão em função do tempo assumia o comportamento assintótico esperado prosseguia-se a simulação até 200% do tempo simulado obtido para o estacionamento das médias temporais das frações de volumes no interior da malha.

No SCS, depois de estabelecidas todas as condições de contorno da simulação do sistema em multifase, as simulações foram conduzidas até o aparente estacionamento dos perfis das frações de volumes de ar nas seções da malha.

Nas simulações, para o estudo da fluidodinâmica da coluna no TCS, as taxas de alimentação da fase líquida eram de 0,03 kg/s e 0,06kg/s. A alimentação era feita com 2% de fase gasosa e em ambas as taxas com retirada de 80% do total da alimentação no fundo da coluna (*underflow*). Esses valores foram escolhidos com o intuito de que as velocidades superficiais da fase líquida variassem de 0,3 cm/s a 3,8 cm/s na seção de formato tronco-cônico. Os diâmetros da fase discreta estudados estiveram entre 10 e 800  $\mu\text{m}$ .

### **3.6 – Matérias e Metodologias Para os Estudos de Fluidodinâmica Aplicada a Processos de Separação**

A seguir estão relacionadas as metodologias empregadas nos estudos da aplicação da coluna de bolhas nos processos de separação escolhidos.

#### **3.6.1 - Estudo da influência da fluidodinâmica do sistema no processo de separação de misturas oleosas de baixas concentrações**

Os testes correspondentes a esta etapa de estudos tinha como objetivo testar a possibilidade de obter um modelo de previsão da eficiência de remoção de óleo para diferentes combinações de bocais difusores, correlacionando esta variável com os parâmetros fluidodinâmicos *hold ups* e as velocidades superficiais a -0,03 m e -0,4 m obtidas na subseção 4.1.2 deste documento (segunda condição de vazões). Para isto além das condições apresentadas anteriormente os números e disposições dos bocais representados pelas notações {[0/1];[1/0];[0/3];[0/5]} foram testados. As concentrações de óleo eram medidas e procedia-se um balanço de massa para aferir a confiabilidade dos dados obtidos, bem como para os cálculos das eficiências.

Os resultados das eficiências de remoção de óleo obtidas pelas diferentes combinações de bocais difusores foram correlacionados com os respectivos valores de *hold ups* e velocidades superficiais nas posições axiais -0,03 m e -0,4 m, obtidos pela operação da coluna em sistema água-ar.

Conforme já relatado, os valores de vazão do *overflow* e recirculação foram ajustados em 0 ml/min, conforme o segundo conjunto de dados (segunda condição de vazões) explorados naquela subseção (4.1.2).

A preparação das emulsões e os métodos de análise seguiram os procedimentos descritos no Apêndice VII. No tratamento estatístico buscou-se relacionar as eficiências com os parâmetros obtidos por múltipla regressão. Nos cálculos das taxas de remoção de óleo as eficiências de coleta, as vazões de alimentação e as concentrações de óleo nas emulsões alimentadas eram relacionadas pela Equação 3.1.

$$Taxa = E_c * C_{alim} * Q_{alim} \quad (3.1)$$

Sendo que:

*Taxa* é a taxa de remoção de óleo da emulsão  
*E<sub>c</sub>* é a eficiência de remoção de óleo  
*C<sub>alim</sub>* é a concentração da emulsão tratada  
*Q<sub>alim</sub>* é a vazão de alimentação

### **3.6.2 Estudo da influência da fluidodinâmica do sistema no processo de separação de misturas oleosas por inversão de fases**

#### *Os testes exploratórios*

Em estudos iniciais de operação do protótipo instalado, foi verificada a separação de 10 a 40% do óleo emulsionado a 10000 PPM, quando a coluna era operada em regime permanente. Naquelas condições, uma solução a 20 PPM de álcool polivinílico era saturada com ar a 5 atm por 1 hora e o conteúdo dos saturadores era alimentado para a coluna de bolhas utilizando-se de 2 ou 4 bocais difusores. As condições das variáveis: vazão de alimentação da corrente proveniente dos saturadores, número e posições dos bocais difusores aparentemente não interferiam nos resultados. Porém, as condições das variáveis, vazão de

recirculação e de alimentação da emulsão, influenciavam drasticamente no percentual de óleo removido.

Com base nestas observações e na tentativa de obtenção de parâmetros cinéticos e hidrodinâmicos para a operação em regime permanente, foram conduzidos uma série de testes em regime batelada. Em alguns dos testes exploratórios, adicionava-se à coluna 1 L da mistura saturada, proveniente dos saturadores e após era adicionada a emulsão, para posteriormente completar o enchimento da coluna com o conteúdo do saturador. Era então possível observar a formação de uma camada de cor amarelada na superfície do conteúdo da coluna a partir do início da alimentação e que ficava mais evidente para algumas condições na vazão e concentração da emulsão alimentada.

Tal observação induziu à possibilidade do estudo da separação da mistura de óleo em água por inversão de fases. A partir de então foi escolhida a técnica de planejamento fatorial para os testes preliminares de separação da emulsão por inversão de fases.

### *Os testes preliminares*

Os testes preliminares foram conduzidos a partir de um planejamento fatorial de experimentos (BOX *et al.*, 1978). Esta técnica foi escolhida para a sistematização rigorosa da coleta dos dados, de modo a assegurar a geração de conclusões válidas e exatas. Foram investigados os prováveis mecanismos para a floculação e inversão de fases da mistura oleosa assim como as variáveis relacionadas nas literaturas técnica e científica como possíveis contribuintes para a eficiência de separação. Assim as variáveis: concentração de óleo e  $\varepsilon_G$  de ar, distribuição de diâmetros de gotas e bolhas, concentração de polímero floculante, temperatura e pH do experimento, turbulência na zona de contato, tempo de floculação foram escolhidas, com o intuito de se evitar vícios experimentais que pudessem incorrer em conclusões tendenciosas não detectáveis.

Para isto, através do planejamento fatorial avaliou-se a importância das variáveis: posição de alimentação da emulsão, volume de emulsão, volume de óleo no sistema, vazão de alimentação de emulsão e vazão de recirculação sobre a eficiência de coleta de óleo do sistema e o teor de óleo no material sobrenadante. A faixa de vazão de alimentação avaliada foi estipulada de acordo com a faixa de vazão da bomba peristáltica disponível. As posições

axiais de alimentação estudadas foram 0,7 m e 0,4 m, posições (4) e (5) da Figura 3.4. O ponto de entrada da recirculação era o ponto (6) de posição axial 20 cm (80 cm do topo).

A vazão de recirculação foi estabelecida dentro da faixa de velocidades superficiais que promovia o transporte das gotículas de óleo e dos flocos de diâmetros e densidades aparentes suficientemente próximas à da água. Assim, o intuito era utilizar a recirculação para promover o transporte do óleo que ultrapassasse a camada oleosa e de bolhas superficiais e ocupasse uma posição axial inferior à do filme oleoso formado, para ser novamente transbordado por sobre o filme. O intuito era de acelerar ou de possibilitar o seu contato com a camada de espumas e posteriormente com a barreira oleosa formada na superfície da mistura resultante no interior da coluna. Cada procedimento experimental era constituído das três etapas discriminadas a seguir:

a-Alimentação inicial: Após o preparo da emulsão, eram inseridos na coluna de bolhas 1 litro de água saturada contendo 20 PPM de álcool polivinílico. A recirculação era então acionada e simultaneamente a emulsão era bombeada em sua respectiva vazão para o interior da coluna.

b-Transporte do óleo para o “*overflow*”: Tendo sido a emulsão totalmente transferida para a coluna, adicionava-se pela abertura dos registros, mistura água-ar proveniente dos saturadores, até o total preenchimento da coluna de bolhas. Então se desligava a recirculação. Após a ascensão das bolhas de ar (20 minutos) era adicionado o conteúdo dos saturadores para o total preenchimento da coluna.

c-Transbordo: O óleo sobrenadante era transbordado e coletado para a sua mensuração.

A emulsão ainda presente na coluna era homogeneizada e uma alíquota de 300 ml era coletada para posterior análise de confiabilidade dos dados por balanço de massa.

A partir de então foi avaliada, através dos testes de significâncias, a importância das variáveis operacionais: posição axial de alimentação da emulsão ( $P_{axi}$ ); a vazão de alimentação ( $Q_{alim}$ ); a vazão de recirculação ( $Q_{rec}$ ); o volume de emulsão alimentada ( $V_{emul}$ ); e o volume de óleo utilizado ( $V_{ol}$ ). A água utilizada para os experimentos era proveniente do serviço público de abastecimento. Durante os testes eram anotados a temperatura e o pH de cada emulsão preparada. Nesses testes as variáveis respostas: eficiência de recuperação ( $E_c$ ) e teor de óleo no material recuperado (teor) eram avaliados para a definição da posição axial da alimentação para a posterior aplicação do PCC. Estabeleceu-se também através dos testes preliminares a vazão de ar, e a pressão e tempo de saturação para a operação dos saturadores nos valores de 30 litros por hora e a 5 atm por 0,5 horas, respectivamente.

### *O planejamento composto central (PCC):*

Na escolha do planejamento experimental foi considerado o tamanho da amostra (número de replicações) e a seleção da ordem adequada de rodadas para as tentativas experimentais. Foi analisado também se a formação de blocos ou outras restrições de aleatorização estavam envolvidas, bem como a possibilidade de construção de modelos que se ajustem bem aos dados e que reduzam a possibilidade de erros nos testes de significância dos parâmetros (BARROS NETO, 1995).

Definida a melhor posição de alimentação através dos testes preliminares, para a realização dos novos experimentos foi elaborado um planejamento experimental do tipo composto central (PCC), sobre as demais variáveis relacionadas nos testes preliminares (Q alim, Q rec, V emul e V ol), com uma réplica ao centro e valor extremo do planejamento ( $\alpha=1,48$ ) escolhido para a ortogonalidade da matriz de variância e co-variância.

### *Metodologia de tratamento dos dados*

Para o cálculo do teor de óleo do material flotado, a massa do sobrenadante era medida antes e após a secagem e ele era calculado pela Equação 3.2:

$$teor = \frac{100 * m_{sec}}{m} \quad (3.2)$$

Sendo que:

m=massa do sobrenadante antes da secagem

m<sub>sec</sub>=massa do sobrenadante após a secagem

Para a análise da eficiência de separação (Ec) considerou-se que o número de partículas disponíveis para a coleta (No) era proporcional ao volume total de óleo (V ol) e o número de partículas que foram coletadas (Ne) era proporcional ao volume de flotado (Vf) multiplicado pelo seu respectivo teor de óleo (teor). Ec era então calculado segundo a Equação (3.3):

$$E_c = \frac{(V_f * teor)}{V_{ol}} \quad (3.3)$$

### 3.6.3 Estudo da influência da fluidodinâmica do sistema no processo de beneficiamento de minérios

Em função do problema amplamente reportado na literatura relacionado à sua dificuldade na recuperação, neste estágio do trabalho, foi estudada a flotação da amostra de finos do mineral apatita por ar dissolvido.

Os reagentes e os procedimentos de preparação e condicionamento foram os mesmos descritos anteriormente. Nos testes executados variaram-se as seguintes condições: pH da polpa no condicionamento: 9,0 e 11,5; vazão de água de lavagem (L/min): 0; 0,15 e 0,45; vazão de reciclo (L/min): 0,50; 1,0 e 1,25; concentração de sólidos ao alimentar a coluna (%): 11,2; 12,0; 12,4; 13,5 e 14,5; posição axial de entrada da recirculação (m): 0,23; 0,63 e 0,73; posição do bocal difusor acionado para a alimentação da água saturada (m): 0,00 e -0,15.

Os reagentes de flotação, que atuam executando funções específicas por meio da manipulação da química da polpa, utilizados foram: coletor: reagente natural do tipo ácido graxo, preparado em uma reação de saponificação de óleo de soja; depressor: fubá de milho gelatinizado, obtido em uma reação com NaOH a 10% e água; regulador de pH: solução de hidróxido de sódio a 10 %. Os valores utilizados nos experimentos estão elencados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Dosagens dos agentes químicos e condições fixadas, utilizados nos experimentos

Condição	Valor
Dosagem do coletor	120 g/t
Dosagem do depressor	900 g/t
Tempo de condicionamento	5 min (cada reagente)
Rotação do condicionamento	1614 rpm
Porcentagem de sólidos no condicionamento	60%

As variáveis independentes investigadas foram pH da polpa, vazão de água de lavagem, vazão de reciclo, porcentagem inicial de sólidos na coluna, posição do reciclo na coluna e posição da injeção da água saturada.

A distribuição granulométrica do minério estudado foi determinada pela técnica de difração de raios *laser*. Com os resultados da distribuição granulométrica testaram-se os modelos clássicos de distribuição granulométrica, sendo que o modelo RRB (Rosin-Rammler-Bennett) foi o que apresentou o melhor ajuste aos dados experimentais. Os resultados da regressão, com o quadrado do coeficiente de correlação, parâmetros do modelo e desvio padrão, são apresentados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Características granulométricas da amostra de mineral de apatita utilizada na flotação

Parâmetro Ajustado	$d_{63,2} (\mu\text{m})$	n
valor	21,4	1,2
desvio padrão	0,2	0,1

Após a pressurização da mistura água-ar nos saturadores por uma hora e 5 atm, o registro de controle de vazão afluente dos saturadores era aberto a fim de transferir um volume determinados de água saturada para o interior da coluna de flotação. A partir da transferência da mistura para a coluna, iniciava-se o reciclo pelo acionamento da bomba peristáltica destinada a essa finalidade, previamente ajustada. A poupa, previamente condicionada, era adicionada ao conteúdo da coluna de bolhas através da sua abertura do topo. A partir deste momento era acionada a bomba peristáltica que controlava a vazão de fornecimento da água de lavagem da espuma. Espuma e poupa restante eram coletadas em separadamente como produtos da flotação. Procedia-se a sedimentação dos produtos da flotação por 12 horas e os precipitados formados eram secos em estufa por 24 horas a 110°C.

*Metodologia para o cálculo da recuperação e teor de fósforo no beneficiamento de finos de minério pela FAD.*

A qualidade dos concentrados obtidos foi avaliada com base no teor de fósforo nos produtos da flotação, bem como, na seletividade da separação da apatita em relação aos principais minerais de ganga. Já a produção de cada batelada foi determinada pela recuperação de apatita na massa flotada. Como mencionado por SANTANA (2011), são considerados satisfatórios os teores de  $\text{P}_2\text{O}_5$  acima de 30-33 % (preferencialmente 33 %), e as recuperações maiores que 60 %.

A recuperação de apatita ( $R_{\text{apatita}}$ ) nas amostras flotadas foi calculada de acordo com a Equação 3.4. Foi considerado o teor de óxido de cálcio para o cálculo da recuperação, devido ao fato de que o tipo de coletor utilizado para concentrar o mineral apatita  $[\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}]$  adsorve na superfície dos íons  $\text{Ca}^{++}$ , coletando indiretamente o fósforo contido no mesmo mineral (OLIVEIRA, 2004; SANTOS, 2010; SANTANA, 2011).

$$R_{\text{apatita}} (\%) = \frac{M_F x_{\text{CaO},F}}{M_A x_{\text{CaO},A}} \times 100 \quad (3.4)$$

em que:



$M$  é a massa (g);

$x$  é o teor (%);

$F$ : índice que indica flotado;

$A$ : índice que indica alimentação.

As amostras dos produtos da flotação eram etiquetadas e a análise dos teores das espécies químicas presentes nas amostras foi feita por espectrofotometria de fluorescência de raio X no Laboratório de Análises da Vale Fertilizantes em Araxá/MG.

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos nos testes e este está dividido em subseções. A sequência em que as subseções são apresentadas não corresponde à ordem de realização dos testes, mas foram dispostas da seguinte forma:

Estudos de Fluidodinâmica Experimental  
Estudos de Fluidodinâmica Computacional por CFD  
Fluidodinâmica Aplicada a Processos de Separação

#### 4.1 - Estudos em Fluidodinâmica Experimental

##### 4.1.1 - Estudo da influência da velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na posição axial -0,3 m sobre as distribuições de diâmetros de bolhas na seção CF e na corrente do underflow.

Como relatado no capítulo de materiais e métodos, quando na amostragem do conteúdo de bolhas no CF e com o objetivo de analisar o efeito da velocidade superficial da fase líquida e da distribuição de diâmetros de bolhas em uma faixa de valores mais extensa, foram aplicados dois métodos distintos de captura de imagem:

- a) por amostragem, com o auxílio de microscopia (método *off-line*) e
- b) por captura direta de imagem no CF (método *on-line*).

As amostras no CF, obtidas a partir de cada técnica, foram analisadas individualmente e posteriormente agrupadas para a obtenção de um panorama geral do fenômeno estudado.

Já para a caracterização das bolhas arrastadas pelo *underflow* foi aplicado o método *off-line*. E os resultados destas avaliações serão apresentados a seguir.

*As distribuições de diâmetros de bolhas no CF por amostragem, com o auxílio de microscopia.*

A Figura 4.1 é um exemplo ilustrativo das imagens estáticas obtidas pelo sistema de captura por microscopia. A direita é observado o menu *setup* de operação da câmera de alta velocidade onde pode-se constatar em (a) que a captura da imagem de vídeo fora feita a 125 quadros por segundo e em (b) que foi reproduzida a 10 quadros por segundo. Nesta fotografia é possível observar a definição do contorno das microbolhas e também a presença de bolhas de tamanho nanométrico. A área de cobertura da imagem é de aproximadamente  $36.800 \mu\text{m}^2$  do amostrador.

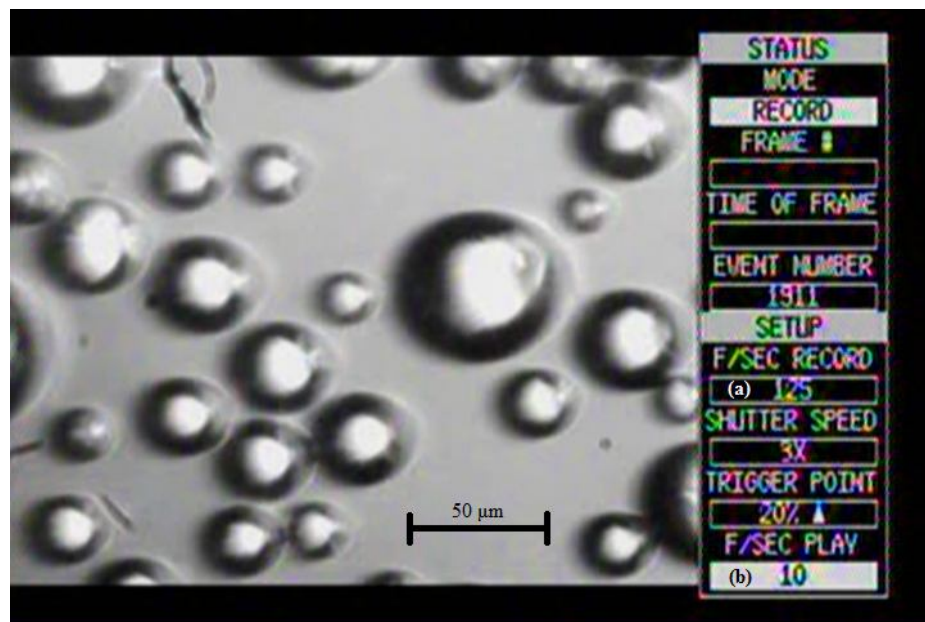


Figura 4.1 – Imagem de bolhas presentes no FC capturada por microscopia com ampliação ótica de 600 vezes.

As Figuras 4.2, 4.3, 4.4, 4.5 e 4.6 são os histogramas representativos das distribuições de diâmetros de bolhas obtidos para as velocidades superficiais da fase líquida nos valores de 0 cm/s, -0,2 cm/s, -0,26 cm/s, -0,4 cm/s e -0,7 cm/s respectivamente. Nestes testes avaliou-se a influência da velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na interface do  $FL_{sup}$  com o FC sobre a distribuição de diâmetros de bolhas no interior do CF. Em cada uma das representações gráficas o eixo das ordenadas à esquerda é relativo aos valores de frequências das faixas de diâmetros indicadas pelas barras e o eixo à direita é relativo aos valores de frequência acumulativa dos valores representados pelos pontos em azul.

Pela Figura 4.2 é possível verificar que quase 100% das bolhas representadas no histograma apresentam diâmetros inferiores a 100  $\mu\text{m}$ .

O formato assimétrico da curva é típico dos histogramas de distribuição de diâmetros de micro bolhas produzidas por descompressão de misturas saturadas com ar. Pelo histograma é possível observar que foram encontradas bolhas com diâmetros entre 0 e 10  $\mu\text{m}$  e que a maior frequência absoluta foi obtida para a faixa de diâmetro de 10 a 20  $\mu\text{m}$  (moda).

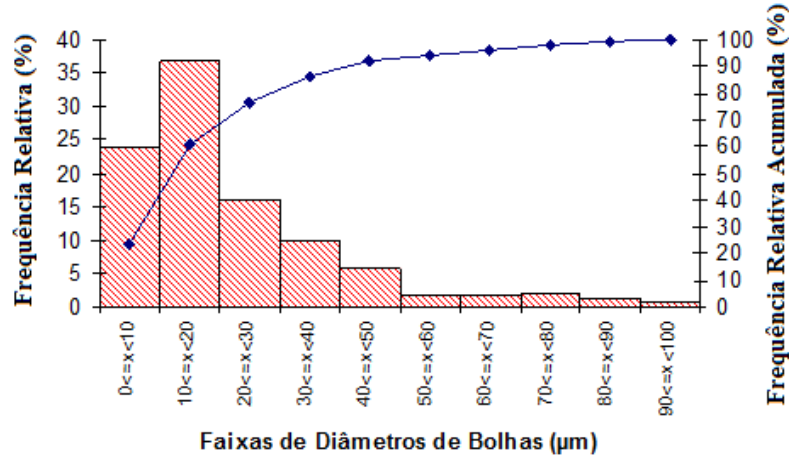


Figura 4.2 – Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida igual a 0 cm/s.

A Figura 4.3 é a representação da distribuição de diâmetros de bolhas no CF para a velocidade superficial da fase líquida em -0,2 cm/s. Na comparação entre a Figura 4.2 com a Figura 4.3, verifica-se um aumento na simetria do histograma com o aumento do módulo da  $J_L$ . Assim como na Figura 4.2 não foram localizadas bolhas com diâmetros superiores a 100  $\mu\text{m}$ .

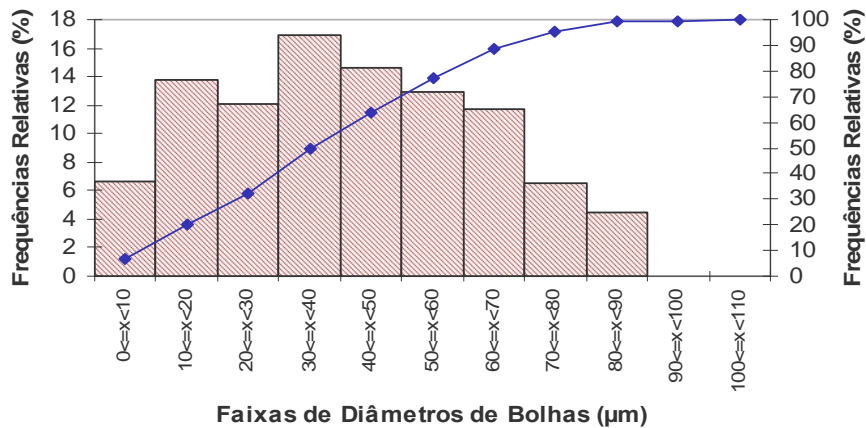


Figura 4.3 – Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,2 cm/s.

O aumento na vazão de recirculação de 0 mL/min para 150 mL/min, provoca uma redução na vazão de mistura saturada para o CF na ordem de 5%. Observa-se que este procedimento causa uma diminuição na frequência de bolhas com diâmetros inferiores a 20  $\mu\text{m}$  ( $P_{<20\mu\text{m}}$ ) de 60% para 20%. Esta diminuição é acompanhada de um aumento no valor da moda de 15  $\mu\text{m}$  para 35  $\mu\text{m}$ . A comparação entre os histogramas representados nas Figuras 4.2 e 4.3 sugere que parte das bolhas dessa faixa de diâmetros coalesce formando bolhas de diâmetros entre 30 e 90  $\mu\text{m}$ . Como resultado observa-se o aumento nas frequências nessas últimas classes.

A Figura 4.4 representa a distribuição de diâmetros de bolhas no CF quando a velocidade  $J_L$  é de -0,26 cm/s. Nesta figura observa-se o aparecimento de frequências significativas para bolhas de diâmetros superiores a 120  $\mu\text{m}$ .

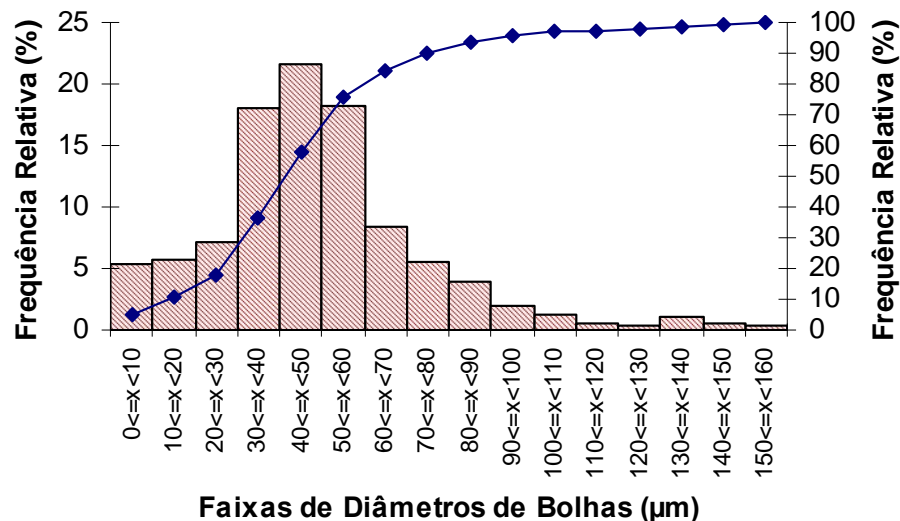


Figura 4.4 – Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,26 cm/s.

Neste histograma, é possível observar que tanto as tendências aos aumentos no valor da moda e na simetria do histograma quanto à diminuição na  $P_{<20\mu\text{m}}$  são preservados. Este aumento de simetria também foi observado por PATRÍCIO (2006), em seus estudos de flotação em coluna para misturas oleosas.

Na Figura 4.5 está o histograma de distribuição de diâmetros de bolhas para a  $J_L$  em -0,4 cm/s. Nela observa-se uma retomada na assimetria do histograma. E na comparação com os histogramas anteriores, é mantida a tendência em aumentar o valor da moda com o aumento de  $J_L$ . Nota-se também, significativos aumentos simultâneos nas ocorrências de bolhas com diâmetros superiores a 120  $\mu\text{m}$  e  $P_{<20\mu\text{m}}$ , com faixa de valores próximos aos

encontrados por LEPPINEN e DALZIEL (2004). Considerando as observações desses pesquisadores e analisando a distribuição de diâmetros apresentada nesta figura, cerca de 6% dessas bolhas estão excluídas da possibilidade de formação de cluster por terem diâmetros maiores que 200  $\mu\text{m}$ .

Os aumentos na moda e nas frequências de bolhas de diâmetros superiores a 120  $\mu\text{m}$  ( $P_{>120\mu\text{m}}$ ) reforçam a hipótese de aumento na taxa de coalescência de bolhas. Já o aumento na frequência de bolhas de menor tamanho (de 0 a 20  $\mu\text{m}$ ) indica que provavelmente o aumento na taxa de recirculação de líquido provoque um aumento no tempo de residência dessas bolhas, causado pelos arrastes hidrodinâmicos, da fase líquida em recirculação externa, associado ao arraste causado pela ascensão de bolhas de maior diâmetro (rastro de contorno – KILLSALL, (1953, apud ROLDAN *et al.*, 1993) causando recirculação interna. Para o sistema água-ar as bolhas sofrem coalescência após uma determinada velocidade relativa entre as fases. KRISHNA *et al.* (1999) afirmam que para uma coluna de 20 cm de diâmetro o valor de transição ocorre para  $J_L = 3,75$  cm/s. Segundo eles este valor deve diminuir para colunas de diâmetros menores). Assim nesta condição, a coluna que tem 4 cm de diâmetro e que apresenta  $J_L$  de 0,26 cm/s muito provavelmente tem início o regime de transição de escoamento.

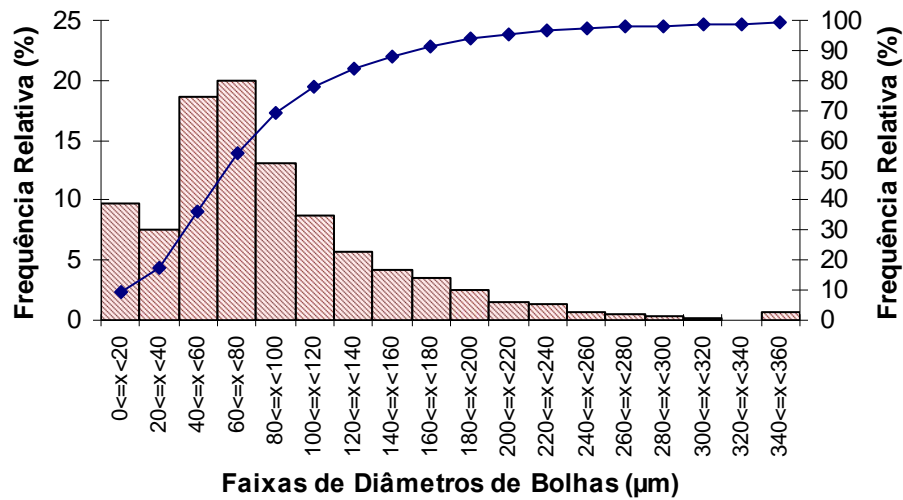


Figura 4.5 – Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,4 cm/s.

A Figura 4.6 é a representação da distribuição de diâmetros das bolhas amostradas no CF quando a velocidade superficial da fase líquida era de -0,7 cm/s. Este histograma por aparentemente possuir característica multimodal apresenta um padrão típico encontrados em

escoamentos em regime de transição (WILD *et al.*, 2003). As mesmas tendências observadas para a moda e para as bolhas de maior e menor tamanho se repetem.

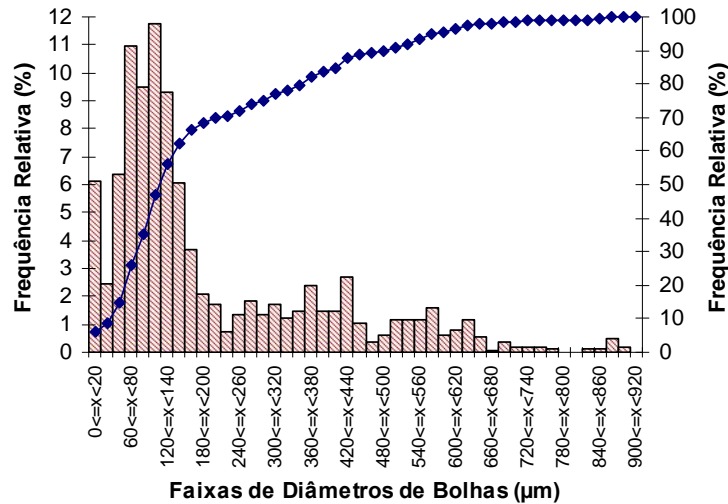


Figura 4.6 - Histograma representativo da distribuição de diâmetros de bolhas com velocidade superficial da fase líquida de -0,7 cm/s.

Assim como no Histograma da Figura 4.5, aparentemente, as modificações nas distribuições de diâmetros de bolhas observadas são produzidas simultaneamente pelo incremento no arraste hidrodinâmico de bolhas para o FC, obtido pelo aumento no módulo de  $J_L$ . Provavelmente é nessa seção que ocorrem as maiores mudanças nos valores da taxa de coalescência e ruptura de bolhas. As variações nos valores de  $P_{<20\mu m}$  também podem ser explicadas pelos arrastes hidrodinâmicos. Provavelmente, como já relatado, as bolhas de menores diâmetros são arrastadas do CC para o CF pela fase líquida em recirculação externa (circuito externo à coluna) e pelo arraste hidrodinâmico das bolhas de maior tamanho que migram para a região do CF (rastro de contorno). É possível ainda, que existam faixas de diâmetros de bolhas que são impedidas de ascenderem ao CF. Isto em função do maior arraste hidrodinâmico causado pela movimentação do líquido em sentido descendente nesta região e por possuírem velocidades terminais suficientemente grandes, para garantir assim, seu acúmulo nas duas seções do concentrador (FC e CC).

Comparando as tendências e através da observação feitas em relação aos dois últimos histogramas apresentados é possível supor que na Figura 4.5 é observado início da formação de sistemas multimodais. Provavelmente, o formato da distribuição de diâmetros seja condicionado pelos diferentes efeitos fluidodinâmicos, dentre eles a coalescência, o cisalhamento e os arrastes hidrodinâmicos em circuito externo e interno. Essas observações estão em consonância com os trabalhos de JAKOBSEN *et al.* 2005. A partir daquela  $J_L$ , o

aparecimento de bolhas com diâmetros superiores a 200  $\mu\text{m}$  indica um aumento significativo da coalescência no interior das seções abaixo do CF.

A Tabela 4.1 apresenta os resultados das análises estatísticas feitas para as distribuições de diâmetros de bolhas, medidas experimentalmente por microscopia, para as diferentes velocidades superficiais ( $J_L$ ).

Os valores observados para a moda ( $d_{MF}$ ) e os diâmetros médios: aritmético da amostra ( $d_M$ ) e de Sauter ( $d_{[3,2]}$ ) estão apresentados nas colunas 2, 3 e 4 da Tabela 4.1, respectivamente. Na coluna 1 da mesma tabela se encontram as respectivas velocidades superficiais da fase líquida ( $J_L$ ) e na coluna 5 o percentual de bolhas que possuem diâmetros inferiores a 60  $\mu\text{m}$  ( $P_{<60\mu\text{m}}$ ).

Tabela 4.1 – Os diâmetros médios aritméticos da faixa de maior frequência, da amostra, de Sauter e o percentual de bolhas de diâmetro menor que 60 micrometros para as velocidades superficiais da fase líquida ( $J_L$ ).

$J_L$ (cm/s)	$d_{MF}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_M$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{[3,2]}$ ( $\mu\text{m}$ )	$P_{<60\mu\text{m}}$ (%)
0	15	22	53	94
-0,2	35	41	60	77
-0,26	45	49	77	76
-0,4	70	90	206	36
-0,7	110	208	499	12

Para esses três valores de diâmetros característicos, o aumento do módulo da velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) é acompanhado por uma tendência de respectivos aumentos, porém com uma maior intensidade para o  $d_{[3,2]}$ . Como era de se esperar, uma tendência inversa é observada para o  $P_{<60\mu\text{m}}$ .

Na Figura 4.7 estão as representações gráficas das relações do  $d_{MF}$ , o  $d_M$  e o  $d_{[3,2]}$  com a  $J_L$ . Nele é possível observar uma tendência não linear na relação entre os diâmetros médios e  $J_L$  e , principalmente para as curvas de  $d_M$  vs  $J_L$  e  $d_{[3,2]}$  vs  $J_L$ .

Fisicamente é possível acreditar que com o aumento de  $J_L$ , a partir do limite superior do intervalo avaliado, tanto o  $d_{MF}$  quanto o  $d_M$  e  $d_{[3,2]}$  se estabilizem em um valor, como aparentemente observado nas tendências das curvas de  $d_M$  vs  $J_L$  e  $d_{[3,2]}$  vs  $J_L$ . Nesta última curva não é observada uma mudança significativa no valor de  $d_{[3,2]}$  quando a  $J_L$  muda de 0 para -0,2 cm/s. Isto pode ser explicado pelo fato de que nesta última velocidade existe uma maior uniformidade nas frequências das faixas de diâmetros de bolhas, com uma menor diferença entre a frequência da moda e a da faixa de menor diâmetro. A curva  $d_{[3,2]}$  vs  $J_L$  sofre as maiores



variações e é portanto mais sensível com relação ao formato do histograma. É possível observar também que a maior derivada obtida na curva  $d_M$  vs  $J_L$  é de aproximadamente  $-400 \mu\text{m}/(\text{cm/s})$ , nas menores  $J_L$

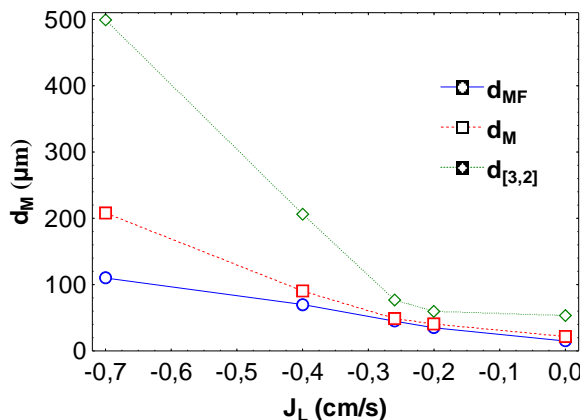


Figura 4.7 – As variações da moda e dos diâmetros médio de Sauter e médio aritmético com a velocidade superficial da fase líquida

Na Figura 4.8 está a representação gráfica da relação entre as  $P_{<60\mu\text{m}}$  e  $P_{>100\mu\text{m}}$  e a  $J_L$ . Neste gráfico é possível observar uma redução na inclinação da curva, indicando uma provável tendência a um valor assintótico para o valor de  $P_{>100\mu\text{m}}$  para valores de  $J_L$  maiores que  $-0,2 \text{ cm/s}$ .

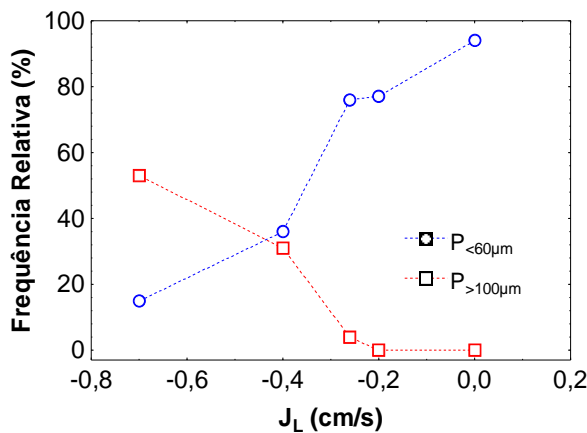


Figura 4.8 – As mudanças nas frequências de bolhas de diâmetros menores que  $60 \mu\text{m}$  e maiores que  $100 \mu\text{m}$  em função da velocidade superficial da fase líquida.

Com base nos gráficos apresentados nas Figuras 4.7 e 4.8, a técnica empregada possibilitou observar um controle razoável da distribuição de diâmetro de bolhas pela manipulação da vazão de recirculação e que o comportamento esperado para as curvas de variação dos diâmetros médios ( $d_M$  e  $d_{[3,2]}$ ) e da moda ( $d_{MF}$ ) com a  $J_L$  apresentaram tendências

fisicamente aceitáveis. Já para a faixa de bolhas de tamanho nanométrico (a faixa de bolhas de menor tamanho) é possível afirmar que, por apresentarem baixas taxas de coalescências e grandes tendências ao arraste pela fase líquida, provavelmente suas frequências relativas sejam fortemente influenciadas pelo comportamento fluidodinâmico da fase líquida.

*As distribuições de diâmetros de bolhas no CF por captura direta de imagem.*

As tentativas de obtenção de imagens através deste método para valores de  $J_L$  entre 1,4 cm/s e 1,9 cm/s não produziram bons resultados devido à permanência de grandes quantidades de bolhas de tamanho reduzido no CF, o que dificultou a identificação dos contornos de bolhas. Esta mesma dificuldade foi relatada por STEARNES (2001).

As Figuras 4.9 e 4.10 são exemplos ilustrativos das imagens estáticas obtidas pelo sistema de captura direta da imagem no CF. No menu *setup* de operação da câmera de alta velocidade, pode-se observar que a captura da imagem de vídeo foi feita a 125 quadros por segundo e reproduzida a 10 quadros por segundo. À esquerda, na faixa branca, é encontrado o padrão da escala indicando a distância correspondente a 10 mm.

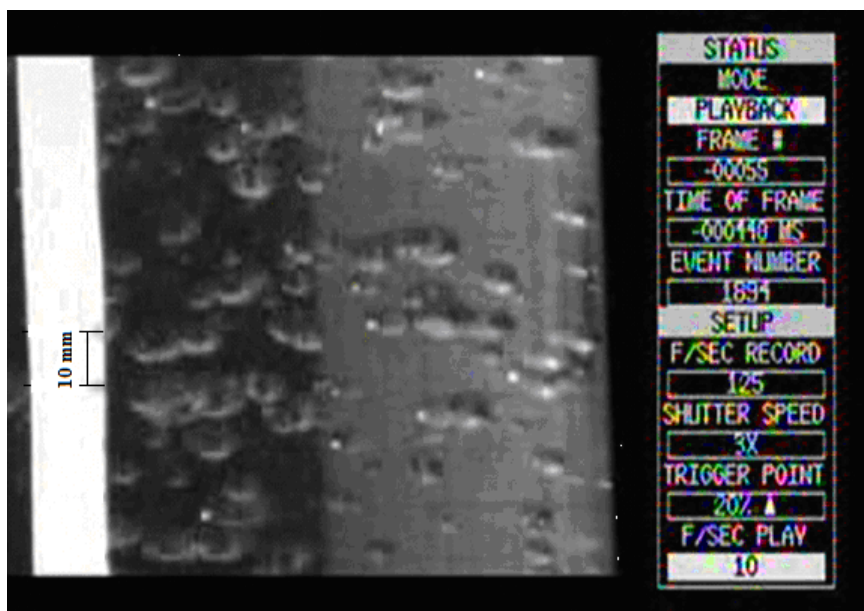


Figura 4.9 – Imagem de bolhas capturada por filmagem direta do CF com  $J_L$  de -3,4 cm/s.

A Figura 4.9 é a ilustração das bolhas presentes no CF quando a velocidade superficial da fase líquida era de -3,4 cm/s e a Figura 4.10 à velocidade superficial  $J_L$  a -2,7 cm/s.

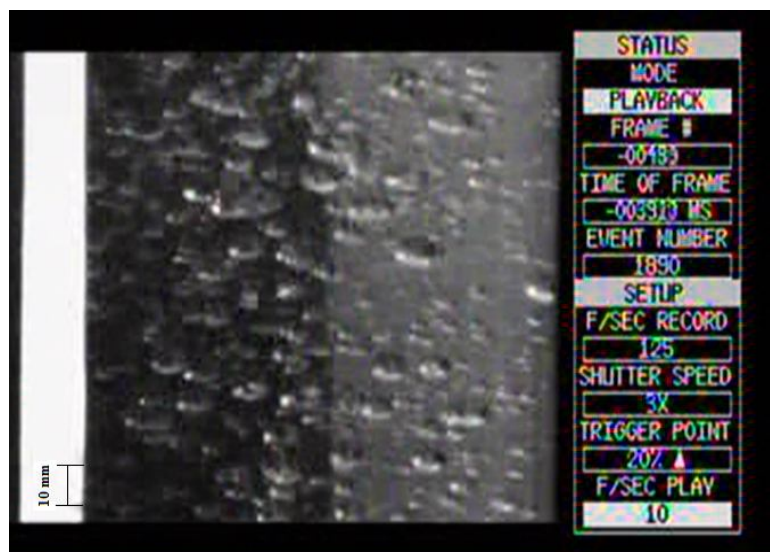


Figura 4.10 – Imagem de bolhas capturada por filmagem direta do CF com  $J_L$  de -2,7 cm/s.

Nas Figuras 4.9 e 4.10 é possível observar a grande heterogeneidade, tanto de diâmetros quanto de formatos de bolhas presentes na coluna (bolhas de formato elíptico e esférico), assim como a sobreposição dos contornos das mesmas. Essas observações também são relatadas por diversos autores, dentre eles CLIFT *et al.* (1978); VAN BATEN *et al.* (2004). As direções de projeção dos eixos que suportam os seus maiores diâmetros indicam a movimentação em ziguezague das bolhas em ascensão (KRISHNA e VAN BATEN, 2001). Neste caso também são observadas mudanças no formato e nas dimensões das bolhas, que segundo KRISHNA *et al.* (1999) são padrões típicos de escoamento heterogêneo de bolhas. De fato, os valores de  $J_L$  dos casos garantem, segundo os autores que a coluna se encontre neste regime de operação.

Quando comparadas essas duas últimas imagens estáticas apresentadas, a grande diferença entre as distribuições de diâmetros de bolhas contidas no CF da coluna é facilmente verificada visualmente, assim, mesmo estando em mesmo regime de escoamento de bolhas, é possível observar a forte influência da velocidade  $J_L$  na distribuição de diâmetros de bolhas desta região da coluna.

Na Figura 4.11 está apresentado o esquema de processamento da imagem estática obtida a partir filmagem direta da coluna. Em vermelho a definição da direção do eixo “horizontal” das bolhas (maior dimensão). No cálculo da dimensão vertical e horizontal, os ângulos de inclinação dos eixos foram considerados para as distorções médias de -8% na primeira e -19% na segunda direção, respectivamente.

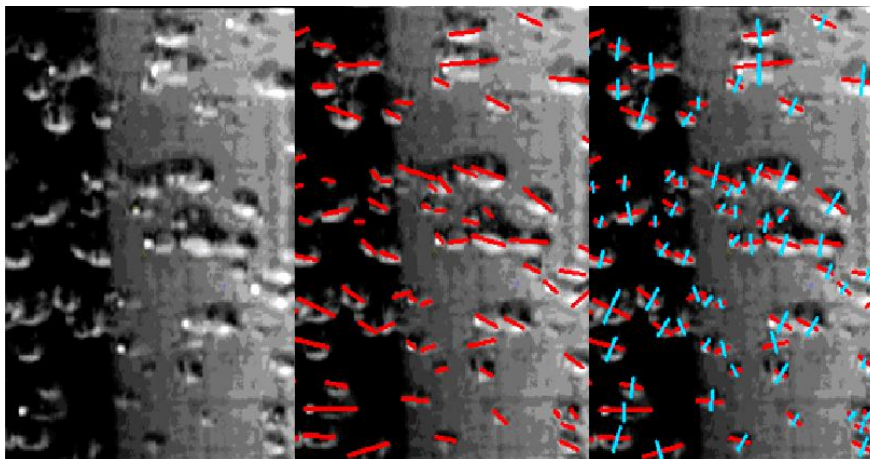


Figura 4.11 – Ilustração da metodologia aplicada para o dimensionamento das bolhas

A Figura 4.12 apresenta a relação observada entre o diâmetro médio aritmético de bolhas ( $d_M$ ) no CF e a  $J_L$  com valores entre -2,0 cm/s e -4,0 cm/s. No gráfico, as linhas em vermelho indicam os intervalos correspondentes aos desvios padrões obtidos nos testes de verificação da técnica empregada, para as respectivas  $J_L$ .

Embora seja possível afirmar que a técnica empregada não seja muito exata, e considerando que foram medidas apenas as bolhas de diâmetros superiores a 1 mm, os dados podem indicar uma provável tendência linear de variação do  $d_M$  com a  $J_L$ .

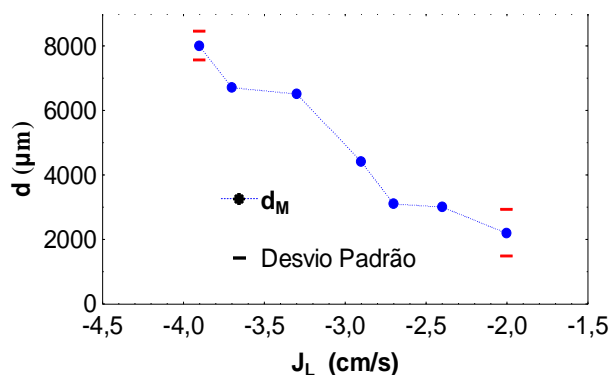


Figura 4.12 – A variação do  $d_M$  com a  $J_L$  no intervalo entre -2,0 cm/s e -4,0 cm/s.

Considerando o provável comportamento linear para o conjunto de dados apresentado, a taxa de decréscimo do diâmetro com a velocidade foi de -2000 micrometros/(cm/s). Este valor é muito superior ao maior valor calculado para a faixa medida por microscopia (-400  $\mu\text{m}/(\text{cm/s})$ ). Embora tenha sido possível observar o arraste de bolhas de tamanho micrométrico pela turvação do conteúdo da coluna, a técnica de medição empregada não possibilitou mensurá-las, o que pode ter interferido nos valores das médias obtidas.

*A variação global do diâmetro médio de bolhas com a velocidade superficial da fase líquida*

É possível estabelecer um modelo matemático geral que relaciona o  $d_M$  ( $\mu\text{m}$ ) com a  $J_L$  (cm/s) e a Equação 4.1 é o modelo empírico obtido (após teste de diversas equações possíveis) da análise estatística de todos os dados experimentais ( $r^2=0,98$ ).

$$d_M = 7,03 + 10,23 * J_L + 525,74 * J_L^2 + 10,42 * e^{J_L} \quad (4.1)$$

A Figura 4.13 apresenta de forma gráfica a comparação entre os valores experimentais e os previstos pelo modelo.

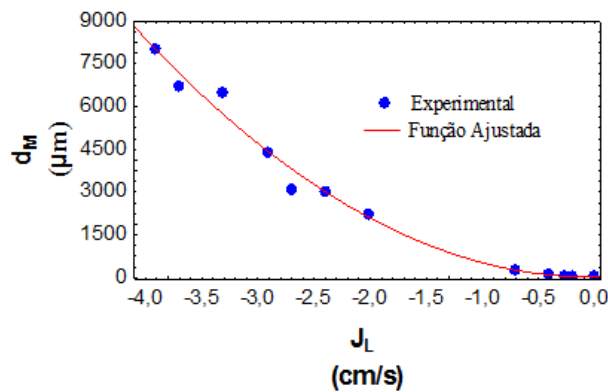


Figura 4.13 – A relação entre o  $d_M$  ( $\mu\text{m}$ ) e a velocidade  $J_L$  na posição axial -0,03 m variando no intervalo de -4,0 e 0 cm/s e os pontos experimentais.

Pelo gráfico é possível perceber a boa correspondência entre os dados experimentais e o modelo obtido. É também possível perceber que os resíduos estão aleatoriamente bem distribuídos.

A Tabela 4.2 apresenta os valores de diâmetros calculados a partir do modelo matemático que relaciona a  $J_L$  com o diâmetro médio aritmético de bolhas. Ela também apresenta os valores de adimensionais calculados a partir dos valores preditos para o diâmetro médio de bolhas e a previsão do formato das bolhas no interior da coluna a partir do cálculo dos adimensionais  $Mo$ ,  $Re$  e  $Eo$ , e aplicados aos diagramas apresentados na Figura 2.3 proveniente do trabalho de CLIFT, et al. (1978).

Considerando que os adimensionais são calculados para uma bolha individual, os perímetros de transição correspondem provavelmente ao valor de velocidade superficial  $J_L$  em que, em média, as bolhas assumem o formato previsto. Pela tabela, é possível perceber que o diagrama prevê para as velocidades superficiais  $J_L$  de -2,7 cm/s e -3,4 cm/s, formatos elípticos

para as bolhas. Nas fotografias apresentadas nas Figuras 4.9 e 4.10 é possível perceber a boa correspondência de previsão do formato das bolhas formadas.

Tabela 4.2 – Os adimensionais calculados a partir dos dados de velocidade  $J_L$  na posição axial -0,03 m variando de 0 a -3,9 cm/s e os respectivos valores de  $d_M$  e a previsão de formato das bolhas.

$J_L$ (cm/s)	$d_M$ modelo ( $\mu\text{m}$ )	Mo	Re	Eo	Previsão de formato
0	22	1,95E-12	1,51E-03	6,69E-05	Esférica
-0,2	41	1,95E-12	8,42E-03	2,32E-04	Esférica
-0,26	49	1,95E-12	1,21E-02	3,32E-04	Esférica
-0,4	90	1,95E-12	3,08E-02	1,12E-03	Esférica
-0,7	208	1,95E-12	1,14E-01	5,98E-03	Esférica
-2	2200	1,95E-12	3,16E+00	6,69E-01	Transição
-2,4	3000	1,95E-12	5,13E+00	1,24E+00	Elíptica
-2,7	3100	1,95E-12	5,94E+00	1,33E+00	Elíptica
-2,9	4400	1,95E-12	9,04E+00	2,68E+00	Elíptica
-3,3	6500	1,95E-12	1,51E+01	5,84E+00	Elíptica
-3,7	6700	1,95E-12	1,74E+01	6,21E+00	Elíptica
-3,9	8000	1,95E-12	2,19E+01	8,85E+00	Transição

*Medidas dos diâmetros de bolhas arrastadas pela corrente de líquido na base da coluna.*

A Figura 4.14 é uma fotografia ilustrativa da imagem estática obtida pelo método de captura por microscopia das bolhas arrastadas pelo *underflow*.

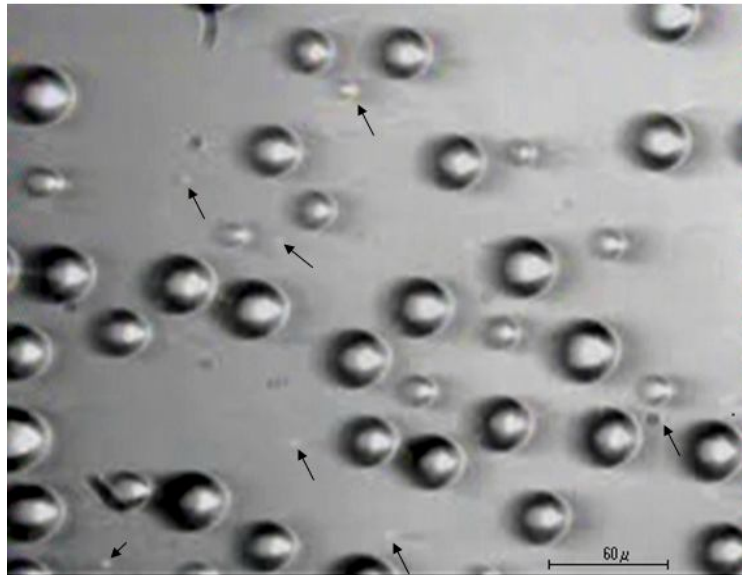


Figura 4.14 – Foto ilustrativa das microbolhas e nanobolhas arrastadas através do *underflow*.

Uma visão panorâmica permite observar o caráter polidisperso da distribuição de diâmetros de bolhas, sendo possível estratificá-las visualmente em até três faixas de tamanhos. Na figura estão indicadas por setas as nanobolhas presentes e é possível caracterizar o sistema como polidisperso.

Na Figura 4.15 é apresentada a distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas através da base da coluna quando a  $J_L$  era de  $-0,7$  cm/s.

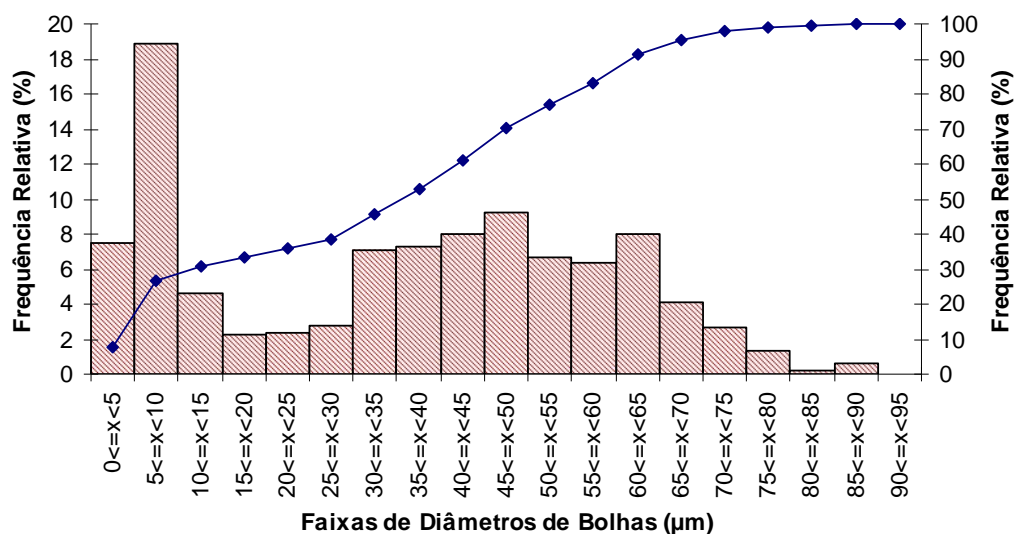


Figura 4.15 - Distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas pelo *underflow* com  $J_L$  de  $-0,7$  cm/s.

Neste histograma pode ser identificado o caráter multi-modal e a distribuição pode ser mais bem caracterizada pelo cálculo de duas médias. As duas médias foram calculadas considerando os três pontos de inflexão da curva de distribuição acumulativa, e para esta curva a primeira média (média 1) foi calculada para o intervalo de bolhas com diâmetros menores que  $22 \mu\text{m}$  e a segunda (média 2) para bolhas com diâmetros maiores que este. Os valores calculados para essas médias foram de  $8,1$  e  $49,3 \mu\text{m}$ , respectivamente.

Para a análise da influência da velocidade  $J_L$  na distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas pela base do flotador, foram feitas as amostragens e caracterizações das bolhas contidas na corrente do *underflow*, variando-se a velocidade  $J_L$ , ora pela alteração dos valores da vazão de recirculação de 0 a 2000 ml/min e posteriormente pela modificação da vazão de retirada nesta região. Para os testes, assim como nos anteriormente apresentados, foram acionados 2 bocais difusores posicionados no flange superior.

Na Figura 4.16 estão apresentadas as variações das médias parciais, da média global, das modas e do ponto de inflexão da curva de contorno de cada um dos histogramas de



distribuição de diâmetros de bolhas obtidos. Nesta figura observa-se que para intensidades de  $J_L$  superiores a 1,5 cm/s todas as curvas tendem a comportamentos assintóticos. Observa-se que os valores da média 1 e da moda 1 se sobrepõem, indicando que a primeira curva de contorno do histograma é simétrica, em todo o intervalo de velocidades superficiais avaliado. Um comportamento similar é observado para a média 2 e moda 2 quando as velocidades  $J_L$  são inferiores a -1,0 cm/s.

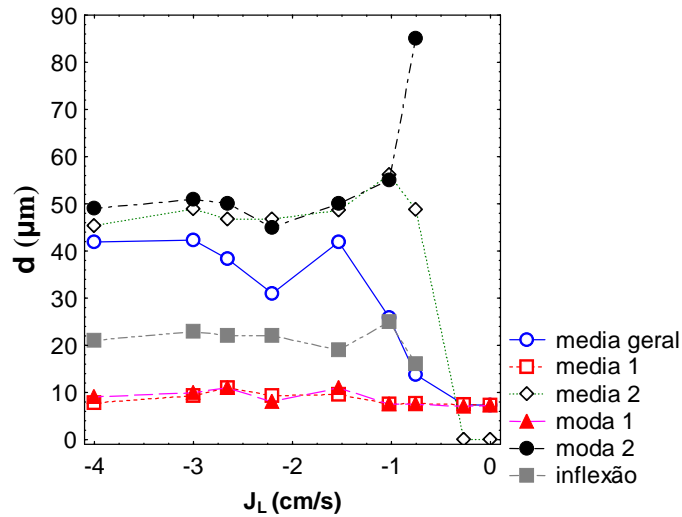


Figura 4.16 - Os valores das médias parciais e gerais dos diâmetros de bolhas, das modas e dos diâmetros de inflexão para as bolhas arrastadas pela vazão do underflow para dois bocais difusores acionados no flange superior e  $J_L$  variando de 0 a -4 cm/s.

Embora tenham sido observados significativos aumentos nas frequências absolutas com a diminuição de  $J_L$ , o gráfico indica que provavelmente, a partir de -1,5 cm/s a composição da mistura pouco se altera em termos de distribuição de tamanhos de bolhas. Estas observações indicam que com o aumento da velocidade de arraste ( $J_L$ ), houve apenas o aumento no  $\varepsilon_G$  da mistura arrastada.

É possível observar que no intervalo de velocidades  $J_L$  entre -0,26 e -0,7 cm/s se encontra a condição de maior valor desta velocidade para o mínimo arraste de microbolhas. Essa condição pode ser observada pela abrupta variação da média 2 neste intervalo de velocidades. Considerando que as faixas de valores das variáveis, vazão do *underflow* e de recirculação, garantiram que a velocidade superficial da fase líquida no CF fosse sempre positiva (0,26 cm/s a 4,24 cm/s), o aumento na concentração de microbolhas nesta região, visualmente observado pelo aumento na turbidez, passa a ser consequência do provável aumento na recirculação da fase líquida (circuito interno) causado pelo aumento na produção de bolhas  $P_{>100(\mu m)}$  observado, para módulo de  $J_L$  superior a 0,26 cm/s. Os respectivos



aumento no valor da média global e redução no valor da moda 2 com o aumento na intensidade de  $J_L$  no intervalo de 0 a -1,5 cm/s indica apenas o aumento na densidade de microbolhas (bolhas de diâmetros dentro da faixa da média 2) neste intervalo de velocidades.

#### *O efeito da mudança na posição de alimentação sobre a distribuição de diâmetros das bolhas arrastadas*

O efeito da posição dos bocais difusores na distribuição de diâmetros de bolhas arrastadas foi avaliado através de testes em que os valores das variáveis vazões de recirculação e do *underflow* foram as mesmas dos testes anteriormente apresentados. Para este conjunto de testes, os bocais difusores que anteriormente eram acionados no flange superior (posição axial 0 m), agora passam a ser acionados no flange intermediário. Tendo os dois bocais difusores utilizados na alimentação da mistura saturada agora acionados no flange intermediário, nestas condições, a faixa de valores para a variável  $J_L$  na posição axial -0,03 m é sempre positiva e a Figura 4.17 apresenta os valores das médias globais e parciais bem como das modas e do ponto de inflexão obtidos para este caso.

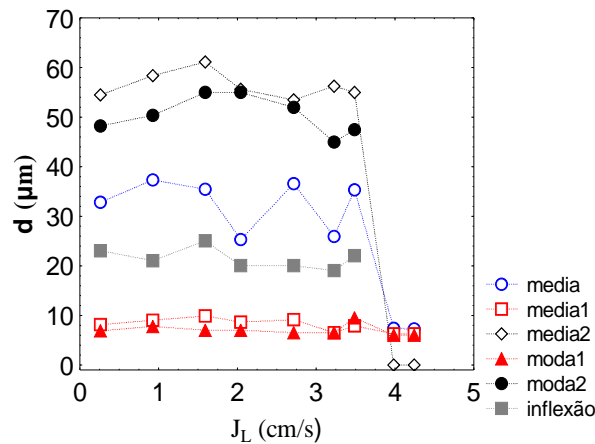


Figura 4.17 - Os valores das médias parciais e globais dos diâmetros de bolhas, das modas e dos diâmetros de inflexão para as bolhas arrastadas pela vazão do *underflow* para dois bocais difusores acionados no flange inferior e intensidade de  $J_L$  variando de 0,26 a 4,2 cm/s.

A comparação entre as Figuras 4.16 e 4.17 permite observar que os valores da moda 1 e da média 1 foram coincidentes, assim como o diâmetro de inflexão. Observa-se também que a mudança na posição dos bocais acionados para o  $FL_{int}$  aumentou a assimetria da distribuição das microbolhas que compõem a segunda média (a moda 2 tornou-se ligeiramente inferior à média 2). Aparentemente houve uma redução no valor da média global das bolhas arrastadas,

mesmo com o aumento no valor da média 2 (das microbolhas). Esta observação indica um maior teor de microbolhas com diâmetros menores que 20  $\mu\text{m}$  no líquido arrastado através do *underflow*.

#### 4.1.2 - O efeito do número e posição dos bocais difusores no *hold up* das seções da coluna de bolhas

Como já foi apresentado, variando-se as vazões de recirculação e dos efluentes no *underflow* e do *overflow* e também o número e as posições dos bocais difusores é possível variar as velocidades superficiais da fase líquida em diferentes seções da coluna de bolhas. Para avaliar a influência dessas variáveis nos *hold ups* de ar nas três seções da coluna de bolhas, conforme apresentado no Capítulo III item 3.4, esta etapa de experimentos foi dividida em 3 partes, de acordo com as vazões de recirculação, do *underflow* e do *overflow*.

A primeira condição das vazões: Na primeira parte, os valores das variáveis vazão de recirculação e vazão no *overflow* foram fixados em 2000 ml/min e 0 ml/min, respectivamente. Conforme o número e posições dos bocais difusores utilizados, a vazão do *underflow* sofria alterações e esses valores permitiram os cálculos das velocidades superficiais que estão apresentadas na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Os Valores de velocidades superficiais obtidos pela manipulação do número e posições dos bocais difusores para as vazões de recirculação e do *overflow* em 2000 ml/min e 0 ml/min respectivamente.

	Posições Axiais				
	0,72 m	0,03 m	-0,03 m	-0,11 m	-0,16 m
Números e Posições dos Bocais	$J_L$ (cm/s)				
2/0	0,0	-2,7	-6,5	-1,4	-1,4
1/1	0,0	-2,7	-4,4	-1,0	-1,4
0/2	0,0	-2,7	-2,7	-0,6	-1,4
4/0	0,0	-2,7	-9,3	-2,1	-2,1
3/1	0,0	-2,7	-7,4	-1,6	-2,0
2/2	0,0	-2,7	-5,8	-1,3	-2,0
1/3	0,0	-2,7	-4,3	-1,0	-2,1
0/4	0,0	-2,7	-2,7	-0,6	-2,1
5/1	0,0	-2,7	-10,3	-2,3	-2,6
4/2	0,0	-2,7	-8,1	-1,8	-2,4
3/3	0,0	-2,7	-6,8	-1,5	-2,4
2/4	0,0	-2,7	-5,4	-1,2	-2,4
1/5	0,0	-2,7	-4,1	-0,9	-2,5

Na coluna 1 desta tabela estão relacionados os números e as posições dos bocais. Na linha 2 estão relacionadas as posições axiais da coluna para as quais foram calculadas as velocidades  $J_L$  e nas colunas 2, 3, 4, 5 e 6, a partir da quarta linha, estão os valores de  $J_L$  em cm/s, calculados para as respectivas posições axiais.

O desvio padrão do método de medida de *hold up* foi calculado a partir de 5 réplicas sobre cada uma das condições 0/2, 1/3, 3/3 e 2/1 e o seu valor médio foi de 3,65 % sobre o valor da média experimental de *hold up*.

Nota-se pela tabela que neste conjunto de dados, as  $J_L$  nas posições axiais 0,72 m e 0,3 m foram mantidas constantes em 0 cm/s e -2,7 cm/s, respectivamente. Em consequência, abaixo da entrada da recirculação a  $J_L$  tem sempre sentido vertical para baixo.

A Figura 4.18 apresenta os valores de  $\epsilon_G$  obtidos nas três seções da coluna para o acionamento de 2, 4 e 6 bocais difusores. Na abscissa estão relacionados os números e as posições dos mesmos e na ordenada estão os valores de  $\epsilon_G$  obtidos.

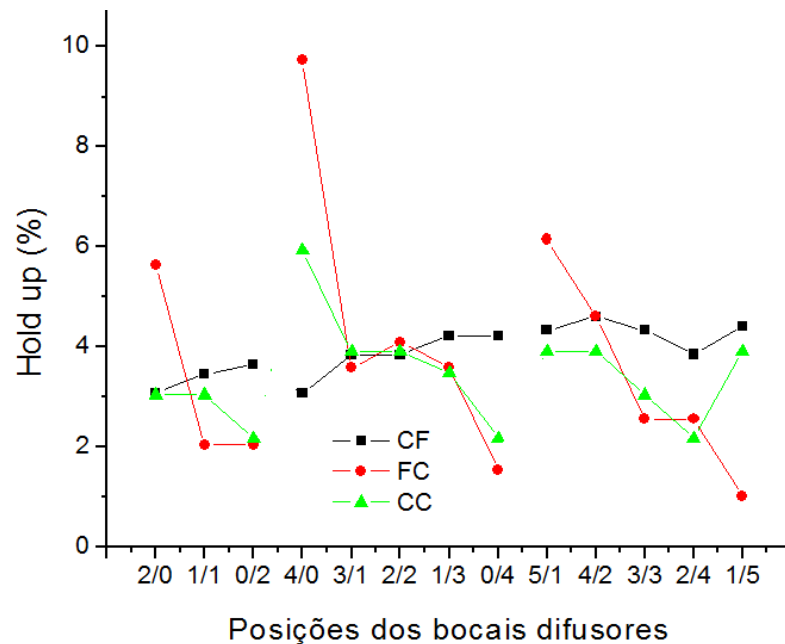


Figura 4.18 – Os *hold ups* estacionários nas seções CF, FC e CC em função do número e posições dos bocais difusores para a vazão do *overflow* e de recirculação em 0 e 2000 ml/min, respectivamente.

Na Figura 4.18 nota-se um aumento simultâneo entre o número de bocais utilizados e o valor de *hold up* ( $\epsilon_G$ ) no CF. É possível também afirmar que para o uso de 2 e 4 bocais, a transferência desses para o flange inferior causa um aumento no  $\epsilon_G$  daquela mesma seção.

Para o uso de 2, 4 ou 6 bocais, os maiores valores de  $\varepsilon_G$  no FC são obtidos nos casos em que estes estão acionados em maior número no  $FL_{sup}$  e os menores valores no CC quando em maior número no  $FL_{int}$ . Em geral, é possível também afirmar que os aumentos e as diminuições nos valores dos  $\varepsilon_G$  no CC foram acompanhados das mesmas tendências para o FC.

Para o uso de 2, 3 e 4 bocais no  $FL_{sup}$ , o acréscimo de bocais no  $FL_{int}$  reduz o valor do  $\varepsilon_G$  no FC. Esta constatação pode ser feita comparando os casos (2/0, 2/2, 2/4); (1/1, 1/3); (4/0, 4/2) e (3/1, 3/3). Isto indica que para as mesmas  $J_L$  na posição axial -0,3 m, o acréscimo de bocais difusores no  $FL_{int}$  aumenta a taxa e coalescência nesta região.

Para o mesmo número de bocais no  $FL_{int}$  o acréscimo de bocais no flange superior aumenta o valor do  $\varepsilon_G$  no FC. O que pode ser observado comparando os casos (1/1, 3/1, 5/1); (0/2, 2/2) e (1/3, 3/3). Isto indica que o aumento simultâneo da  $J_L$  em -0,3 m e do fornecimento de ar favorece ao acúmulo de ar na região do FC. Como o  $\varepsilon_G$  no CC obedece às mesmas tendências observadas no FC, as mesmas conclusões podem ser tiradas para o cilindro do concentrador.

A Figura 4.19 apresenta o esboço dos valores de  $\varepsilon_G$  no CC em função da  $J_L$  na posição axial -0,16 m (velocidade de arraste de bolhas), a partir de todos os testes relacionados neste conjunto experimental.

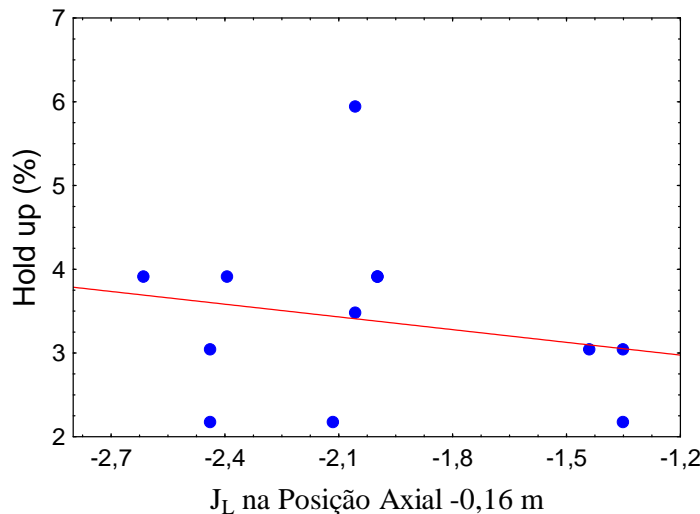


Figura 4.19 – A tendência geral dos valores de *hold up* no CC para  $J_L$  entre -2,6 e -1,3 cm/s.

Considerando a repetitividade dos resultados obtidos, os desvios padrões das medidas de *hold ups* e a variabilidade dos pontos apresentados nesta figura, é possível afirmar que não

foi possível estabelecer uma correlação simples considerando apenas essas duas variáveis relacionadas.

A linha em vermelho indica apenas a tendência geral dos pontos e ela propõe que o aumento na intensidade de  $J_L$  causa um aumento no  $\varepsilon_G$  do CC indicando também um provável aumento na taxa de arraste de bolhas.

Fisicamente esta tendência é aceitável, considerando que uma quantidade crescente de bolhas é arrastada ou é mantida nesta seção, com o aumento no módulo de  $J_L$ . Provavelmente, a variabilidade dos pontos seja causada pelas diferentes condições de turbulência e taxas de coalescência e ruptura para os diferentes números e posições dos bocais.

A segunda condição das vazões: Assim como na Tabela 4.3, na Tabela 4.4 estão relacionadas as velocidades superficiais da fase líquida  $J_L$  nas respectivas posições axiais da coluna de bolhas para o uso combinado de 2, 4 e 6 bocais difusores. Pela coluna 1 da tabela é possível verificar que a mesma combinação de bocais utilizada no conjunto de dados anterior foi aplicada nestes novos testes. Porém, neste caso as vazões de recirculação e efluente no *overflow* foram nulas. Observa-se nas colunas 2 e 3 que neste conjunto de dados experimentais a velocidade superficial de líquido em todo o CF foi mantida nula.

Tabela 4.4 - Os Valores de velocidades superficiais da fase líquida, obtidos pela manipulação do número e posições dos bocais difusores para as vazões de recirculação e do *overflow* em 0 ml/min.

Números e Posições dos Bocais	Posições Axiais				
	0,72 m	0,03 m	-0,03 m	-0,11 m	-0,16 m
	$J_L$ (cm/s)				
2/0	0,0	0,0	-2,4	-0,5	-0,5
1/1	0,0	0,0	-2,1	-0,5	-0,9
0/2	0,0	0,0	0,0	0,0	-0,9
4/0	0,0	0,0	-5,8	-1,3	-1,3
3/1	0,0	0,0	-4,8	-1,1	-1,4
2/2	0,0	0,0	-3,2	-0,7	-1,4
1/3	0,0	0,0	-1,7	-0,4	-1,5
0/4	0,0	0,0	0,0	0,0	-1,4
5/1	0,0	0,0	-7,1	-1,6	-1,9
4/2	0,0	0,0	-5,7	-1,3	-1,9
3/3	0,0	0,0	-4,0	-0,9	-1,8
2/4	0,0	0,0	-2,8	-0,6	-1,9
1/5	0,0	0,0	-1,5	-0,3	-2,0

A Figura 4.20 apresenta os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos nas três seções da coluna para o acionamento de 2, 4 e 6 bocais difusores de forma combinada. Na abscissa estão relacionados os números e as posições dos mesmos e na ordenada estão os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos.

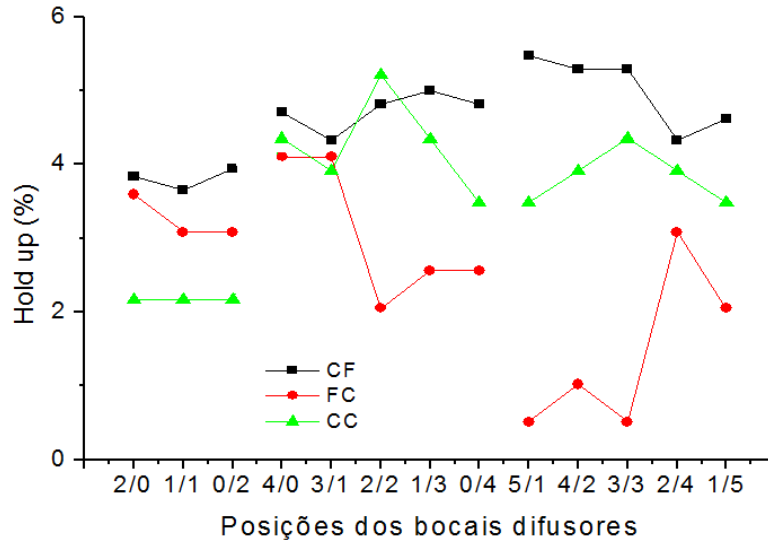


Figura 4.20 – Os *hold ups* estacionários nas seções CF, FC e CC em função do número e posições dos bocais difusores para as vazões do *overflow* e de recirculação em 0 ml/min respectivamente.

Num panorama geral da figura é possível inferir que com o aumento do número de bocais e as suas transferências para o flange intermediário ocorre um aumento no valor do  $\varepsilon_G$  no CC e no CF e uma diminuição desta mesma propriedade no FC.

Quando acionados 2 e 4 bocais, a transferência de um deles para o  $FL_{int}$  causa uma diminuição no valor do  $\varepsilon_G$  no CF. A tendência se inverte para a transferência de um segundo bocal. A transferência dos bocais para o  $FL_{int}$  diminui o  $\varepsilon_G$  no FC.

Para o acionamento de 2, 4 e 6 bocais, os maiores e menores valores de  $\varepsilon_G$  nas seções CC e FC, respectivamente, foram obtidos quando esses estavam distribuídos de forma equitativa nos  $FL_{sup}$  e  $FL_{int}$ .

Para o uso de 4 e 6 bocais, os menores valores de  $\varepsilon_G$  no CC foram obtidos para a condição 0/4, 5/1 e 1/5, respectivamente, sendo que na condição 5/1 obteve-se o maior valor de  $\varepsilon_G$  no CF.

A Figura 4.21 apresenta os valores de  $\varepsilon_G$  nas seções CF, FC e CC em função do  $J_L$  da posição axial -0,03 m. Na abscissa estão os valores de  $J_L$  e na ordenada os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos para as seções com o acionamento de 4 bocais difusores. Da esquerda para a direita estão as condições 4/0, 3/1, 2/2, 1/3 e 0/4. Para essas cinco condições de acionamento dos bocais, as velocidades de arraste são próximas. É possível observar que a condição 0/4 é a que

conduz a um menor valor de  $\varepsilon_G$  no CC, o que sugere que neste caso as bolhas fornecidas migram mais rapidamente para o FC.

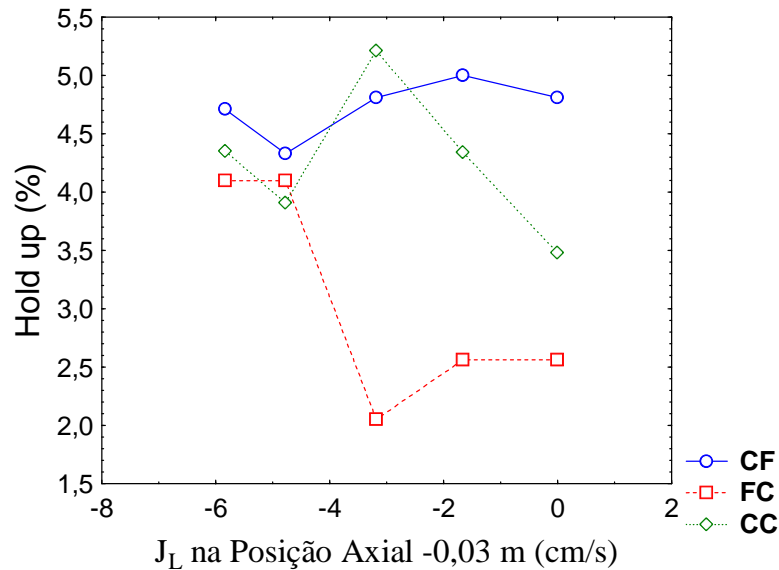


Figura 4.21 - Os valores de *hold up* nas seções CF, FC e CC em função do  $J_L$  da posição axial -0,03 m obtidos pelo acionamento de 4 bocais difusores.

A condição de baixa turbulência na posição axial -0,03 m, neste caso, favoreceu ao aumento da coalescência de bolhas, o que pode ser observado na redução do valor do  $\varepsilon_G$  no CF, quando comparada com a condição 1/3. Embora que nas duas condições os valores dos  $\varepsilon_G$  no FC tenham sido iguais, é de se supor que a condição de turbulência para esta última promova a manutenção de uma mistura água-ar com bolhas de menor tamanho.

Quando comparados os casos em que os bocais estão posicionados em 4/0 e 3/1, pode se observar o mesmo comportamento para os  $\varepsilon_G$  das seções, o acionamento de um bocal no  $FL_{int}$  e conseqüente o fechamento de um no  $FL_{sup}$  reduziu a intensidade da velocidade de arraste de bolhas, permitindo que maior quantidade de bolhas se aglomerassem no FC promovendo o aumento no tamanho médio das bolhas causando a redução observada no  $\varepsilon_G$  da CF.

Comparando as condições 3/1, 2/2 e 1/3, o respectivo aumento no valor do  $\varepsilon_G$  na CF, considerando as afirmações feitas por LI e PRAKASH (1997), indica que houve uma sucessiva redução nos diâmetros médios de bolhas nessa seção.

A condição 2/2 é a que apresenta respectivos maior e menor valores de  $\varepsilon_G$  nas seções FC e CC. O baixo valor de  $\varepsilon_G$  na FC pode indicar que as bolhas alimentadas pelo flange superior estão migrando em grande maioria diretamente para o CF e as alimentadas pelo  $FL_{int}$

estejam sendo arrastadas pela base da coluna de bolhas. Esta observação pode ser reforçada pelo grande valor de  $\varepsilon_G$  obtido para o CC.

Quando comparadas as tendências para os  $\varepsilon_G$  nas seções pelo acionamento de 4 e 6 bocais, foi possível observar os mesmos comportamentos para ambos os casos.

A terceira condição das vazões: Na Tabela 4.5 estão relacionadas as velocidades superficiais da fase líquida  $J_L$  nas respectivas posições axiais da coluna de bolhas para o uso combinado de 2, 4 e 6 bocais difusores. Neste caso as vazões de recirculação e efluente no *underflow* foram de 2000 ml/min e 1000 ml/min respectivamente. Também neste conjunto de ensaios experimentais a mesma combinação de bocais utilizada nos ensaios anteriores foi aplicada nestes novos testes.

Tabela 4.5 - Os Valores de velocidades superficiais da fase líquida, obtidos pela manipulação do número e posições dos bocais difusores para as vazões de recirculação e do *underflow* em 2000 ml/min e 1000 ml/min respectivamente.

Números e Posições dos Bocais	Posições Axiais				
	0,72 m	0,03 m	-0,03 m	-0,11 m	-0,16 m
	$J_L$ (cm/s)				
2/0	2,4	-0,2	-4,0	-0,9	-0,9
1/1	2,6	-0,1	-2,0	-0,5	-0,9
0/2	2,8	0,1	0,1	0,0	-0,9
4/0	4,3	1,7	-4,0	-0,9	-0,9
3/1	5,1	2,4	-2,4	-0,5	-0,9
2/2	5,3	2,6	-0,7	-0,1	-0,9
1/3	6,2	3,6	1,7	0,4	-0,9
0/4	6,8	4,1	4,1	0,9	-0,9
5/1	6,8	4,2	-2,6	-0,6	-0,9
4/2	6,8	4,2	-1,3	-0,3	-0,9
3/3	6,8	4,2	0,1	0,0	-0,9
2/4	6,8	4,2	1,5	0,3	-0,9
1/5	6,8	4,2	2,8	0,6	-0,9

Nota-se pela coluna 6 que neste conjunto de experimentos foi mantida constante a velocidade de arraste de bolhas no valor de -0,9 cm/s. Para este conjunto de dados o  $\varepsilon_G$  no CC é um forte indicativo da taxa de coalescência no interior da coluna. Nota-se pela coluna 3 que somente nos casos 2/0 e 1/1 a fase líquida escoava no sentido descendente na região do CF e nos demais casos a recirculação retira o conteúdo da base e o coloca no topo da coluna através de um circuito externo.

A Figura 4.22 apresenta os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos nas três seções da coluna para o acionamento de 2, 4 e 6 bocais difusores de forma combinada para os valores de vazão do *underflow* e de recirculação de 1000 ml/min e 2000 ml/min, respectivamente. Na abscissa



estão relacionados os números e as posições dos mesmos e na ordenada estão os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos.

Num panorama geral da figura é possível inferir que com o aumento do número de bocais e as suas transferências para o flange intermediário ocorre um aumento no valor do  $\varepsilon_G$  no CC e no CF e uma diminuição no FC. É possível também observar que para 1, 2 ou 3 bocais acionados no  $FL_{int}$ , o aumento no número de bocais acionados no  $FL_{sup}$  aumenta o valor do  $\varepsilon_G$  no CC.

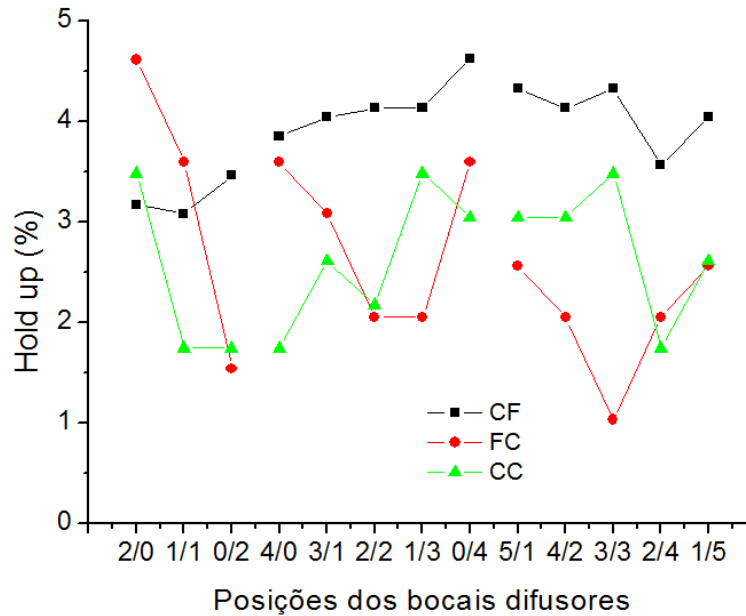


Figura 4.22 – Os *hold ups* estacionários nas seções CF, FC e CC em função do número e posições dos bocais difusores para os valores de vazão de *underflow* e de recirculação de 1000 ml/min e 2000 ml/min respectivamente.

Para o acionamento de 2 bocais no  $FL_{sup}$ , o aumento no número de bocais acionados no  $FL_{int}$  causa uma redução no  $\varepsilon_G$  no CC. Os maiores valores de  $\varepsilon_G$  no CC foram obtidos para as condições 2/0, 1/3, e 3/3. Para o acionamento do mesmo número de bocais, o  $\varepsilon_G$  no FC conduz a um valor mínimo e em seguida cresce à medida que os bocais acionados são transferidos para o  $FL_{int}$ . Para 2 e 4 bocais, o aumento do número e a transferência dos mesmos para o  $FL_{int}$  promove ao aumento do valor do  $\varepsilon_G$  no CF.

Para este conjunto de dados é observada uma correspondência interessante entre a velocidade  $J_L$  na posição axial -0,03 m e o valor do  $\varepsilon_G$  no FC. Esta relação é apresentada na Figura 4.23 e nela observa-se que é possível acumular bolhas nesta seção tanto com o líquido escoando em sentido em contracorrente com a fase gasosa (pelo aumento do confinamento de bolhas nesta seção), quanto em sentido co-corrente (pelo aumento do fornecimento de ar

através do  $FL_{int}$ ). É importante ressaltar que nas condições em que o  $J_L$  assume valores positivos o número de bocais acionados no  $FL_{int}$  é maior do que no  $FL_{sup}$  e nesta condição é observada uma menor variabilidade nos pontos experimentais.

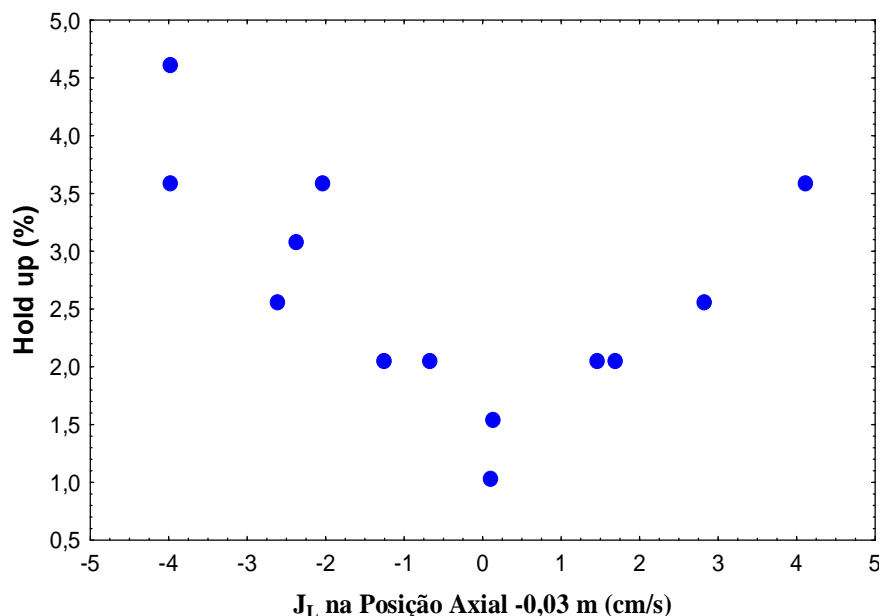


Figura 4.23 - Os valores de *hold up* na seção FC em função do  $J_L$  da posição axial -0,03 m para os valores de vazão do *underflow* e de recirculação de 1000 ml/min e 2000 ml/min respectivamente.

*As tendências observadas considerando diferentes condições de vazões de retiradas no underflow, overflow e de recirculação.*

É possível fazer uma análise das inter-relações entre as propriedades  $J_L$  nas posições axiais de referência apresentadas nas Tabelas 4.3, 4.4 e 4.5 e os respectivos  $\varepsilon_G$  obtidos nos casos estudados para o uso de 2, 4 e 6 bocais difusores. O resultado da análise é apresentado sinteticamente a seguir.

Considerando todas as condições de vazões estudadas com o uso de 2 bocais, o aumento na propriedade velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na posição axial 0,72 m favoreceu ao aumento nos valores dos *hold ups* no CF e no FC e desfavoreceu ao do CC. Já o aumento desta mesma propriedade na posição axial 0,03 m favoreceu ao valor do  $\varepsilon_G$  no CF e no CC e ainda desfavoreceu ao valor da fração de ar no FC. Quando ocorre o aumento da  $J_L$  na posição axial -0,03 m, os *hold ups* nas três seções decrescem. Já quando o aumento da  $J_L$  ocorre na posição axial -0,11 m os *hold ups* das três seções cresce. Já o aumento da  $J_L$  na posição axial -0,16 m desfavoreceu ao incremento no valor do *hold up* no CF e no CC e

favoreceu ao incremento do  $\varepsilon_G$  do FC. Então se percebe que foi possível, com o uso de dois bocais uma relativa independência nos valores dos *hold ups* das seções pela manipulação das vazões de retirada e de recirculação, bem como pela escolha da posição dos bocais.

Quando considerado o uso de 4 bocais, foi observado que o aumento na propriedade velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na posição axial 0,72 m favoreceu ao aumento no valor do *hold up* no CF e no CC e desfavoreceu ao do FC. Já quando o aumento da  $J_L$  ocorre na posição axial 0,03 m, desfavoreceu ao incremento no valor do *hold up* no CF e no CC e favoreceu ao do FC. Já o aumento desta velocidade na posição axial -0,03 m favoreceu ao crescimento do valor do *hold up* no CF e FC e desfavoreceu no CC. Quando o aumento da  $J_L$  ocorreu na posição axial -0,11 m incrementou o valor do *hold up* no CF e FC e provocou um decréscimo no valor do  $\varepsilon_G$  no CC. Já o aumento da  $J_L$  na posição axial -0,16 m favoreceu ao crescimento no valor do *hold up* no CF e no CC e desfavoreceu ao do FC.

Para o uso de 6 bocais, é possível afirmar que o aumento na propriedade velocidade superficial da fase líquida ( $J_L$ ) na posição axial 0,72 m favoreceu ao incremento no valor do *hold up* no CF e no CC e desfavoreceu ao do FC. Já o aumento da  $J_L$  na posição axial 0,03 m favoreceu ao aumento no valor do *hold up* nas três seções. Já aumentando da  $J_L$  na posição axial -0,03 m favorece ao aumento no valor do *hold up* no FC e CC e desfavorece no do CF. Quando o aumento da  $J_L$  ocorreu na posição axial -0,11 m favoreceu ao incremento no valor do *hold up* no CF e desfavoreceu no FC e CC. Já o aumento desta mesma propriedade na posição axial -0,16 m desfavoreceu ao incremento do valor do *hold up* nas três seções.

A Tabela 4.6 apresenta as tendências gerais de variação do  $\varepsilon_G$  com a variação da  $J_L$ , considerando os 3 conjuntos de experimentos.

Tabela 4.6 – Tendências gerais de variação dos *hold ups* das seções da coluna de bolhas com as variações das velocidades  $J_L$  nas posições axiais -0,03; -0,11 e -0,16 m.

Seção	Posições Axiais		
	(-0,03 m)	(-0,11 m)	(-0,16 m)
	Tendências (-%*s*cm <sup>-1</sup> )		
CF	-0,002	-0,009	-0,298
FC	-0,243	-1,100	-0,405
CC	-0,142	-0,639	-0,768

Os parâmetros indicados nas colunas 2, 3 e 4, linhas 4 a 6 são os coeficientes angulares das retas obtidas por regressão linear dos pontos experimentais. Essas tendências

indicam que para todas as seções os aumentos das intensidades da  $J_L$  nas posições axiais, favoreceram ao aumento do  $\varepsilon_G$ .

É possível verificar que os  $\varepsilon_G$  das CF, FC e CC são mais influenciados pelas  $J_L$  das posições axiais -0,16 m, -0,11 m e -0,16 m respectivamente. As variações na  $J_L$  nas posições axiais -0,03 m e -0,11 m têm maior efeito sobre a variação do  $\varepsilon_G$  da FC. A da posição axial -0,16 m tem maior efeito sobre o  $\varepsilon_G$  da CC.

A comparação entre a primeira e a segunda condição de vazões: Os efeitos da recirculação nos  $\varepsilon_G$  das seções CC, FC e CF podem ser observados no diagrama apresentado na Figura 4.24. Nesta figura os índices cr e sr indicam com e sem recirculação, respectivamente. É possível observar que para todos os casos o uso da recirculação promoveu à redução no valor do  $\varepsilon_G$  no CF. Nos casos 2/0, 1/1, 4/0, 5/1 e 1/5 a recirculação promoveu ao aumento do  $\varepsilon_G$  do CC. Nos casos 2/2, 1/3, 0/4, 3/3 e 2/4 a recirculação diminuiu o *hold up* e nos demais casos não promoveu a mudanças significativas no  $\varepsilon_G$  desta seção.

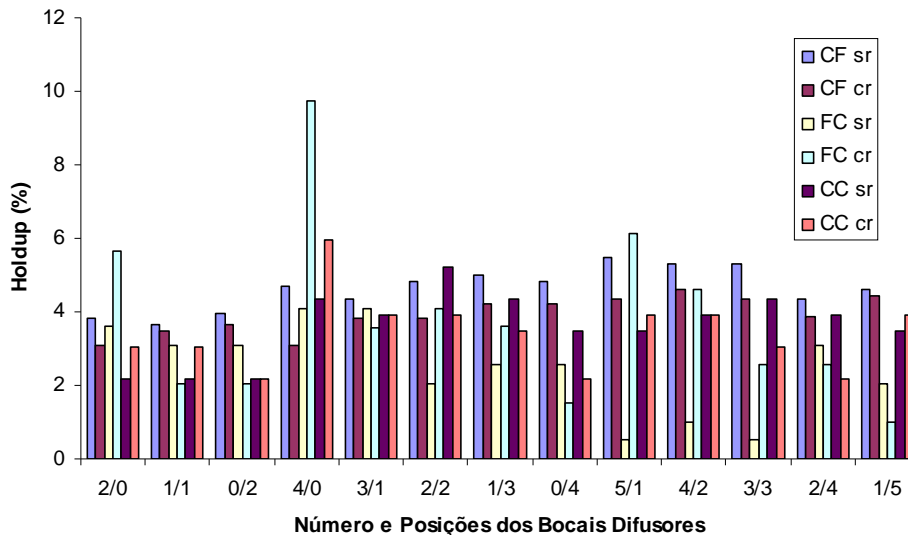


Figura 4.24 – Diagrama comparativo entre os  $\varepsilon_G$  obtidos nos testes em que a vazão do *underflow* era igual a zero, com e sem recirculação.

Nos casos 2/0, 4/0, 2/2, 1/3, 5/1, 4/2 e 3/3 a recirculação promoveu ao aumento do  $\varepsilon_G$  da seção FC, respectivamente nos valores de 57%, 137%, 100%, 40%, 1098%, 352% e 400% (maior número de bocais no  $FL_{sup}$ ). Em todos esses casos o aumento no acúmulo de bolhas observado foi acompanhado de respectivas diminuições nos valores dos  $\varepsilon_G$  da seção CF, o que é um indicativo do aumento no diâmetro médio de bolhas no flotador. Já nos casos 1/1, 0/2, 3/1, 0/4, 2/4 e 1/5 a recirculação promoveu à diminuição dos valores dos  $\varepsilon_G$  nesta mesma

seção respectivamente para 66%, 66%, 87%, 60%, 50%, 83% e 50% do valor inicial (com exceção da 3/1, todos esses casos apresentaram maior número de bocais acionados no  $FL_{int}$ ). Nesses casos as reduções nos valores de  $\varepsilon_G$  foram acompanhadas de respectivas diminuições nos *hold ups* do flotador, o que é um indicativo de aumento no diâmetro de bolhas nessa seção. O aumento na intensidade da  $J_L$  na posição axial -0,03 m causa um aumento no diâmetro médio de bolhas no CF e aumenta o *hold up* do efluente do *underflow*.

Os estudos realizados nessa subseção indicaram que é possível um relativo controle do *hold up* de ar nas diferentes seções da coluna de bolhas, tanto através da manipulação do número e das disposições dos bocais difusores quanto através da manipulação das vazões de retirada e de recirculação.

Dentre todas as condições estudadas, o maior valor de *hold up* na seção FC é obtido para a condição 4/0, com uma vazão de recirculação de 2000 ml/min, com retirada total da alimentação pelo *underflow*. Nesta condição também foi obtido o maior valor para esta propriedade no CC.

Para todos os casos o aumento no número de bocais utilizados causa um aumento no valor de *hold up* nas seções cilíndricas (CC e CF). É possível inferir que nem o uso da recirculação, nem a mudança nos valores das vazões de retiradas modificaram esta tendência. Para o mesmo número de bocais, com a transferência dos mesmos para o  $FL_{int}$  ocorre um aumento no valor do  $\varepsilon_G$  no CC e no CF e uma diminuição desta mesma propriedade no FC. Em geral, é possível também afirmar que quase sempre, os aumentos e as diminuições nos valores dos  $\varepsilon_G$  no CC foram acompanhados das mesmas tendências para o FC.

Os testes indicaram que os  $\varepsilon_G$  das seções cilíndricas (CF e CC) são incrementados pelo aumento na intensidade da velocidade superficial da fase líquida na posição axial -0,16 m (velocidade superficial de arraste de bolhas). Ora, o aumento na  $J_L$  de arraste é feito de forma independente pelo acionamento de bocais no  $FL_{inf}$ . Já os aumentos nas intensidades das velocidades  $J_L$  nas posições axiais -0,03 m e -0,11 m são responsáveis pelos maiores incrementos no  $\varepsilon_G$  da FC (posições limítrofes desta seção).

Considerando todas as condições de vazões estudadas, o uso de 2, 4 ou de 6 bocais propiciou diferentes relações entre os *hold ups* nas seções e os valores de  $J_L$  nas posições de referência, embora este estudo tenha indicado uma relativa interdependência entre os valores de *hold ups* nas três seções, é importante também avaliar o efeito dessas vazões no comportamento fluidodinâmico da fase líquida.

#### 4.1.3 - Estudo da Fluidodinâmica da Fase Líquida

A confiabilidade na medida da condutividade, como forma de determinação da concentração foi testada em sucessivos balanços de massa e os erros médios obtidos foram sempre inferiores a 1,0 %.

As condições operacionais para as variáveis independentes, vazão da fase líquida ( $Q_L$ ) e vazão de reciclo (Rec), bem como os resultados das respostas calculadas, são apresentados na Tabela 4.7. As variáveis respostas,  $Y_1$ =(ATZ) tempo de atraso à resposta ao estímulo e  $Y_2$ =(TMED) tempo médio,  $Y_3$ =(VARI) variância,  $Y_4$ =(VTRUE) volume real e  $Y_5$ =(N) número de tanques em série estão apresentadas nas colunas 3,4,5,6 e 7 respectivamente.

Tabela 4.7 – Planejamento experimental e os resultados obtidos para os parâmetros fluidodinâmicos da fase líquida.

Teste	$X_1$ (Rec)	$X_2$ ( $Q_L$ )	$Y_1$	$Y_2$	$Y_3$	$Y_4$	$Y_5$
1	1	-1	-0,92	0,12	-0,38	-0,89	-0,42
2	1,41	0	-0,93	-0,67	-0,81	-0,76	-0,25
3	1	1	-1,1	-0,98	-0,94	-0,54	0,27
4	0	-1,41	-0,12	0,81	-0,5	-1	0,23
5	-1	1	0,37	-0,51	-0,97	0,99	4,03
6	0	0	-0,46	-0,48	-0,81	-0,32	-0,05
7	0	0	-0,11	-0,6	-0,83	-0,6	-0,07
8	0	0	-0,44	-0,53	-0,82	-0,44	-0,04
9	-1	-1	0,63	0,64	-0,84	-0,17	2,28
10	-1,41	0	0,67	0,05	-0,94	0,9	4,35
11	0	1,41	-0,66	-0,92	-0,97	0,07	1,85
12	0	0	-0,22	-0,45	-0,8	-0,26	-0,05
13	0	0	-0,47	-0,57	-0,83	-0,53	-0,05
14	0	0	-0,51	-0,56	-0,83	-0,51	-0,05

O teste de hipótese para ambas as variáveis respostas foi feito para um grau de confiabilidade de 95% e o parâmetro “p”, foi utilizado para a determinação do nível de significância de cada fator ( $X_1$ -vazão de recirculação da fase líquida,  $X_2$ -vazão de alimentação da fase líquida) e da interação entre eles. As adimensionalizações das variáveis independentes foram efetuadas a partir das seguintes equações:

$$X_1 = (\text{Rec.} - 42)/20 \quad (4.2)$$

$$X_2 = (Q_L - 50)/26 \quad (4.3)$$

Devido à extensão da faixa de valores obtidos para as variáveis respostas optou-se pelo tratamento estatístico a partir da adimensionalização das variáveis dependentes pelas equações (4.4), (4.5), (4.6), (4.7) e (4.8).

$$Y_1 = (ATZ - 106) / 45 \quad (4.4)$$

$$Y_2 = (TMED - 800) / 400 \quad (4.5)$$

$$Y_3 = (VARI - 420000) / 42000 \quad (4.6)$$

$$Y_4 = (VTRUE - 5,53) / 1,45 \quad (4.7)$$

$$Y_5 = (N - 4,85) / 5 \quad (4.8)$$

Foi realizada uma análise de variância para a quantificação dos fatores significativos do sistema e do grau de interação entre eles. Todos os resíduos obtidos destas análises foram aleatórios, seguiram uma distribuição normal com média zero e variância constante.

A Figura 4.25 apresenta a distribuição de resíduos obtida para a variável  $Y_5$ .

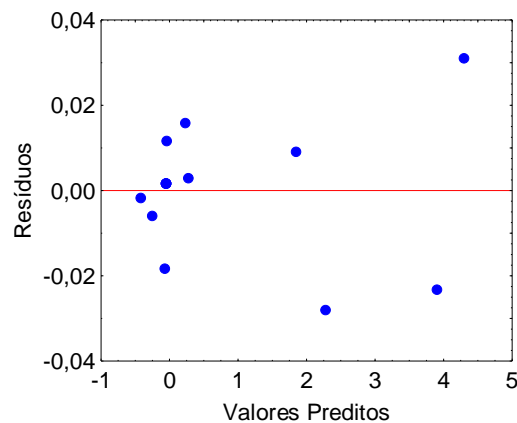


Figura 4.25 – Distribuição de resíduos para a variável N, codificada.

Nela é possível observar a aleatoriedade dos mesmos (GUERRA, 1979; MONTGOMERY, 1991; MYERS, 1976). Os coeficientes de correlação quadráticos foram de [0,945; 0,994; 0,952; 0,979 e 0,989] respectivamente para as superfícies de respostas ajustadas para as variáveis [ $Y_1$ ;  $Y_2$ ;  $Y_3$ ;  $Y_4$ ;  $Y_5$ ].

*A influência das variáveis  $X_1$  (vazão de recirculação) e  $X_2$  (vazão de alimentação) sobre a capacidade de mistura.*

Os testes de hipóteses para a análise dos fatores que interferem na resposta  $Y_5$  (número de tanques em série) sugerem que todas as variáveis apresentam efeito significativo. A estimativa dos parâmetros relacionados à resposta  $Y_5$  é apresentada na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 – Resultado da estimativa dos parâmetros da equação empírica para a resposta  $Y_5$ , em função das variáveis significativas.

	B	Erro Padrão de B	p
Média	1,44	0,07	0,00
$X_1$ (Rec)	0,36	0,10	0,00
$X_1^2$	0,26	0,13	0,01
$X_2$ (QL)	-0,36	0,10	0,00
$X_2^2$	0,24	0,13	0,02
$X_1.X_2$	-0,36	0,13	0,00

A expressão que representa a relação da resposta  $Y_5$  (número de tanques em série) com as variáveis  $X_1$  (Rec) e  $X_2$  (QL) na forma matricial é dada pela Equação (4.9). O coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) obtido foi de 0,99.

$$\hat{Y}_5 = 1,44 + bx' + x' Bx \quad (4.9)$$

Sendo que:

$$b = \begin{bmatrix} 0,36 \\ -0,36 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} 0,26 & -0,18 \\ -0,18 & 0,24 \end{bmatrix} \text{ e } x = \begin{bmatrix} X_1 \\ X_2 \end{bmatrix};$$

É possível encontrar, a partir desta equação, as condições que minimizam a resposta  $Y_5$  (N). Os valores obtidos para esta condição ótima foram: Rec = 1434,76 mL/min e QL = 427,0 mL/min e o respectivo valor da resposta foi N= 1,11.

A Figura 4.26, que mostra a curva de contorno da superfície ajustada, indica a existência de uma região de mínimo para resposta  $Y_5$  (número de tanques em série).

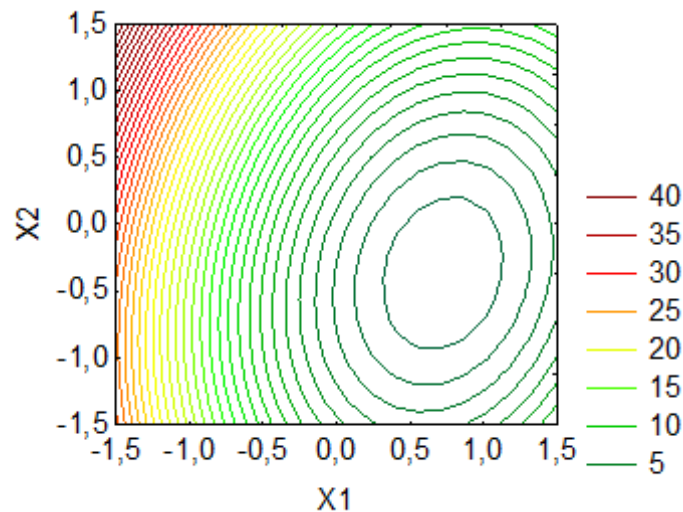


Figura 4.26 – Contorno da superfície ajustada sobre a resposta  $Y_5$  em função das variáveis  $X_1$  e  $X_2$ .



Esta região que minimiza  $Y_5$  está situada nos intervalos  $[0,5;1,0]$  para  $X_1$  e  $[-0,5;0,0]$  para  $X_2$ , que correspondem respectivamente aos seguintes intervalos na escala original das variáveis independentes estudadas (1300 ml/min; 1600 ml/min) para Rec. e ( 400 ml/min; 500 ml/min) para  $Q_L$ . Esta condição de mínimo indica fisicamente que existe aí, uma condição de máxima capacidade de mistura. (MELOY, 2007)

O contorno obtido para a resposta também indica que os valores que maximizam o número de tanques em série são obtidos quando o nível da variável  $X_1$  (Rec) assume o seu valor mínimo e a variável  $X_2$  ( $Q_L$ ) está no seu valor máximo dentro da faixa experimental estudada.

#### *A influência das variáveis $X_1$ e $X_2$ sobre o volume real.*

A Figura 4.27 é a representação gráfica da dependência da resposta  $Y_4$  (volume real) com relação às variáveis independentes codificadas  $X_1$  e  $X_2$ . Nela é possível observar que o aumento de  $X_1$  (vazão de recirculação da fase líquida) e a diminuição de  $X_2$  (vazão de alimentação da fase líquida) promovem a diminuição no volume real ( $Y_4$ ).

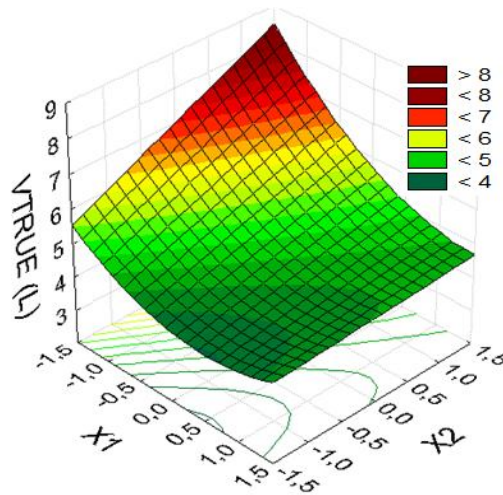


Figura 4.27 – Superfície ajustada sobre a resposta  $Y_4$  em função das variáveis adimensionais  $X_1$  (Rec) e  $X_2$  ( $Q_L$ ).

É possível observar também que dentro do intervalo para as variáveis estudadas, a resposta é mais influenciada pela variável  $X_2$  quando a variável  $X_1$  se encontra em seu menor valor, indicando um menor arraste do traçador para a posição axial de amostragem e retirada no fundo da coluna. Observa-se também que o menor valor de  $Y_4$  (3,9L) pode ser obtido quando a variável codificada  $X_2$  assume seu menor nível (na escala original de 154 ml/min) e

a variável  $X_1$  assume o nível de 0,5, (na escala original de 1300 ml/min). Segundo MELOY (2007), a concavidade da curva pode ser explicada pela variação na taxa de recirculação interna na coluna de bolhas provocada pela modificação na distribuição de diâmetros de bolhas, assim como pelas modificações nos valores de *hold ups* obtidos nas diferentes seções da coluna de bolhas.

*A influência das variáveis  $X_1$  e  $X_2$  sobre o atraso na resposta.*

A Figura 4.28 apresenta a superfície de resposta ajustada para a variável  $Y_1$  (atraso) em função das variáveis de controle adimensionais  $X_1$  e  $X_2$ .

Os resultados da Figura 4.28 permitem observar que o aumento no nível da variável  $X_1$  (vazão de recirculação da fase líquida) provoca uma diminuição no tempo inicial da resposta ao estímulo causado pela injeção do traçador, tanto quando a variável  $X_2$  (vazão de alimentação da fase líquida) se encontra em seu maior nível, ou quando esta última se encontra em seu menor nível.

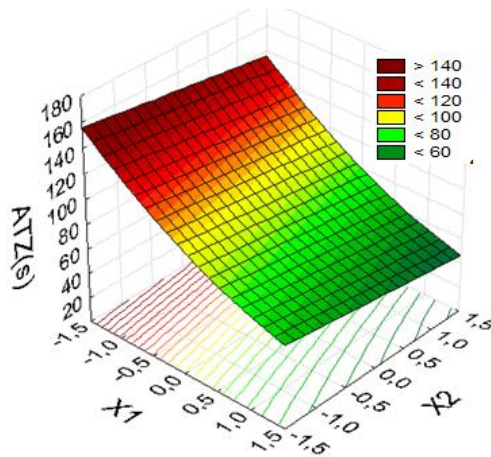


Figura 4.28 – Superfície ajustada sobre a resposta  $Y_1$  em função das variáveis adimensionais  $X_1$  (Rec) e  $X_2$  ( $Q_L$ ).

É possível observar que a variável  $X_2$  tem uma influência sempre negativa sobre o atraso, o que pode ser explicado pelo fato do traçador ser injetado em posição axial superior ao ponto de alimentação

O aumento da vazão de alimentação provoca um aumento na quantidade de bolhas de ar injetadas. Este aumento na quantidade de bolhas migrando em sentido ascendente provoca o arraste de líquido para a região do *underflow*, o que provavelmente provoca uma maior permanência do traçador na porção superior da coluna. Esta provável recirculação faz com

que o traçador leve mais tempo para atingir a posição axial onde se localiza o sensor de condutividade (posição axial inferior da coluna de bolhas).

*A influência das variáveis  $X_1$  e  $X_2$  sobre o tempo médio de residência.*

A Figura 4.29 apresenta a superfície de resposta ajustada para a variável dependente  $Y_2$  (tempo médio de residência) em função das variáveis adimensionais  $X_1$  e  $X_2$ . Nela é possível observar que o menor tempo médio foi obtido para os maiores valores das variáveis independentes.

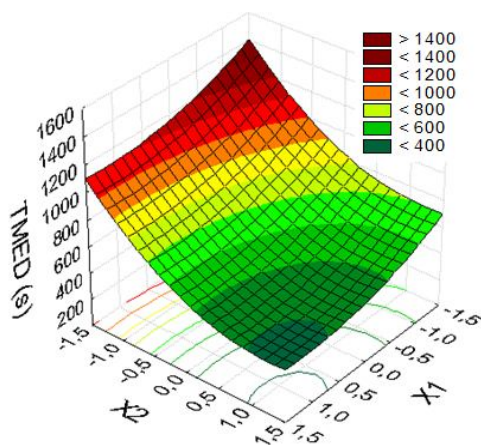


Figura 4.29 – Superfície ajustada sobre a resposta  $Y_2$  em função das variáveis adimensionais  $X_1$  (Rec) e  $X_2$  ( $Q_L$ ).

O comportamento da superfície indica que a vazão de alimentação exerce um efeito maior sobre o tempo de residência do que a vazão de recirculação, e que é similar tanto para baixas quanto para altas vazões de recirculação. A resposta  $Y_2$  é o indicativo do tempo de permanência do traçador no interior da coluna de bolhas. O confronto entre as respostas  $Y_1$ ,  $Y_2$  e  $Y_4$  possibilita inferir que o aumento da resposta  $Y_4$  é causado pelo efeito de arraste da fase líquida oriundo das modificações das propriedades fluidodinâmicas da fase gasosa (MELOY, 2007).

*A influência das variáveis  $X_1$  e  $X_2$  sobre a variância da resposta ao estímulo.*

A Figura 4.30 é a representação gráfica da resposta ao estímulo causado pela injeção do traçador. Nela estão relacionados o adimensional de tempo ( $\Theta = t/T_{med}$ ) e a esperança

de Theta ( $E(\text{Theta}) = M_{\text{Theta}}/M_{\text{total}}$ ), sendo que  $M_{\text{Theta}}$  é a massa de sal que é detectada no sensor no tempo adimensional Theta e  $M_{\text{total}}$  a massa total do traçador).

A variação do espalhamento radial do traçador pode ser observada quando comparadas as curvas A (teste 1), com variância calculada de 260217, com a curva B (teste 11), com variância calculada de 13235. É possível visualizar uma maior dispersão radial para a curva B (MELOY, 2007).

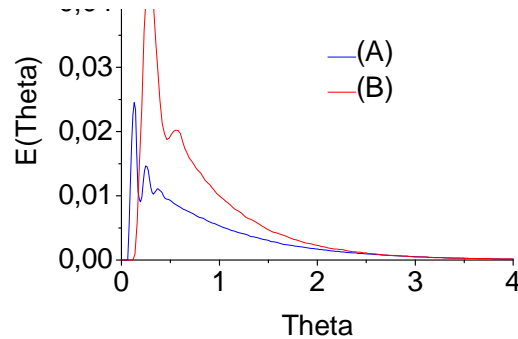


Figura 4.30 – Curvas de respostas aos estímulos correspondentes aos testes 1 (A) e 11 (B) do planejamento experimental.

A curva representada na Figura 4.31 é a superfície ajustada, com um coeficiente de correlação quadrático de 95,6%, para a correspondência entre a variação de  $Y_3$  (variância da curva de DTR) com  $X_1$  e  $X_2$ . Nela é possível observar que os maiores valores para a variância são encontrados para os menores valores de vazão de alimentação ( $X_2$ ) e os maiores níveis de vazão de recirculação ( $X_1$ ).

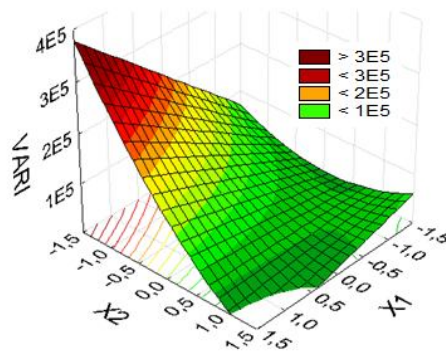


Figura 4.31 – Superfície ajustada sobre a resposta  $Y_3$  em função das variáveis adimensionais  $X_1$  (Rec.) e  $X_2$  (Q<sub>L</sub>).

Pela Figura 4.31 é possível observar que os maiores valores para a vazão de alimentação ( $X_2$ ) promovem uma maior dispersão radial da mistura, o que corrobora com a

possibilidade de que as modificações nas tendências das curvas comentadas anteriormente sejam causadas pela interação entre as fases no interior da coluna de bolhas.

O aumento no valor da vazão de alimentação causa um consequente aumento no fornecimento de bolhas para o sistema e o aumento no valor da vazão de recirculação provoca o aumento no valor do diâmetro de bolhas, como observado nos testes anteriores e também no trabalho de MELOY (2007).

O confronto entre as curvas de superfícies de respostas para as variáveis  $Y_1$ ,  $Y_2$  e  $Y_4$ , indicou a possibilidade de aumento na interação entre as fases. Este comportamento observado na hidrodinâmica do sistema, provavelmente ocorre devido ao aumento simultâneo da quantidade de ar fornecido ao sistema e do diâmetro de bolhas causado pelo aumento da velocidade  $J_L$  na posição axial -0,03 m.

Com base nas observações feitas nos experimentos contidos na subseção 4.1.1, é possível afirmar que as alterações observadas no comportamento hidrodinâmico da fase líquida frente à manipulação das variáveis aqui estudadas (vazão de recirculação e de alimentação), são as mesmas observadas para a faixa nanométrica de diâmetro de bolhas.

#### *A influência da posição de entrada do reciclo sobre os parâmetros fluidodinâmicos da coluna de bolhas*

Com o objetivo de avaliar a influência da posição de entrada de reciclo (Pos.), ou o adimensional  $X_3$ , para diferentes valores de  $Q_L$  e REC, os dados constantes na Tabela 4.9 foram organizados de forma a comporem dois planejamentos fatoriais a dois níveis.

Os valores para as variáveis independentes  $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$  estão apresentados nas colunas 3, 2 e 1. Nota-se na coluna 1 que os valores na escala original relacionados com a variável  $X_3$  são correspondentes às três possíveis posições axiais de entrada da recirculação apresentadas na Figura 3.4 (4), (5) e (6) do capítulo Materiais e Métodos e que as faixas de valores avaliadas para as variáveis vazão de recirculação ( $X_1$ ) e vazão de alimentação ( $X_2$ ) não são as correspondentes aos níveis (+1) e (-1) avaliados no PCC apresentado na seção anterior. Nas colunas 4, 5, 6 e 7 estão os respectivos valores obtidos para as variáveis respostas ATZ (atraso), MODA<sub>P</sub> (moda principal), TMED (tempo médio) e N (número de tanques em série). Na coluna 9 estão relacionados os testes que compõem o primeiro planejamento (testes de 1 a 8) e na coluna 10 os correspondentes ao segundo (testes de 5 a 12).

Tabela 4.9 – Valores correspondentes aos dois planejamentos fatoriais a 2 níveis e três fatores para a avaliação do efeito da posição de entrada da recirculação sobre a hidrodinâmica da fase líquida.

Teste	Pos (m)	Q <sub>L</sub> (mL/min)	Rec (mL/min)	ATZ (s)	MODA <sub>P</sub> (s)	TMED (s)	N	P <sub>1</sub>	P <sub>2</sub>
1	0,2	250	400	70	230	894	1,9		
2	0,2	250	1600	40	100	760	1,4		
3	0,2	600	400	60	150	391	5,7		
4	0,2	600	1600	20	50	270	4,1		
5	0,4	250	400	90	240	1.024	1,9		
6	0,4	250	1600	50	70	885	1,2		
7	0,4	600	400	90	160	566	4,9		
8	0,4	600	1600	30	160	377	1,9		
9	0,7	250	400	120	310	1.109	3,5		
10	0,7	250	1600	50	100	917	1,6		
11	0,7	600	400	110	200	574	6,4		
12	0,7	600	1600	40	70	386	2,4		

A Tabela 4.10 apresenta os resultados do planejamento fatorial realizado com X<sub>3</sub> (posições axiais de entrada da recirculação) nos valores de 0,2 m e 0,4 m, correspondentes aos níveis adimensionais -1 e +1 respectivamente. Para os testes de hipóteses foi adotado um índice de rejeição “p” de 10%. Todos os efeitos foram estimados com coeficientes de correlações quadráticos r<sup>2</sup> superiores a 0,98.

Tabela 4.10 - Resultados das estimativas dos efeitos da posição de entrada da recirculação variando no intervalo de 0,2 m e 0,4 m e das vazões de recirculação e de alimentação, sobre os parâmetros hidrodinâmicos ATZ, MODA<sub>P</sub>, TMED e N da coluna de bolhas.

ATZ			MODA <sub>P</sub>		TMED		N	
	Efeito	p	Efeito	p	Efeito	p	Efeito	P
média	56	0,00	139	0,00	646	0,00	3,0	0,00
X <sub>1</sub>	-43	0,00	-113	0,00	-146	0,00	-1,2	0,01
X <sub>2</sub>	-13	0,04	-68	0,00	-490	0,00	2,8	0,00
X <sub>3</sub>	18	0,02	13	0,02	134	0,00	-0,6	0,05
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-0,5	0,06
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	-8	0,10	-----	-----	-----	-----	-----	-----
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	-8	0,10	13	0,02	-----	-----	-0,6	0,04

Observando os valores contidos na sexta linha da tabela é possível notar que a variável X<sub>3</sub> (posições axiais de entrada da recirculação) possui efeitos positivos com relação a todos os parâmetros fluidodinâmicos avaliados, com exceção do parâmetro N. Esta mesma variável independente possui significâncias nas interações com as variáveis: X<sub>1</sub> e X<sub>2</sub> nas estimativas dos efeitos sobre a variável ATZ; e X<sub>2</sub> sobre os efeitos nas respostas MODA<sub>P</sub> e N.

A tabela indica que quanto maior a posição axial, maior o atraso. Este comportamento é esperado, visto que maior a distância a ser percorrida pela primeira molécula de traçador até que seja percebida pelo sensor na base da coluna. As interações entre as variáveis apresentadas nas linhas 8 e 9 desta mesma coluna indica que os mesmos efeitos percebidos com a mudança na posição de alimentação para baixos valores de  $X_1$  e  $X_2$  podem ser percebidos e com iguais intensidades para os maiores níveis dessas mesmas variáveis dentro dos respectivos intervalos de valores avaliados.

Quando comparados os efeitos da posição de entrada da recirculação sobre as respostas  $MODA_P$  e  $ATZ$ , pelas colunas 4 e 5 da Tabela 4.10 é percebido que as tendências dos efeitos das variáveis  $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$  são similares. É possível também afirmar que as variáveis  $X_1$  e  $X_2$  (vazões de recirculação e de alimentação) influenciaram mais no valor final da moda principal do que no valor do atraso. Observa-se também que a variável  $X_3$  influenciou mais sobre o valor final do atraso (32 % sobre a respectiva média) do que na moda (9% sobre a respectiva média). Este espalhamento do sinal do traçador, percebida na comparação entre essas duas variáveis respostas, é um indicativo do aumento na dispersão radial do traçador com a redução no valor da posição axial de entrada da recirculação.

Neste intervalo de  $X_3$ , quanto maior o valor da variável  $Q_L$  menor o valor da  $MODA_P$  e conseqüentemente mais rapidamente as mudanças nas condições operacionais modificam as condições estacionárias do sistema. As ausências de significâncias nas interações  $X_1X_3$  e  $X_1X_2$  indicam que o mesmo efeito causado pela variação de  $X_1$  pode ser percebido para baixos e para altos valores de  $X_2$  e  $X_3$ .

Com relação ao tempo médio, todas as variáveis foram significativas e as variáveis  $X_1$  e  $X_2$  são as que possuem efeitos negativos em relação a este parâmetro hidrodinâmico. Na comparação entre os efeitos das variáveis independentes sobre a  $MODA_P$  e o  $TMED$ , é percebido que a variável  $X_3$  tem um efeito duas vezes maior sobre o tempo médio (20 % sobre a média) do que sobre a moda principal. Isto indica uma maior dispersão axial para a posição de entrada de 0,4 m. Quanto maior o valor da posição axial de entrada da recirculação, maior o valor do  $TMED$ . Este comportamento indica que quanto mais acima no CC a entrada da recirculação se posicionar, mais tempo o traçador permanece no sistema.

A Tabela 4.11 apresenta os resultados dos cálculos dos efeitos do planejamento fatorial realizado com os níveis -1 e +1 de  $X_3$  nas posições axiais 0,4 m e 0,7 m, respectivamente. Para os testes de hipóteses foi adotado um índice de rejeição “p” de 10%.

Todos os efeitos foram estimados com coeficientes de correlações quadráticos  $r^2$  superiores a 0,99.

Tabela 4.11 - Resultados das estimativas dos efeitos da posição de entrada da recirculação variando no intervalo de 0,4 m e 0,7 m e das vazões de recirculação e de alimentação, sobre os parâmetros hidrodinâmicos ATZ, MODA<sub>p</sub>, TMED e N da coluna de bolhas.

	ATZ		MODA <sub>p</sub>		TMED		N	
	Efeito	p	Efeito	p	Efeito	p	Efeito	P
média	73	0,00	158	0,00	730	0,00	3	0,00
X <sub>1</sub>	-60	0,00	-140	0,00	-177	0,00	-2	0,00
X <sub>2</sub>	-10	0,09	-70	0,02	-508	0,00	2	0,00
X <sub>3</sub>	15	0,03	-----	-----	-----	-----	1	0,00
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	-10	0,09	-----	-----	-----	-----	-1	0,01
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-1	0,00

É possível verificar pelas linhas 6, 8 e 9 da Tabela 4.11 que a variável X<sub>3</sub> isolada (posições axiais de entrada da recirculação) possui efeitos significativos somente sobre as respostas ATZ e N, sendo eles sempre positivos. Com respeito às interações são significativas as interações de X<sub>3</sub> com a variável X<sub>1</sub> sobre as mesmas respostas, sendo sempre negativos, e de interação X<sub>3</sub> com a variável X<sub>2</sub> somente sobre a resposta N, com valor também negativo. Essas observações indicam que com o aumento na posição axial de entrada da recirculação, a percepção do sinal de estímulo é mais demorada, porém com uma menor dispersão do sinal e que com o aumento da recirculação ou da vazão de alimentação, este efeito sobre N é reduzido e na mesma proporção. O fato da variável X<sub>3</sub> ter efeitos significativos positivo sobre o parâmetro N e não sobre o TMED indica que esta tem um forte efeito negativo sobre a variância do sistema.

A comparação entre as Tabelas 4.9 e 4.10 indica que a variável X<sub>3</sub> possui os mesmos efeitos sobre o parâmetro fluidodinâmico ATZ para os dois intervalos avaliados, e que nos dois casos esses efeitos perdem intensidade com o aumento na posição axial do intervalo. Quando comparados os efeitos sobre a MODA<sub>p</sub> e o TMED é possível observar que no intervalo superior de posições axiais a variável X<sub>3</sub> deixa de ter a importância observada no outro intervalo. Já quando comparados os efeitos sobre a dispersão do sistema, é possível observar que para os dois intervalos de posições axiais de entrada da recirculação os efeitos observados para a variável X<sub>3</sub> isolada são opostos. Isto indica que provavelmente exista no intervalo de 0,2 m a 0,7 m, uma posição de máximo valor para a dispersão do sistema. A variável X<sub>3</sub> que no intervalo inferior não tinha efeito na interação com a variável Rec., no



outro intervalo, passa a reforçar o efeito de  $X_1$  sobre a dispersão do sistema. É percebido também que é mantido o efeito negativo sobre o parâmetro na interação com a variável  $Q_L$ , porém com redução na sua intensidade. Provavelmente esta redução ocorreu devido à diminuição do volume da região de estagnação no topo da coluna, com o aumento na posição axial de entrada da recirculação. Neste caso, a taxa de transporte do traçador pelo arraste hidrodinâmico causado pela recirculação é facilitada pelo decréscimo deste volume.

Na Figura 4.32 são apresentados os efeitos das variáveis  $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$  sobre a dispersão do sistema.

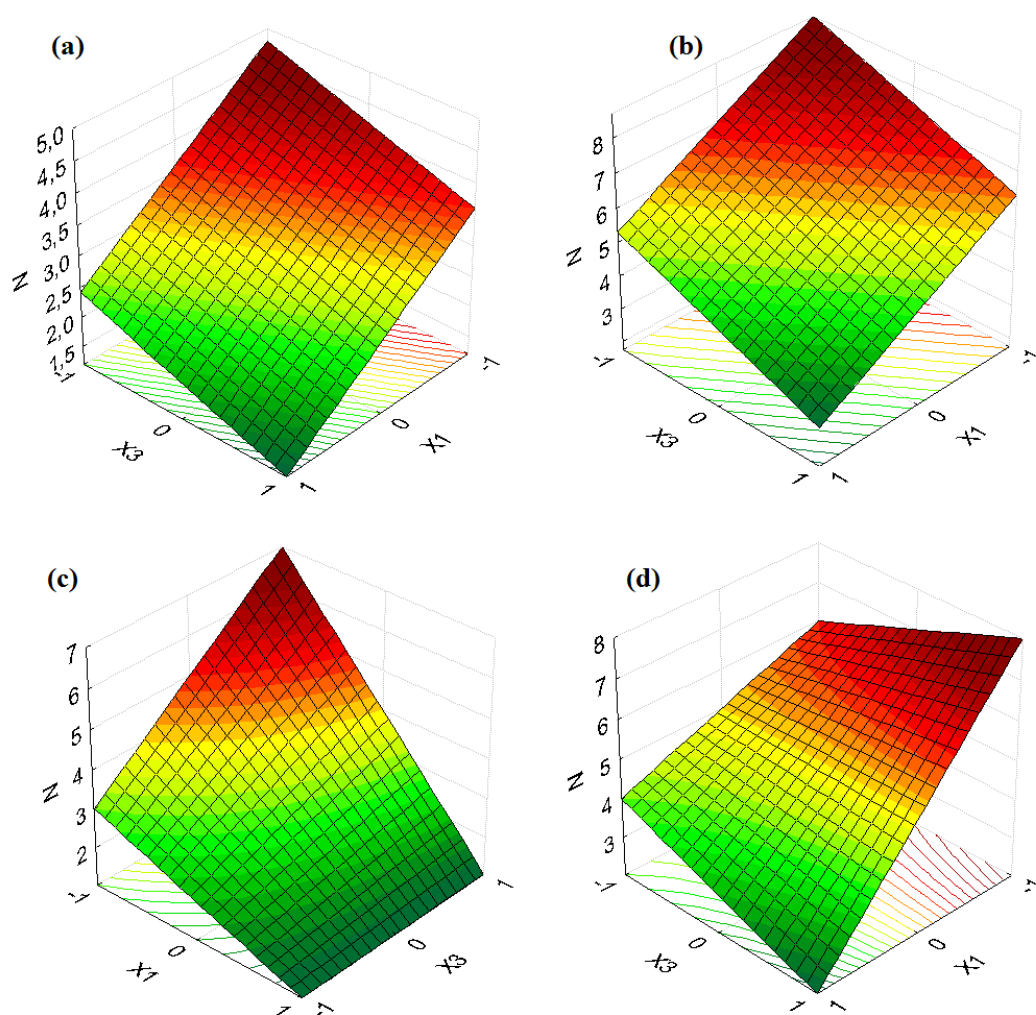


Figura 4.32 – Os efeitos das variáveis  $X_1$  (vazão de recirculação),  $X_2$  (vazão de alimentação) e  $X_3$  (posição de entrada da recirculação) sobre a dispersão da fase líquida para os intervalos de valores para posição de entrada da recirculação variando entre 0,2 m e 0,4 m e, com o nível da vazão de recirculação em 0 (a) com nível em +1 (b); e ainda para os intervalos de valores para posição de entrada da recirculação variando entre 0,4 m e 0,7 m com o nível da vazão de recirculação em 0 (c) com nível em +1 (d).

Na Figura 4.32a, a variável  $X_2$  foi fixada em seu nível 0 e na Figura 4.32b, essa mesma variável ( $X_2$ ) é fixada em +1. É notado que nestes casos, o aumento no valor da vazão de recirculação ( $X_1$ ) causa um aumento na dispersão do sistema. A comparação entre as duas superfícies permite observar que o aumento no valor da vazão de alimentação intensificou os efeitos das demais variáveis sobre a dispersão do sistema.

Considerando que a faixa de variação da vazão de recirculação é mais extensa que a da vazão de alimentação, é possível acreditar que a modificação no comportamento hidrodinâmico observado seja causado principalmente pelo acréscimo substancial de bolhas com o aumento da  $Q_L$ .

No outro intervalo de posições axiais de entrada da recirculação, quando fixada a vazão de alimentação no nível 0 (Figura 4.32c), para baixas vazões de recirculação, o aumento na variável  $X_3$  causa uma diminuição na dispersão do sistema, para  $X_1$  em -1 a variação da vazão de recirculação não causa modificações na dispersão do sistema. Já quando a variável  $X_2$  é fixada em +1 (Figura 4.32d), observa-se que para  $X_1$  em +1, o aumento no valor de  $X_3$  causa uma diminuição no valor de  $N$  e com  $X_1$  em -1 é observado um efeito contrário ao anteriormente relatado. Sendo assim, para o parâmetro  $N$ , quanto maior a posição axial de entrada, maior a dispersão do sistema e o mesmo efeito de redução no valor deste parâmetro pode ser observado para baixos e altos valores de  $X_1$ .

Concluindo, o efeito negativo obtido para os termos de interação entre a variável  $X_2$  e  $X_3$  indica que o aumento na dispersão observado para o incremento no valor da vazão de alimentação ocorre com menor intensidade para a maior posição axial. Este comportamento demonstra claramente os efeitos contrários entre o arraste hidrodinâmico do traçador causado pela vazão de recirculação (co-corrente) e o arraste hidrodinâmico causado pela ascensão das bolhas (contracorrente) transportando o traçador para o topo da coluna.

## **4.2 - Estudos em Fluidodinâmica Computacional**

### **4.2.1 - A verificação do modelo computacional para a coluna operando em regime semibatelada e bolhas alimentadas através de um distribuidor poroso de formato cônico-primeiro conjunto de simulações (PCS).**

A depender da distribuição de diâmetros da fase dispersa, a fluidodinâmica em colunas de bolhas apresenta comportamento altamente transiente. Assim, neste tipo de equipamento,

as variações nas propriedades são observadas no espaço e no tempo. Em trabalhos experimentais publicados na literatura, como em SANYAL *et al.* (1999) e em CHEN *et al.* (1998,1999), são apresentadas médias temporais das propriedades.

Em trabalhos de CFD, também é usual apresentar valores temporais médios das propriedades, como, por exemplo, no trabalho de VAN BATEN *et al.* (2004), onde os autores obtiveram oscilações pontuais das propriedades e fizeram médias temporais para tempos reais de simulação da ordem de 100 s.

Seguindo as metodologias propostas pelos autores citados anteriormente, para o primeiro conjunto de simulações, considerou-se a hipótese que no regime pseudo-estacionário as médias temporais das frações de volumes globais e parciais não sofreriam grandes variações. Com base nisto, as medidas de diferenças de pressões foram utilizadas como critério de parada das simulações.

Neste conjunto de simulações tinha-se como objetivo a verificação do modelo computacional da coluna de bolhas operando pela insuflação de ar através de uma matriz porosa.

A Figura 4.33 é um exemplo ilustrativo do comportamento da curva de pressões médias medidas na posição axial -0,35 m no decorrer da simulação.

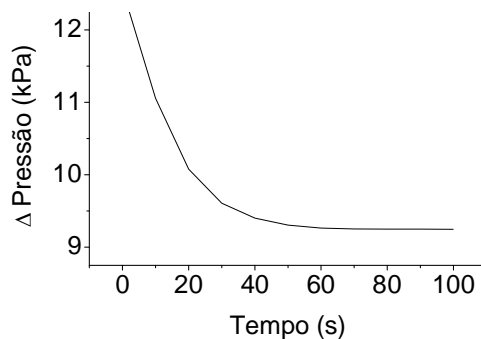


Figura 4.33 – A variação da média temporal da pressão total na posição axial -0,35 m em função do tempo de simulação

O gráfico da Figura 4.33 é possível observar que após simulados 80 segundos, a curva de diferença de pressão média em função do tempo assumiu um comportamento assintótico e considerou-se que os valores de composição da mistura bifásica ao longo da coluna de bolhas não sofriam significativas variações.

A verificação da consistência do modelo estabelecido foi feita pelo confronto entre os valores de *hold up*, obtidos em nove diferentes simulações, com os valores de *hold up* obtidos experimentalmente para a coluna de bolhas operando nos 3 valores de vazões de ar das

simulações. Para a composição das condições de contorno dos casos simulados, 3 diferentes valores de diâmetros de bolhas  $d_{[3,2]}$  para a fase dispersa os valores de  $5 \times 10^{-4}$  m,  $15 \times 10^{-4}$  m,  $20 \times 10^{-4}$  m foram combinados com 3 os diferentes valores de vazões de ar, 60 L/h, 80 L/h e 100 L/h e os obtidos experimentalmente para a mesma vazão de ar e com o uso de 20 PPM de tensoativo.

Os experimentos foram conduzidos nas vazões de ar ( $Q_{ar}$ ) de 60 L/h, 80 L/h e 100 L/h.

A quantificação dos diâmetros médios de bolhas obtidos experimentalmente foi feita por observações visuais das seções da coluna de bolhas, visto que as grandes concentrações de bolhas no CF, obtidas para as condições experimentais, impossibilitaram a aplicação dos métodos de medidas de bolhas relacionados neste trabalho.

A comparação entre os valores simulados e os experimentais de *hold up* pode ser feita através dos dados apresentados na Tabela 4.12. Na coluna 4 estão os valores médios de *hold up* experimentais e seus respectivos desvios padrões e na última coluna o desvio entre os valores simulados e experimentais.

Tabela 4.12 – Os valores de *hold up* simulados e experimentais obtidos para o sistema operando em semi-batelada por insuflação de ar.

Vazão de ar (L/h)	$d_{[3,2]}$ alimentado na simulação ( $\mu\text{m}$ )	<i>Hold up</i> simulado (%)	<i>Hold up</i> experimental (%)	Desvio %
60	500	25	$6,5 \pm 0,4$	284
60	1500	8	$6,5 \pm 0,4$	23
60	2000	6,8	$6,5 \pm 0,4$	4,6
80	500	32	$9 \pm 0,5$	255
80	1500	11	$9 \pm 0,5$	22
80	2000	8,5	$9 \pm 0,5$	5,5
100	500	40	$12 \pm 0,7$	233
100	1500	13,5	$12 \pm 0,7$	13
100	2000	10,5	$12 \pm 0,7$	7,1

O confronto entre as diferenças entre os  $\varepsilon_G$  experimentais e simulados, para valores de entrada de diâmetros de bolhas  $d_{[3,2]}$  de 2000  $\mu\text{m}$ , apresentaram um desvio de 4,6 % para a vazão de 60 L/h, de 5,5 % para a vazão de 80 L/h e de 7,1 % para a vazão de 100 L/h após um tempo simulado de 120 s. Considerando as médias e os desvios-padrão das medidas experimentais de *hold up*, é possível afirmar que nas simulações para as vazões de 80 e 60 L/h e com diâmetro de 2000  $\mu\text{m}$ , os valores de *hold ups* simulados estiveram dentro dos seus respectivos intervalos experimentais.

Experimentalmente, para os casos em que a vazão de ar é de 100 L/h, era de se esperar que, mesmo com o uso de tensoativo, as taxas de coalescência produzissem sempre *hold ups* inferiores aos respectivos valores simulados. Considerando que no sistema água-ar as bolhas sofrem coalescência somente após uma determinada velocidade  $J_G$ , esta observação indica que provavelmente em todos os casos não houve significativas taxas de coalescência de bolhas que pudessem ser detectadas pelo sistema de medida de pressão estática.

Na coluna 3 da tabela observa-se que assim como a diminuição no valor de entrada do diâmetro médio, o aumento na vazão de ar promove um incremento no valor da fração de volume de ar. Os dados experimentais contidos na coluna 4 indicam que com o aumento no valor da vazão de ar, houve também um incremento nos valores do  $\varepsilon_G$ .

É possível inferir que a combinação entre o maior valor de diâmetro de bolhas e o menor valor de vazão do gás, apresenta o menor desvio dos valores simulados em relação aos valores experimentais. Este diâmetro de bolhas esteve de acordo com o das observações experimentais.

A Figura 4.34 apresenta os perfis de velocidades verticais ( $J_G$ ) (a) e de fração de volume de ar ( $\varepsilon_G$ ) simulados, ao longo da coluna, operando em regime semi-batelada para o  $d_{[3,2]}$  de 2000  $\mu\text{m}$  e  $Q_{\text{ar}}$  em 60 L/h.

A escolha desta condição para a análise dos perfis foi baseada na suposição de que estes possuem maior probabilidade de similaridade com os experimentais.

É possível visualizar que no CC o ar preferencialmente ocupa a posição radial central com maior velocidade nesta mesma posição. Já na seção FC o ar apresenta uma fluidodinâmica de maior complexidade. Embora o ar ocupe preferencialmente o centro desta seção (Figura 4.34-b), nesta posição radial as bolhas de ar são arrastadas pela água, com maiores intensidades, principalmente nas suas posições axiais superiores (Figura 4.34-a).

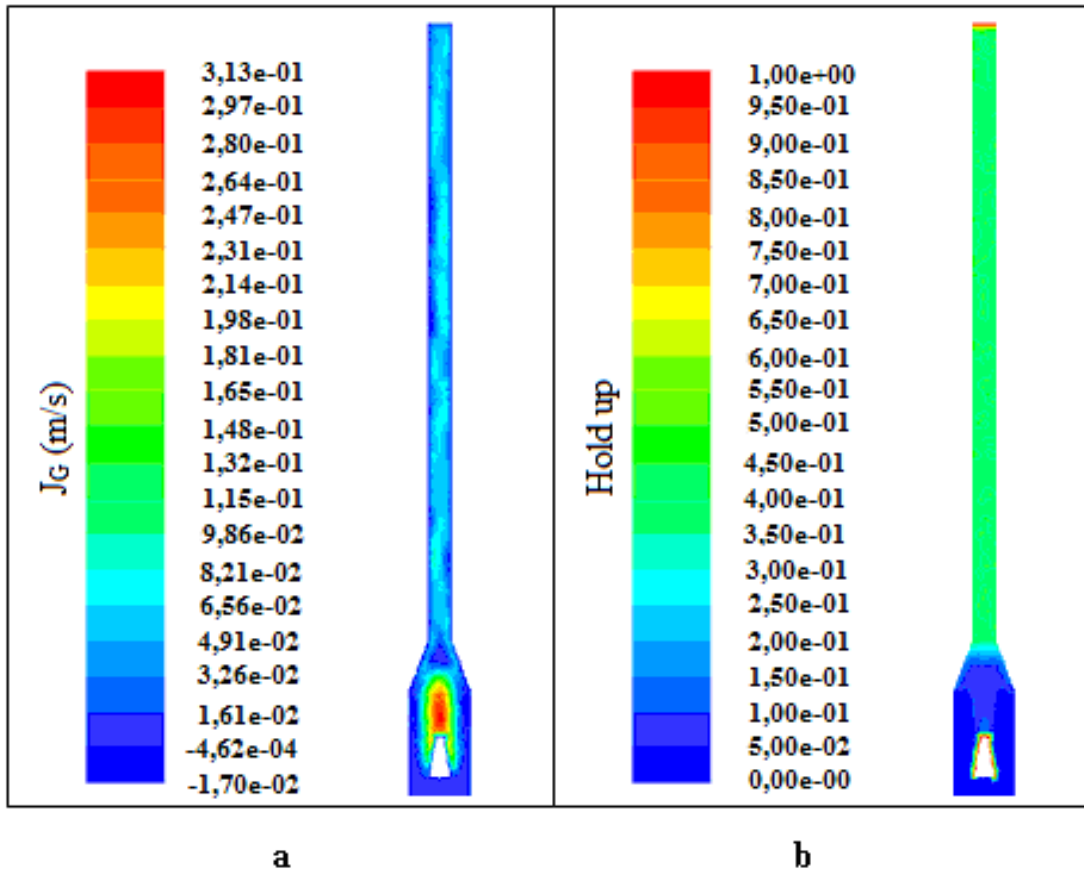


Figura 4.34 – O perfil de distribuição de velocidades verticais (a) e de fração de volume (b) de ar ao longo da coluna, operando em regime semi-batelada para bolhas simuladas de 2000  $\mu\text{m}$ .

As Figuras 4.35, 4.36 e 4.37 apresentam respectivamente as distribuições das frações de volume de ar e de velocidades  $J_L$  e  $J_G$  para diferentes posições axiais da seção CF, obtidos da simulação. Nas abscissas se encontram os adimensionais das posições radiais, com base no raio da seção transversal da coluna na origem do sistema de referência adotado (nesta posição o raio é de dois centímetros  $R=0,02$  m). Esses perfis foram obtidos fazendo a média azimutal da média temporal das propriedades.

Na Figura 4.35 é possível observar os perfis médios do *hold up* de ar nas posições axiais 0,0 m, 0,1 m e 0,2 m. Observa-se que a partir da posição axial 0,1 m a média temporal do  $\varepsilon_G$  assume um mesmo valor para todas as posições radiais. Já na posição axial 0,00 m, o  $\varepsilon_G$  apresenta maiores valores nas proximidades das paredes e os menores valores ao centro. Quando comparadas as Figuras 4.34 e 4.35, é possível inferir que o fenômeno observado ocorre devido às características geométricas da coluna, que faz com que o ar adentre o CF escoando preferencialmente rente às paredes do FC.

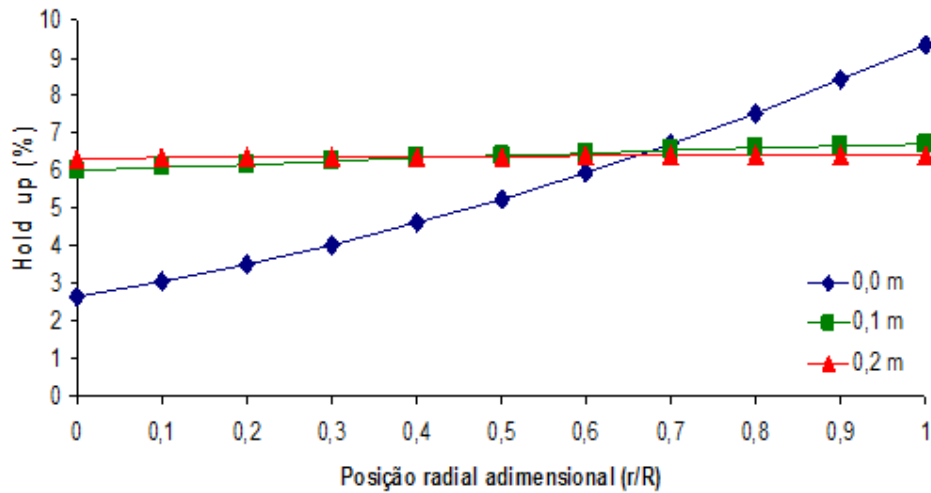


Figura 4.35 – A distribuição do *hold up* obtida da simulação, em seções ao longo da coluna, para a vazão de 60 L/min e diâmetro de bolhas de 2000  $\mu\text{m}$ .

Foi observado nos perfis hidrodinâmicos instantâneos, que em todas as posições axiais ao longo da seção do CF o líquido escoava simultaneamente no sentido ascendente e descendente em diferentes posições radiais. Também foi observada uma menor transitoriedade e maior simetria nos valores dos *hold ups* nos perfis instantâneos na posição axial 0,0 m quando em comparação com os das demais posições axiais.

A Figura 4.36 apresenta os perfis médios temporais da velocidade superficial da fase líquida em seções ao longo da coluna para a vazão de ar de 60 L/min e diâmetro de bolhas de 2000  $\mu\text{m}$ . Observa-se que a partir de 0,4 m o perfil de velocidades da fase líquida indica uma aparente uniformidade ao longo das posições radiais.

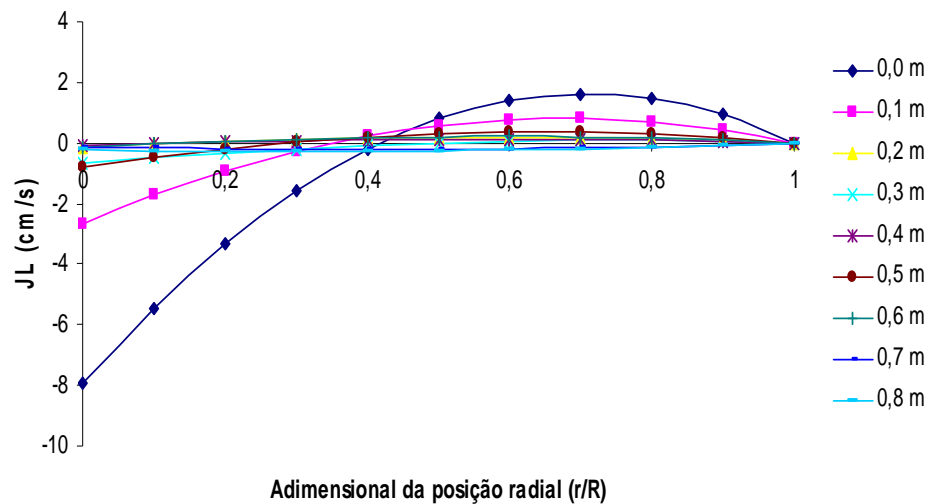


Figura 4.36 – A distribuição das médias temporais da velocidade superficial da água nos adimensionais das posições radiais simuladas, em seções ao longo do CF, para a vazão de 60 L/min e diâmetro de bolhas de 2000  $\mu\text{m}$ .

A comparação entre as Figura 4.35 e 4.36 permite observar que a posição de maior valor de *hold up* de ar coincide com a posição de maior  $J_L$ . O escoamento do maior número de bolhas nas paredes na entrada do concentrador provoca um maior deslocamento de líquido no sentido vertical ascendente nesta posição.

Na posição axial (0,0 m), a velocidade superficial do líquido no centro da coluna escoa no sentido negativo e com a maior intensidade, indicando que o comportamento hidrodinâmico das fases no FC interfere nos perfis médios temporais de  $J_L$  nas posições axiais inferiores a 0,4 m.

De maneira geral, em todos os perfis instantâneos de  $J_L$  foi observada a recirculação da fase líquida. Porém nas posições axiais superiores o líquido escoa verticalmente com velocidades radialmente bem distribuídas.

Na Figura 4.37 é possível observar que a fluidodinâmica do FC interfere nos perfis médios temporais de velocidade  $J_G$  até a posição axial 0,2 m e que a partir desta posição os perfis não se modificam.

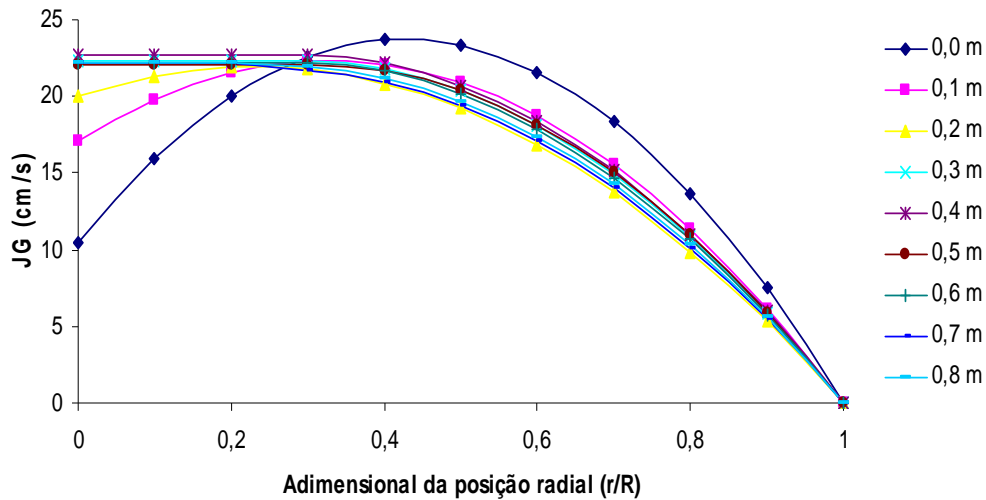


Figura 4.37 – A distribuição da velocidade superficial do ar obtida da simulação, em seções ao longo da coluna, para a vazão de 60 L/min e diâmetro de bolhas de 2000  $\mu\text{m}$ .

Na comparação entre os perfis apresentados nas Figuras 4.35 e 4.37 é possível observar que embora a composição da mistura seja quase constante nas posições radiais em quase todas as posições axiais, o ar se desloca preferencialmente pelo centro da coluna, o que também foi observado experimentalmente. Comparando as Figuras 4.36 e 4.37, na posição axial 0,00 m é possível observar que a fase que representa bolhas apresenta maiores e



menores velocidades nas posições radiais coincidentes com as posições onde são encontradas as maiores e menores velocidades superficiais da água, indicando a interação entre as fases.

Pode-se observar na Figura 4.37, que os perfis de  $J_G$  apresentam valores máximos na região central e mínimos próximo à parede. Este fato está em conformidade com os documentados na literatura (CHEN *et al.*, 1998, 1999, SANYAL *et al.*, 1999, VAN BATEN *et al.*, 2004,a e JAKOBSEN *et al.*, 2005). Assim como sua velocidade  $J_G$  esteve de acordo com os valores fornecidos pelos trabalhos citados (entre 18 e 24 cm/s).

Para um sistema simulado em que a fase líquida está confinada, ou seja, operando em regime batelada para esta fase, era de se esperar que no cálculo de sua velocidade média ( $J_L$  médio) global fossem obtidos valores nulos. Porém, este cálculo feito a partir dos nós da malha nos planos de corte discriminados, pertencentes à seção CF, conduziram aos resultados mostrados a seguir.

A Figura 4.38 apresenta os resultados dos cálculos das médias temporais globais de  $J_L$  e dos desvios padrões. Os valores foram calculados considerando todos os planos de corte das posições axiais do CF discriminadas na Figura 4.36 para diferentes condições de vazão de alimentação. Na abscissa estão descritas as condições de vazão de ar em “ml/min” e de diâmetro médio de bolhas em “mm”. O termo (60-0,5) indica (60 L/min-0,5 mm).

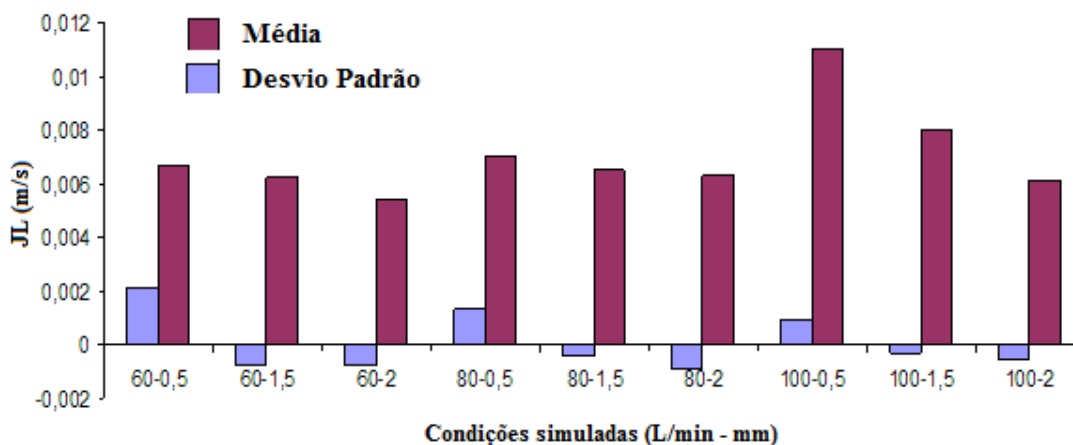


Figura 4.38 – As influências da vazão de alimentação e do diâmetro de bolhas sobre a velocidade superficial média temporal da fase líquida e seus respectivos desvios padrões.

É possível observar pelo gráfico da Figura 4.38 que para o diâmetro da fase discreta de 0,5 mm as velocidades médias da fase líquida são sempre positivas e apresentaram os maiores desvios padrões. Para este mesmo diâmetro simulado o aumento no valor da vazão de

alimentação de ar provoca um aumento no valor da média e uma diminuição no valor do desvio padrão para o valor da velocidade superficial da fase líquida,

Segundo os trabalhos experimentais discutidos nas seções anteriores, tanto o aumento na  $J_G$  quanto no diâmetro médio das bolhas acarretam um aumento no arraste de líquido para as seções superiores da coluna de bolhas. Este deslocamento da fase líquida no sentido do das bolhas deve ser compensado por seu igual deslocamento no sentido contrário em outras posições radiais.

Na Figura 4.38 é possível observar que para uma mesma  $J_G$ , o aumento no valor do  $d_{[3,2]}$  simulado provoca uma diminuição no valor da média de  $J_L$  e também uma diminuição no valor do seu desvio padrão. A influência desta variável sobre a  $J_L$  é fisicamente esperada devido à maior porosidade obtida com o aumento no diâmetro das bolhas, quando considerada a mesma vazão volumétrica de ar, permitindo que a água escoe por toda a seção transversal.

Já, para o mesmo diâmetro de bolhas simulado, o aumento na vazão de ar provoca um respectivo aumento no desvio padrão e uma diminuição no valor da média da  $J_L$ . É possível perceber também que este efeito é mais pronunciado para as bolhas de menor tamanho.

A explicação para esta observação também se encontra na intensidade do empacotamento das bolhas que escoam em fluxo tipicamente pistonado nas seções superiores. O maior empacotamento faz com que o deslocamento do líquido ocorra em duas regiões bem distintas, em sentidos contrários.

Através da análise deste primeiro conjunto de simulações (PCS), foi possível observar comportamentos condizentes com os fenômenos físicos esperados. Com base nisto torna-se possível o desenvolvimento de um modelo computacional que possibilite inferir sobre fenômenos que por limitações instrumentais e técnicas, não podem ser feitas experimentalmente.

#### **4.2.2 - A verificação do modelo computacional da coluna operando por ar dissolvido-segundo conjunto de simulações (SCS).**

Como ferramenta para os estudos de operação da coluna de bolhas com microbolhas, um modelo computacional foi desenvolvido e verificado experimentalmente. Este estudo é apresentado a seguir.

As condições operacionais escolhidas para o experimento foram: vazão de água pura de 2000 mL/min (vazão de recirculação); vazão de alimentação de mistura dos saturadores de 1000 mL/min; número e posição dos bocais difusores (2/0) e pressão de saturação de 5 atm.

Foram medidos por diferenças de pressões estáticas os  $\varepsilon_G$  das seções CF, FC e CC da coluna de bolhas e os valores obtidos foram de 3,2%, 5,7% e 3,1 %, respectivamente.

O diâmetro característico escolhido para representar o conjunto amostrado foi o diâmetro da esfera de igual área projetada. Para isto considerou-se a hipótese de que as bolhas caracterizadas não sofriam deformações dentro do sistema de amostragem.

As distribuições de diâmetros de bolhas foram medidas experimentalmente no CF, no *underflow* (arrastadas) e na alimentação. Considerando-se para esta medida a hipótese de que a amostragem feita no centro representaria significativamente a composição de toda a seção radial. As medidas isocinéticas dos valores de distribuição de diâmetros de bolhas foram quantitativas para os conteúdos do flotador, do *underflow* e da alimentação.

O resultado da aplicação da metodologia proposta por YANG *et al.* (2003) para a estratificação das fases representativas da distribuição de diâmetros de bolhas na coluna está apresentado na Tabela 4.13. As faixas de diâmetros de bolhas experimentais a serem representadas estão na coluna 2 e os diâmetros das fases secundárias representantes das respectivas faixas (que comporão parte das condições de contorno da simulação) estão na coluna 1 da Tabela.

Tabela 4.13 – A frequência relativa das faixas de diâmetros de bolhas medidos nas diferentes regiões da coluna de bolhas e seus respectivos diâmetros das fases representantes para a simulação.

$d_{[3,2]}$ da fase secundária ( $\mu\text{m}$ )	Faixa de diâmetros correspondente ( $\mu\text{m}$ )	Frequências relativas para as faixas de diâmetros nas respectivas posições amostradas (%)		
		CF	Fundo	Alimentação
60	<100	15,0	0,93	0,92
120	100 a 140	5,0	0,07	0,08
150	140 a 300	0,0	0	0
500	300 a 700	30,0	0	0
800	>700	50,0	0	0

Observa-se que o valor correspondente à fase  $d_{[3,2]}=60 \mu\text{m}$  representava o conjunto de bolhas contidos na faixa de diâmetros de 0 a 100  $\mu\text{m}$  e assim sucessivamente. As colunas 3, 4, e 5 da Tabela 4.13, indicam as frequências relativas de cada representante da faixa em cada região da coluna de bolhas. Para a comparação dos comportamentos fluidodinâmicos da fase líquida experimental e simulada, um teste de estímulo-resposta foi conduzido com a coluna

operando nas mesmas condições acima descritas. Os resultados dos testes de estímulo-resposta serão apresentados simultaneamente com os resultados da simulação.

A Figura 4.39 apresenta o perfil de frações de volumes da simulação da coluna de bolhas tendo para a composição das condições de contorno os dados de diâmetro de bolhas obtidos do experimento já citado. O perfil foi obtido depois de transcorridos 2032 s de tempo simulado, tendo como condição inicial a coluna totalmente preenchida com água pura, assim como nos testes experimentais.

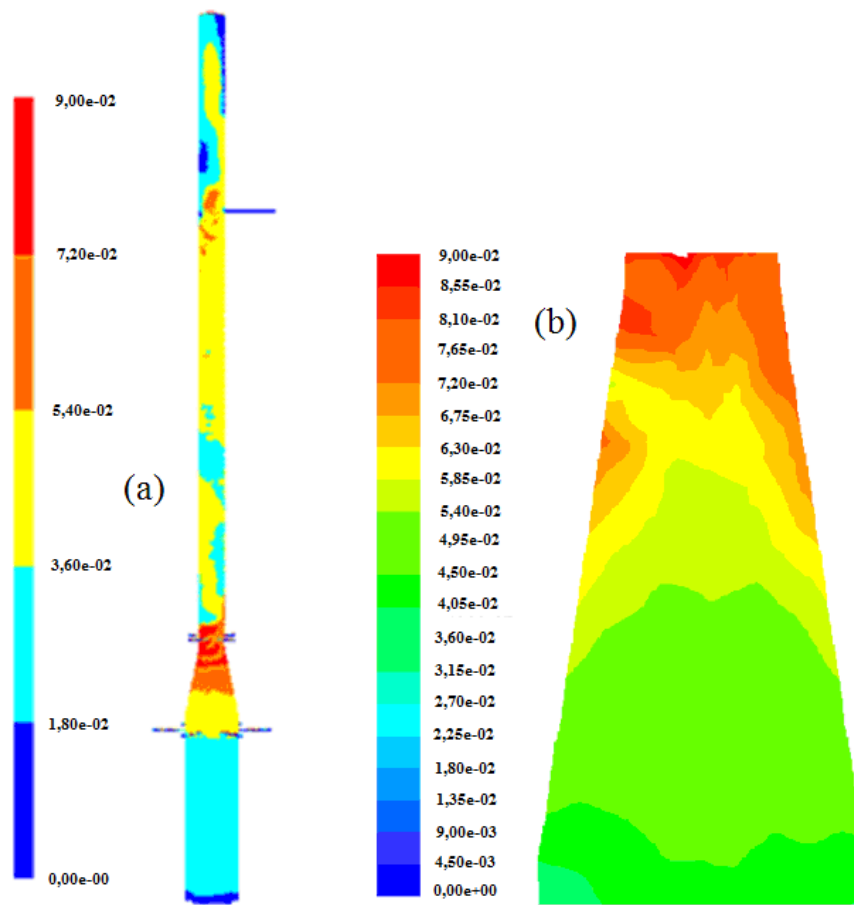


Figura 4.39 – Perfil simulado de fração de volumes de ar, operação em regime permanente, em contracorrente/co-corrente e em sistema multifase em (a) o panorama geral da coluna de bolhas e em (b) o corte longitudinal do FC.

No perfil apresentado na Figura 4.39-a é possível visualizar que no CF a fração de ar está distribuída de maneira não uniforme tanto radialmente quanto axialmente. A região de maior fração de ar é a corresponde ao cone do concentrador com valor máximo de  $\varepsilon_G$  próximo a 9,5 %. Na porção inferior do cilindro do concentrador observa-se o menor valor de  $\varepsilon_G$  que

foi de 1,4%. Este valor corresponde ao valor de *hold up* da corrente de arraste de bolhas pelo *underflow*.

Nas diferentes posições axiais do CF, é possível perceber a grande aleatoriedade do sistema simulado, indo de encontro às afirmações feitas pelos trabalhos da literatura relacionados no Capítulo II. Com base naquelas afirmações observa-se na simulação, características típicas de escoamento heterogêneo. No CF são encontradas regiões com valores de  $\varepsilon_G$  de 0 a 7,2% sendo que a faixa de valores compreendida entre 1,8 e 5,4 % se estende na maior parte desta seção. Já no CC, uma aparente uniformidade na composição da mistura pode ser observada.

Na Figura 4.39-b, a seção FC em corte longitudinal é apresentada e nele observa-se que os maiores valores de *hold up* estão na sua porção axial superior. A partir da comparação com a Figura 4.38-a, é possível inferir que os maiores valores de *hold-up* estão nas regiões radiais próximas à parede da seção.

Para verificar se o modelo computacional é representativo do fenômeno físico, os resultados obtidos da simulação foram comparados com os dados obtidos a partir de experimentos conduzidos na coluna de mesma geometria da malha computacional e nas mesmas vazões. Considerou-se que as incertezas nos valores das medidas experimentais não conduziram a significativas distorções nas conclusões obtidas. Então para isto, os respectivos *hold ups* das seções da coluna de bolhas foram medidos através da metodologia de diferenças de pressão esática conforme descrita anteriormente.

#### *A comparação entre as frações de volumes experimentais e simuladas*

Os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos experimentalmente e os valores obtidos da simulação, para as correspondentes regiões amostradas estão apresentados na Tabela 4.14. Na coluna 1 estão discriminadas as seções amostradas, na coluna 2 estão os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos pela média aritmética das frações volumétricas (MFV) simuladas da respectiva região. Na coluna 3 estão os valores de (IVH) para as respectivas seções amostradas. Na coluna 4 estão relacionados os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos experimentalmente. Na coluna 5 estão os respectivos desvios entre os valores de MFV e os valores de  $\varepsilon_G$  experimentais. A tabela indica que os valores de  $\varepsilon_G$  experimentais e de MFV estiveram dentro de suas respectivas faixas propostas pelo IVH.

Tabela 4.14 - Valores de *hold ups* simulados e experimentais, obtidos em regime pseudo-estacionário.

Seções	Simulado		Experimental (%)	Desvios entre MFV e Experimental (%)
	MFV (%)	IVH (%)		
CF	3,9	3,1 a 5,6	3,2	0,7
FC	5,6	2,6 a 7,1	5,7	0,1
CC	3,6	0,2 a 3,8	3,1	0,5

Quando considerados apenas os valores de MFV na comparação com os valores experimentais de  $\varepsilon_G$ , no cilindro do flotor (CF), o valor experimental é inferior em 0,7 %. Já no cilindro do concentrador (CC) o valor experimental foi superior ao MFV em 0,5 %. No funil do concentrador (FC) o valor de  $\varepsilon_G$  experimental foi quase coincidente com o valor proposto pela simulação, apresentando um desvio absoluto de 0,1%.

Embora o MFV não contemple a possibilidade de existência de caminhos preferenciais para as fases no escoamento vertical, a comparação dos  $\varepsilon_G$  dos dois cilindros indica que experimentalmente houve um maior arraste de bolhas para o fundo da coluna que o indicado pela simulação. O conjunto de simulações pertencentes à terceira etapa do estudo de simulações demonstrará a importância da boa estimativa do diâmetro de bolhas a ser simulado na predição das composições das seções em condição pseudo-estacionária.

A Figura 4.40 apresenta os valores de IVH e MFV obtidos da simulação e os valores de  $\varepsilon_G$  obtidos experimentalmente. Na abscissa estão as respectivas seções da coluna de bolhas e na ordenada o intervalo de  $\varepsilon_G$  da simulação.

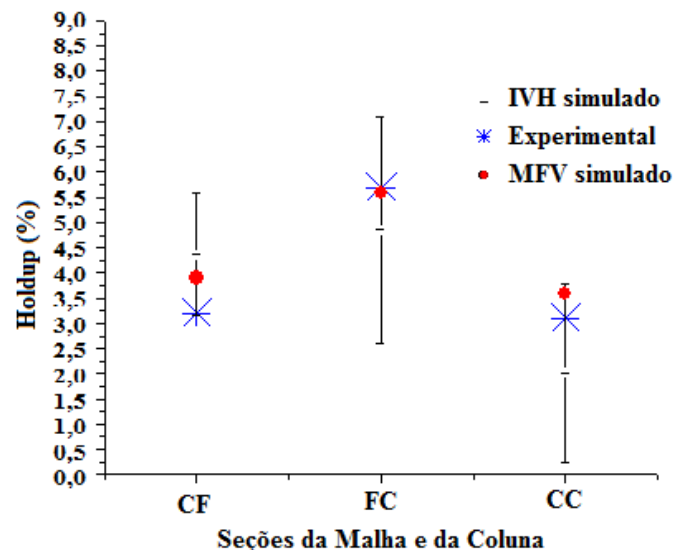


Figura 4.40 – Os valores experimentais, as médias aritméticas das frações de volumes (MFV) e os intervalos de valores de *hold ups* (IVH) da simulação.

*A comparação entre as frequências relativas das fases nas posições axiais das medidas experimentais.*

Como para o simulador as bolhas de ar estão representadas por 5 fases que se diferenciam apenas pelo seu  $d_{[3,2]}$ , é possível estabelecer inferências individuais dos comportamentos hidrodinâmicos das diferentes faixas de diâmetros experimentais ali representadas. A Figura 4.41 apresenta os perfis simulados das frações volumétricas das fases discretas na posição axial 0,2 m. Os detalhes 4.41-a, 4.41-b, 4.41-c e 4.41-d são os perfis radiais de frações volumétricas, de 4 das 5 fases, na posição axial correspondente ao ponto de amostragem experimental do CF.

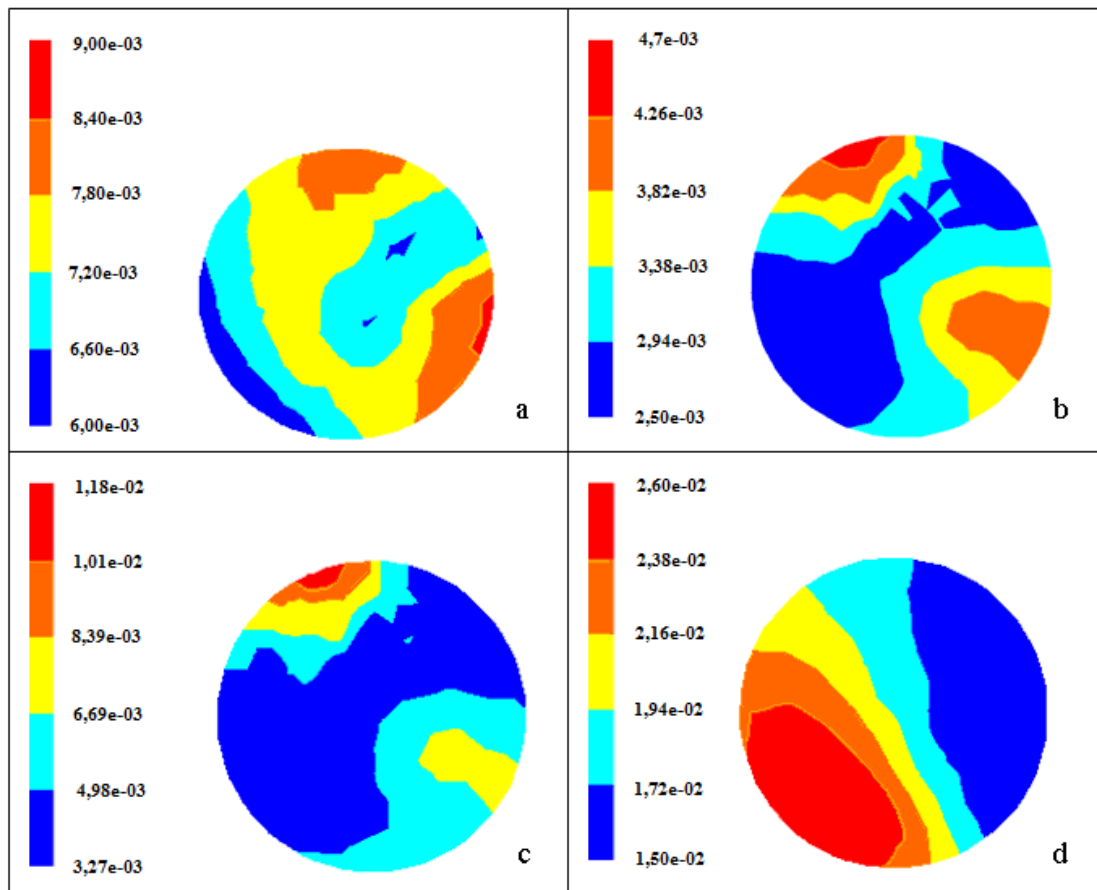


Figura 4.41 – Perfis simulados da fração volumétrica das fases com  $d_{[3,2]}$  de 500  $\mu\text{m}$  (a), 120  $\mu\text{m}$  (b), 60  $\mu\text{m}$  (c) e 800  $\mu\text{m}$  (d).

Na simulação, os valores de frequência relativa de cada uma das fases foram obtidos a partir dos valores médios de composição da mistura contida nos planos de cortes transversais à coluna nas correspondentes posições da amostragem experimental.

A hipótese de que a amostragem estática de toda a seção radial da simulação apresentaria resultados concordantes com a amostragem experimental da posição central da coluna pode ser avaliada pela análise dos perfis de concentração das fases.

As figuras mostram que as fases não estão relativamente estratificadas na posição radial e com valores médios fora do centro. Os valores de frações volumétricas das fases 500  $\mu\text{m}$  (4.41-a), 60 micrometros (4.41-b) e 120  $\mu\text{m}$  (4.41-c) possuem perfis bastante semelhantes e que, esses dois últimos possuem a faixa de valores que contém a média aritmética fora da posição radial central. Já a faixa de diâmetro 800  $\mu\text{m}$  (4.41-d) apresentou perfil bastante polarizado, porém com a faixa de valores que contém a média passando pela posição radial central.

A não uniformidade da distribuição radial das fases na simulação e a transitoriedade da condição pseudo-estacionária indicam que a amostragem feita ao meio da coluna de bolhas poderá oscilar dentro de uma faixa de valores. Esta observação propõe a necessidade de delimitar uma **faixa de valores prováveis de frequências (FVPF)** para a amostragem na posição axial central da coluna de bolhas.

A Figura 4.42 contém a representação gráfica da comparação entre os valores experimentais e as respectivas FVPF propostas pela simulação.

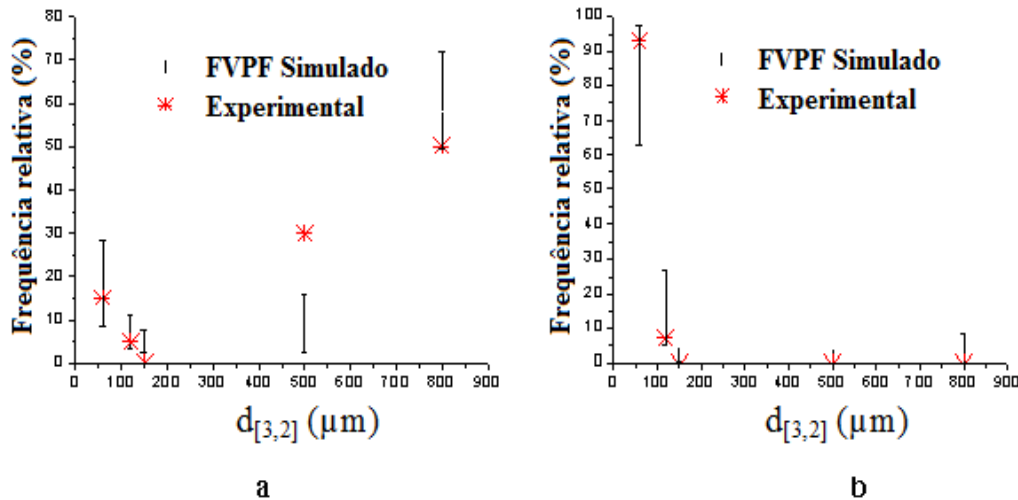


Figura 4.42 – Comparação entre os FVPF e as respectivas frequências de diâmetros experimentais e simuladas para o CF (a) e para o *underflow* (b).

Nela é possível perceber a boa correspondência entre o experimental e o simulado para os diâmetros de 60  $\mu\text{m}$ , 120  $\mu\text{m}$  e que o diâmetro de 150  $\mu\text{m}$ , que não apresentou frequência significativa nas medidas experimentais, apresenta uma FVPF de 0,2% a 4,7% para a



simulação. Já os valores de frequências para as fases de diâmetros de 500  $\mu\text{m}$  e 800  $\mu\text{m}$  apresentaram valores fora das respectivas FVPF. As frequências experimentais para os diâmetros de 500  $\mu\text{m}$  e 800  $\mu\text{m}$  estiveram acima e abaixo dos valores propostos pela suas respectivas FVPF.

A comparação entre as Figuras 4.42-a e 4.42-b demonstra que houve uma melhor correspondência entre experimental e simulado para as medidas feitas no *underflow*. Os diâmetros representantes das faixas correspondentes aos valores de 500 e 800  $\mu\text{m}$  não apresentaram frequências com valores significativos tanto nos testes experimentais quanto na simulação. A necessidade de alteração nas frequências dos diâmetros de 500  $\mu\text{m}$  e 800  $\mu\text{m}$  pode ser um indicativo das maiores incertezas experimentais ou maiores desvios entre experimental e simulado para as fases que representavam as faixas de bolhas de maiores diâmetros.

#### *Os perfis de velocidades de ar e água obtidos da simulação*

Na Figura 4.43 são apresentados os perfis de velocidades das fases: gasosa (4.43-a) e líquida (4.43-b). Assim como observado na primeira etapa deste estudo, nela verifica-se que as maiores e menores velocidades de escoamento da fase gasosa se encontram exatamente nas posições radiais em que se encontram as maiores e menores velocidades de escoamento vertical da fase líquida.

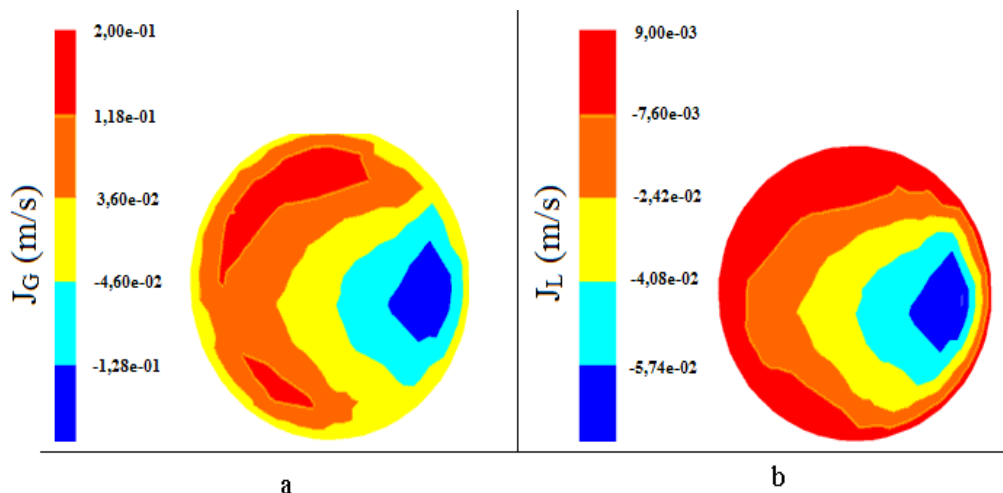


Figura 4.43 – Perfis instantâneos simulados de velocidades superficiais do ar (a) e da água (b) na seção transversal em 0,20 m do topo da coluna.

Nos perfis simulados de velocidades, em uma mesma posição axial, as fases que representam as bolhas escoam, ascendentemente na esquerda e descendentemente na direita com um grande intervalo de valores de velocidades ( $J_G$ ), quando em comparação com o intervalo de velocidades para a fase contínua ( $J_L$ ). Já, em contracorrente com as bolhas, o líquido escoar por um caminho preferencial, porém no centro da coluna o valor da velocidade corresponde ao valor médio. Observa-se também que o intervalo central de valores de  $J_L$  está contido no do  $J_G$ .

Essas duas últimas observações indicam que os perfis simulados instantâneos de velocidades superficiais atestam a possibilidade de uma amostragem isocinética, com o valor médio de velocidade, ao centro da coluna. Esta informação obtida das simulações foi usada nas medidas experimentais.

#### *A comparação entre fluidodinâmica da fase líquida experimental e simulada*

A Figura 4.44 é a comparação entre as distribuições de tempos de residências experimental e simulada. Ela demonstra a excelente concordância entre curvas de DTR até o tempo de 500 segundos.

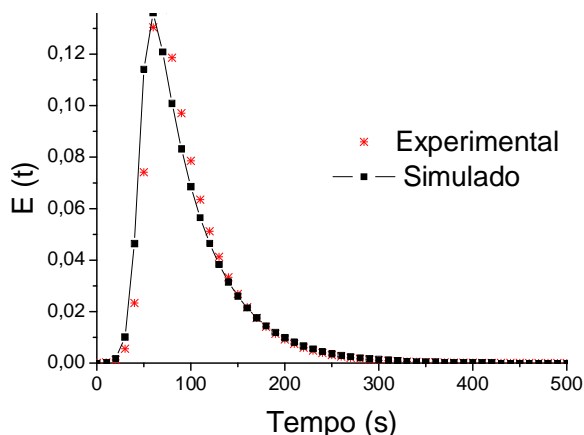


Figura 4.44 - Comparação entre as curvas de distribuição de tempo de residência experimental e simulado

Como já relatado, o erro experimental obtido através do balanço de massa foi inferior a 1,0 % e os parâmetros Tempo Médio (TMED) e Variância (VARI) foram obtidos estatisticamente através da parametrização da função acumulativa da Esperança matemática  $E(t)$  com coeficientes de correlação superiores a 99,9% (Apêndice V). Os parâmetros Atraso (ATZ) e Moda (MODA) foram obtidos diretamente dos dados.

Para possibilitar uma análise quantitativa, a Tabela 4.15 apresenta os resultados obtidos do tratamento dos dados experimentais e simulados, respectivamente contidos nas colunas 2 e 3 da tabela. A coluna 4 apresenta os valores de desvios percentuais entre esses parâmetros obtidos.

Tabela 4.15 – Parâmetros fluidodinâmicos para a fase líquida, obtidos experimentalmente e através da simulação computacional.

Parâmetros	Experimental	Simulado	Desvio %
N	2,7	2,7	0
TMED (s)	139	137	2
VARI (s <sup>2</sup> )	7163	7047	2
ATZ (s)	39	38	3
MODA (s)	70	69	2

Tanto a Figura 4.44 quanto a Tabela 4.15 indicam que o modelo computacional prevê de forma bastante satisfatória o comportamento hidrodinâmico da fase líquida.

Com base nas comparações feitas, é possível concluir que de posse do modelo computacional que até aqui se mostra em concordância com os resultados experimentais, e na impossibilidade da realização de algumas análises experimentais, a análise do modelo será utilizada para algumas inferências em relação à fluidodinâmica experimental.

#### *O comportamento fluidodinâmico simulado das fases nas diferentes posições axiais do FC.*

As Figuras 4.45, 4.46 e 4.47 apresentam os perfis simulados das médias temporais das frações de volumes, para as diferentes posições axiais do FC.

Na Figura 4.45, estão as frações de volumes para os diâmetros correspondentes à faixa total de bolhas simulada. Para o cálculo do *hold up* foram consideradas as 5 fases discretas simuladas.

Na Figura 4.45 é possível observar o efeito da geometria do FC no efeito de concentração de bolhas. Pode ser observado que nas posições axiais superiores a mistura apresenta os maiores *hold ups*. Até a distância de 2 cm da posição axial de alimentação, as bolhas ali representadas apresentam uma distribuição radial quase uniforme. Este comportamento é causado pela alta turbulência nesta região. A mesma uniformidade é observada para a posição axial – 0,10 m. Já no intervalo entre essas duas posições, existe uma tendência no aumento na diferença entre os *hold ups* das diferentes posições radiais do FC, sendo que os maiores valores de  $\varepsilon_G$  estão próximos à parede da seção. Em inferência com o

fenômeno físico, esta observação reforça a hipótese de que grande parte da taxa de coalescência de bolhas ocorre nas regiões próximas às paredes dessa seção.

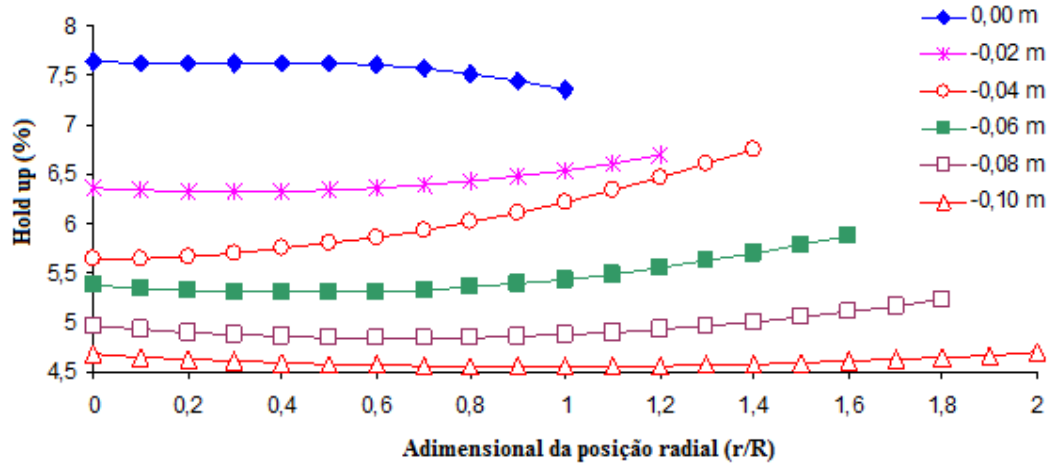


Figura 4.45 – Perfis de *hold up* simulados obtidos das médias temporais em diferentes posições axiais e radiais do FC.

Na Figura 4.46, estão as frações de volumes para as bolhas de diâmetros correspondentes às fases simuladas com  $d_{[3,2]}$  de 120 a 800  $\mu\text{m}$ .

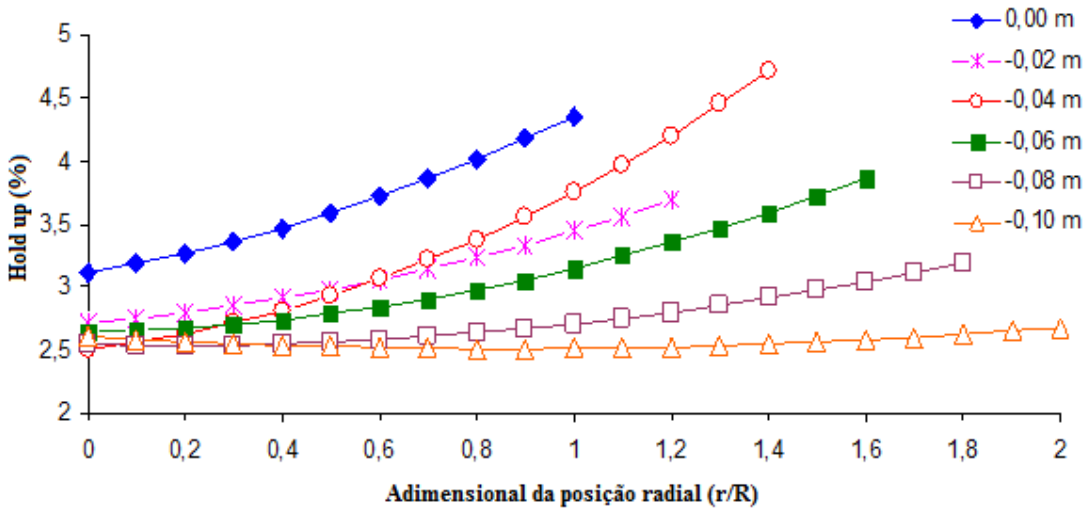


Figura 4.46 - Perfis da média temporal de *hold ups* simulados obtidos em diferentes posições axiais e radiais do FC para a faixa de diâmetro de 120 a 800  $\mu\text{m}$ .

Na Figura 4.47, estão as frações de volumes para as bolhas de diâmetros correspondentes à faixa representada pelo  $d_{[3,2]}$  de 60  $\mu\text{m}$ .

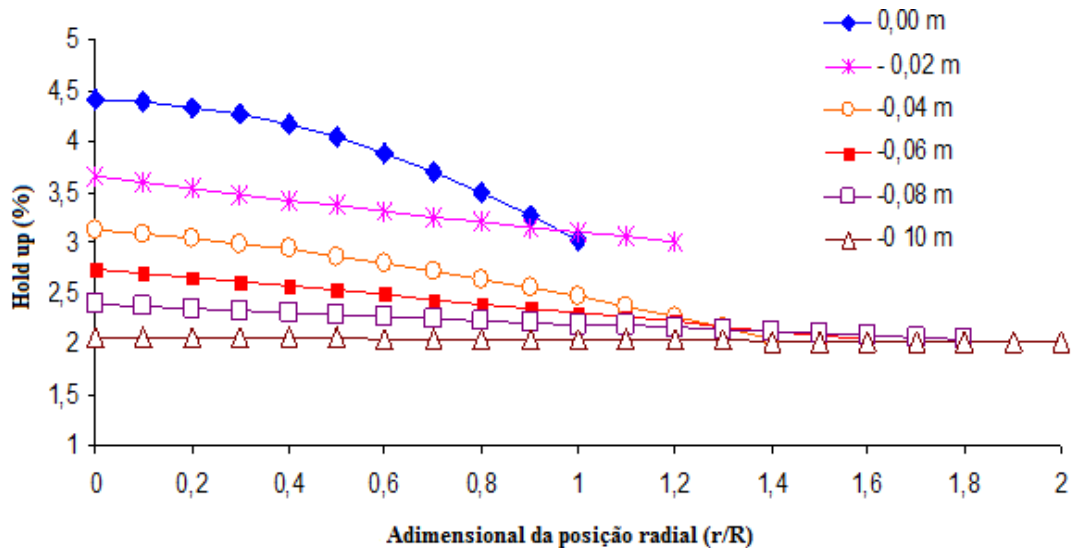


Figura 4.47 - Perfis de *hold up* obtidos em diferentes posições axiais e radiais do FC para a faixa de diâmetro de 60  $\mu\text{m}$ .

Na Figura 4.46 é possível observar que as fases que representam a faixa de diâmetros de 120  $\mu\text{m}$  a 800  $\mu\text{m}$  apresentam maiores valores de *hold ups* nas posições radiais próximas à parede do FC. É possível observar também que as maiores diferenças entre os *hold ups* das posições radiais são obtidas para os maiores valores de posições axiais, indicando que esta faixa de diâmetros de bolhas se acumula nas regiões próximas à parede do FC e nas posições axiais superiores a -0,08 m. Através desta observação é possível inferir que ao considerar a fluidodinâmica experimental esta é provavelmente aquela região com maiores taxas de coalescência de bolhas.

#### 4.2.3 - Estudo computacional sobre a influência da velocidade superficial da fase líquida e do diâmetro médio $d_{[3,2]}$ sobre o *hold up* das diferentes seções da coluna de bolhas (no terceiro conjunto de simulações, TCS)

A Figura 4.48 apresenta os perfis de contorno obtidos da simulação da coluna de bolhas em sistema bifásico com os diâmetros de bolhas e taxa de alimentação de: (a) 130 micrometros e 0,03 kg/s; (b) 100 micrometros e 0,03 kg/s; e (c) 110 micrometros e 0,06 kg/s. A fração de volume de ar da mistura alimentada que compunham as respectivas condições de contornos foi de 2% de ar em base volumétrica.

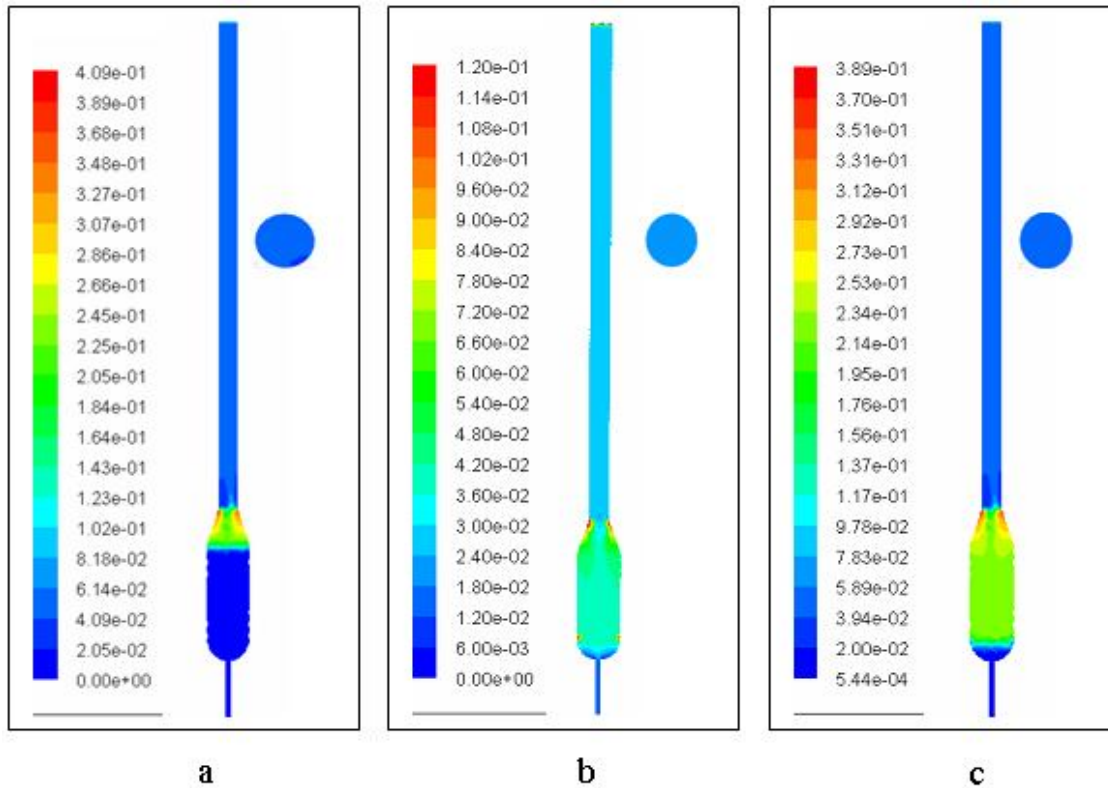


Figura 4.48 – Perfis de frações de volumes simulados para as taxas de alimentação de 0,03 kg/s para os diâmetros de 110 micrometros (a), 100 micrometros (b) e 0,06 kg/s para o diâmetro de 110 micrometros (c).

O perfil de fração de volume de ar indicado na Figura 4.48-a foi obtido após um tempo simulado de 1258 s (*flow time*) e as velocidades superficiais da fase líquida na entrada e na saída do concentrador foram de 2,4 cm/s e 0,53 cm/s (valores calculados a partir da taxa volumétrica e dos diâmetros das seções transversais correspondentes) respectivamente, para o diâmetro de bolhas de 110  $\mu\text{m}$ .

A comparação entre os perfis médios temporais das simulações conduzidas no SCS e no TCS (Figuras 4.39 e 4.48) permitiram observar que os formatos dos perfis fluidodinâmicos para o  $\varepsilon_G$  e para as velocidades  $J_L$  e  $J_G$  na seção CF foram bastante parecidos, embora para formas muito distintas de alimentação da mistura bifásica. As maiores diferenças entre os perfis hidrodinâmicos foram observadas nas posições axiais próximas aos locais de alimentação e principalmente na região superior do FC.

Quando comparadas as Figuras 4.39 e 4.48, é de se notar que existem enormes diferenças entre os comportamentos hidrodinâmicos da fase gasosa. Aparentemente a existência de um acréscimo na intensidade da velocidade superficial da fase líquida, através da alimentação de água na posição axial 0,7 m, as diferenças nas condições de contornos e

geometria de alimentação causaram radicais modificações nos regimes fluidodinâmicos simulados.

Pela Figura 4.48-a é possível observar que mesmo com a baixa fração de volume de ar da alimentação obteve-se uma fração de volume de ar no cone do concentrador entre 22% e 39%. Logo abaixo do ponto de alimentação foi obtido um valor máximo de  $\varepsilon_G$ . O perfil indica que para as condições simuladas não houve um significativo arraste de bolhas para o fundo da coluna e que as bolhas ocupam uniformemente a seção superior da coluna (CF). Neste caso o valor de  $\varepsilon_G$  nesta seção foi de 4,8%.

Já o perfil de *hold up* indicado na Figura 4.48-b foi obtido após 3006 s de tempo simulado e onde as velocidades superficiais da fase líquida na entrada e na saída do concentrador foram de 2,4 cm/s e 0,53 cm/s, respectivamente. O diâmetro de bolhas simulado foi de 100  $\mu\text{m}$ . É possível observar que a fração de ar obtida no concentrador variou de 15% e 3% e que no CC esteve entre 3,75% e 4,5%. Suas regiões de máximas concentrações de ar também estiveram abaixo do ponto de alimentação, com valor máximo de 15% de  $\varepsilon_G$ . Pelo perfil indicado observa-se que houve um arraste de bolhas pelo fundo da coluna e que na seção cilíndrica superior a concentração de bolhas é radialmente uniforme com  $\varepsilon_G$  de 2,7%.

O perfil indicado na Figura 4.48-c foi obtido após 5988 s de *flow time* e as velocidades superficiais da fase líquida na entrada e na saída do concentrador foram de 4,8 cm/s e 1,05 cm/s, respectivamente. Neste perfil é possível observar que para o diâmetro de 110  $\mu\text{m}$ , mesmo com a taxa de alimentação aumentada para 0,06 kg/s, não houve arraste de bolhas pelo *underflow*. O valor médio de  $\varepsilon_G$  obtido no concentrador foi de 22%. É possível observar no perfil que o valor máximo de  $\varepsilon_G$  obtido foi de 38,9% e que, como nos perfis anteriores, está localizado no FC, logo abaixo do ponto de alimentação.

A comparação entre os perfis indicados nas Figuras 4.48-a e 4.48-b, onde se variou apenas o diâmetro de bolhas simulado na condição de contorno de alimentação que foi de 110  $\mu\text{m}$  (a) para 100  $\mu\text{m}$  (b), indicou que para a geometria estudada, o valor de velocidades superficiais da fase líquida é satisfatório para o acúmulo de bolhas com o diâmetro de 110  $\mu\text{m}$  e que uma pequena variação no diâmetro de bolhas provoca uma grande variação na condição fluidodinâmica estacionária.

Provavelmente, para uma mesma velocidade superficial provavelmente será possível acumular e em distintas proporções, diferentes diâmetros de bolhas. Esta constatação demonstraria que a distribuição de diâmetros de bolhas no CC também é uma função direta da taxa de coalescência nesta mesma região.

Já, quando comparadas as Figuras 4.48-a e 4.48-c, é possível perceber que tendo a velocidade superficial do líquido dobrado, houve um favorecimento ao acúmulo de bolhas no concentrador. Estas observações indicam que, para as condições simuladas, embora o sistema seja bastante sensível às variações no diâmetro de bolhas, este apresenta uma menor sensibilidade quanto às variações na velocidade superficial da fase líquida.

Com o objetivo de obter dados quantitativos com relação a esta sensibilidade, para o mesmo modelo computacional foi realizado um conjunto de 24 simulações como intuito de investigar a possibilidade de correlacionar as variáveis  $d_{[3,2]}$  e  $J_L$  na posição axial -0,03 m com os  $\varepsilon_G$  das seções CF, FC e CC.

A faixa de valores do diâmetro de bolhas para a fase discreta simulada compreendeu os valores de 10 $\mu$ m a 800 $\mu$ m e a de intensidade de  $J_L$  de 0,91cm/s a 4,3 cm/s, com valores escolhidos aleatoriamente.

As adimensionalizações das variáveis foram feitas através das Equações (4.10) e (4.11), respectivamente para as variáveis  $d_{[3,2]}$  (D) e  $J_L$  (V).

$$D=(d_{[3,2]}-300)/200 \quad (4.10)$$

$$V=(J_L-0,075)/0,025 \quad (4.11)$$

A influência das variáveis estudadas no conjunto de simulações pode ser mais facilmente visualizada através da estimativa dos efeitos isolados e suas interações conforme apresentado na Tabela 4.16.

É possível observar na Tabela 4.16 que nos testes de hipótese foram discriminadas as simulações que conduziram a estados pseudo-estacionários com arraste de bolhas (casos I [10 $\mu$ m;110 $\mu$ m]) através da base da coluna (*underflow*) das demais (casos II [130 $\mu$ m;800 $\mu$ m]). Os intervalos de variações da  $J_L$  foram iguais nos dois casos.

Nas linhas de 1 a 9 da tabela se encontram os resultados da estimativa dos parâmetros para os casos I e nas linhas de 10 a 18 para os casos II. Na coluna 1 estão discriminadas as seções da coluna de bolhas e os respectivos coeficientes de correlação quadráticos ( $r^2$ ). Nota-se nesta coluna que para todos os casos os  $r^2$  da estimativa dos parâmetros do CF foram maiores que os do FC, indicando a maior complexidade da fluidodinâmica desta segunda seção.

Para os casos I, nota-se que todas as variáveis foram significativas tanto para a estimativa dos parâmetros que relacionam V e D com o *hold up* do CF quanto para o do FC.



A tabela indica também que a diminuição na intensidade da velocidade superficial promove o incremento no valor dos *hold ups* do CF e do FC. Para a faixa de diâmetros de bolhas arrastadas, o aumento no diâmetro de bolhas também aumenta linearmente o *hold up* nesta primeira seção. Já na segunda seção, o aumento no valor de  $d_{[3,2]}$  causa um decréscimo quadrático no valor do  $\varepsilon_G$  no FC. Então o aumento na intensidade da  $J_L$  e a diminuição do  $d_{[3,2]}$  causam um aumento no arraste de bolhas pela base. Sendo assim, é possível afirmar que os resultados da análise do comportamento hidrodinâmico das fases nos casos I, tem correspondência fenomenológica com os resultados observados nos testes experimentais.

Tabela 4.16 – Estimativa das relações obtidas das simulações entre o  $d_{[3,2]}$ , a  $J_L$  na posição axial -0,03 m e os *hold ups* das seções CF e FC com e sem arraste de bolhas pelo *underflow*.

<b>(casos I) Com Arraste</b>				
Seção da coluna		B	Erro padrão de B	p
CF $r^2=0,99$	média	0,070	0,003	0,001
	D ( $d_{[3,2]}$ )	0,036	0,002	0,004
	V ( $J_L$ )	-0,024	0,003	0,016
	D*V	-0,016	0,003	0,034
FC $r^2=0,94$	média	0,301	0,036	0,004
	V ( $J_L$ )	-0,081	0,015	0,013
	D*D	-0,157	0,026	0,009
<b>(casos II) Sem Arraste</b>				
Seção da coluna		B	Erro padrão de B	p
CF $r^2=0,99$	média	0,021	0,001	0,000
	D ( $d_{[3,2]}$ )	-0,019	0,001	0,001
	V ( $J_L$ )	0,005	0,001	0,008
	D*D	0,009	0,001	0,008
FC $r^2=0,93$	média	0,019	0,009	0,109
	D ( $d_{[3,2]}$ )	-0,092	0,013	0,002
	D*D	0,064	0,013	0,009

A análise dos casos II demonstra que a variável D influencia negativamente no seu termo linear e positivamente no seu termo quadrático sobre os valores de  $\varepsilon_G$  das duas seções avaliadas, porém mais intensamente sobre o valor do *hold up* no FC. Nas duas seções, o *hold up* aumenta com o aumento do diâmetro simulado. Com base na bibliografia citada, pode-se afirmar que mesmo sem perdas de bolhas pelo *underflow*, é possível a redução do *hold up* no CF pelo aumento no diâmetro das bolhas. Já a variável  $J_L$  apresentou significância somente sobre o valor do *hold up* do CF. Considerando que o aumento na intensidade de  $J_L$  é causado

pelo aumento na vazão de alimentação da mistura bifásica, é de se esperar que se não houver arraste de bolhas ocorra simultaneamente um incremento na quantidade de bolhas fornecidas. Este incremento é observado no efeito positivo desta variável ( $J_L$ ) sobre o *hold up* do CF.

Também considerando os perfis observados na Figura 4.39 do SCS, é possível afirmar que as bolhas com diâmetros entre 130 e 800 micrometros ficam resguardadas do efeito do aumento da velocidade superficial da fase líquida por se posicionarem na zona morta localizada próximo às paredes do FC. Esta constatação pode ser o motivo da  $J_L$  ter pouca influência sobre o valor do *hold up* desta seção.

Em síntese, as observações obtidas nesta etapa de simulações indicaram que a geometria do equipamento consorciada ao posicionamento da alimentação de uma mistura contendo água e bolhas de ar na posição axial entre o CF e o FC proporcionaria o confinamento e acúmulo de bolhas de ar de menores diâmetros nas seções abaixo do CF. O valor do *hold up* obtido nessas seções pode ser razoavelmente controlado pela velocidade superficial da fase líquida.

Sendo assim, mesmo utilizando um modelo físico bastante simplificado, quando comparado ao seu correspondente fenomenológico, os resultados das diferentes condições simuladas indicaram que é possível concentrar bolhas de determinada faixa de diâmetros no interior do FC, mesmo quando o  $\varepsilon_G$  de alimentação é baixo, novamente confirmando as considerações feitas nas primeiras subseções deste trabalho. Indicaram também que a quantidade de ar acumulado dentro das diferentes seções do recipiente e a distribuição de diâmetros acumulados é função da velocidade superficial da fase líquida. A confirmação experimental e teórica computacional desta versatilidade garante um grande número de possibilidades de aplicações para a geometria estudada.

Considerando as propriedades do sistema água-ar, foi então possível propor algumas modificações no protótipo para determinadas aplicações. Com o intuito de testar esta aplicabilidade, alguns testes foram realizados. Dentre eles um em regime permanente e dois para a operação da coluna em semi-batelada. Em sequência seguem os resultados desses testes.

### 4.3 - Fluidodinâmica Aplicada a Processos de Separação

#### 4.3.1 - Estudo da influência da fluidodinâmica do sistema no processo de separação de misturas oleosas de baixas concentrações.

Esta subseção trata do estudo da aplicação do protótipo projetado na separação de misturas oleosas em regime permanente.

Como estratégia para realizar inferências entre o desempenho na separação da mistura oleosa e as propriedades fluidodinâmicas do sistema, após obtidas as eficiências de separação relativas aos diferentes números e combinações de bocais difusores relatados nas sub-seção de materiais e métodos, iniciou-se o estudo através de paralelos entre os resultados da separação com as propriedades fluidodinâmicas obtidas nos testes contidos na subseção 4.1.2 (O efeito do número e posição dos bocais difusores no *hold up* das seções da coluna de bolhas). Esta metodologia está baseada na hipótese de que os mesmos comportamentos hidrodinâmicos são observados tanto para a mistura água-ar quanto para a mistura água-ar-óleo-tensioativo, nas concentrações dos componentes praticadas nos respectivos testes. Testes preliminares foram realizados com o objetivo de verificar a validade desta hipótese. Na avaliação dos *hold ups* de ar para as diferentes seções da coluna de bolhas, estes indicaram que ambas as misturas apresentam comportamentos hidrodinâmicos suficientemente semelhantes. Os desvios médios entre as misturas foram próximos às médias dos desvios obtidos para as respectivas réplicas das medidas para a mistura água-ar (apresentados naquela subseção).

Outras inferências seguem-se pela associação de alguns casos com os respectivos resultados obtidos nos testes de desempenho hidrodinâmico da fase líquida e para outros casos são feitas inferências com resultados obtidos em simulações em CFD.

A confiabilidade dos dados, feita a partir dos balanços de massa, indicou um erro de 1,3 % na medida de concentração por análise de adsorção da luz infravermelha. O desvio padrão das medidas de eficiências de remoção de óleo foi quantificado a partir de 3 réplicas para os números e disposições de bocais difusores: 1/1, 3/1, 5/1, 4/2 e 1/5 correspondentes aos testes 2 (6%), 5 (0,2%), 9 (3%), 10 (5%) e 13 (8%), respectivamente. O valor de desvio padrão médio foi de 1,2%.

A Figura 4.49 apresenta um panorama geral das eficiências percentuais de remoção de óleo em função do número e posições dos bocais difusores para as 17 combinações estudadas. Nela é possível observar que as eficiências obtidas foram sempre superiores a 70 % e

inferiores a 95% e que aparentemente são encontrados padrões definidos. Esses padrões serão avaliados a seguir.

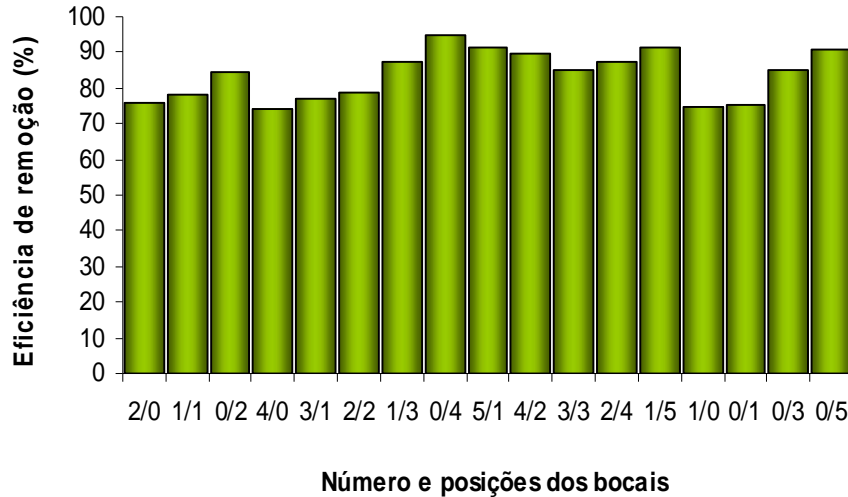


Figura 4.49 – As eficiências de remoção de óleo para todos os números e combinações de bocais testados na coluna operada por ar dissolvido.

A Figura 4.50 apresenta o efeito da transferência dos bocais para o  $FL_{int}$  sobre as eficiências de remoção de óleo e sobre os *hold ups* das seções CC, FC e CF. Para facilitar a comparação entre os resultados, no gráfico de barras, os valores de *hold ups* nas diferentes seções e os valores de eficiências para os respectivos posicionamentos dos bocais estão esboçados no mesmo gráfico. No eixo das abscissas estão o número e as posições dos bocais, o eixo das ordenadas à esquerda é correspondente aos valores de eficiências de remoção de óleo e o da direita aos valores de *hold up* de gás. Para facilitar a visualização, os pontos cheios são correspondentes aos *hold ups* e as setas indicam os seus respectivos eixos verticais com as escalas de valores.

Pelo gráfico é possível inferir que a transferência do bocal para o  $FL_{int}$  implicou no aumento gradativo do valor da eficiência e que para a transferência dos dois últimos bocais o efeito foi amplificado.

Considerando apenas os dois primeiros casos, na transição de 4/0 para 3/1, é possível perceber que a eficiência de remoção de óleo ( $E_c$ ) aumenta com a diminuição dos *hold ups* das FC e CC e com o aumento de CF. Este comportamento dá indícios de que com a diminuição no número de bocais no  $FL_{sup}$ , houve uma diminuição no tamanho dos flocos que conseguem acessar esta última seção devido à diminuição na intensidade da velocidade  $J_L$  na posição axial -0,03 m. Já na transição de 2/2 a 0/4 percebe-se uma diminuição no  $\varepsilon_G$  de arraste

(CC) e um conseqüente aumento no valor do *hold up* da região de floculação (FC), indicando um gradativo aumento no efeito da geometria sobre a eficiência de remoção. Neste caso também é percebido pela linha alaranjada que nesta transição não houve significativas variações no diâmetro dos flocos gerados.

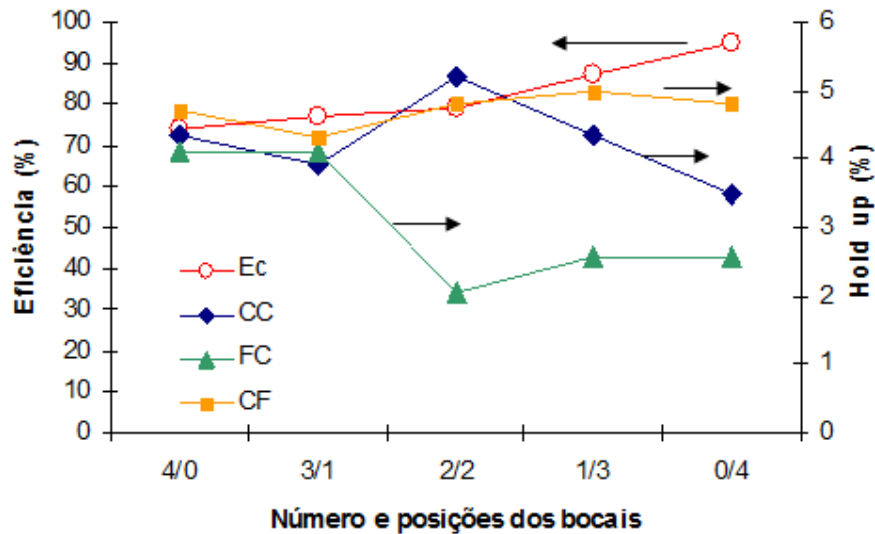


Figura 4.50 – As eficiências de remoção de óleo e os *hold ups* de ar das seções obtidos pela operação da coluna de bolhas em sistema água-ar nas diferentes combinações de 4 bocais difusores.

Considerando os mecanismos de captura, pode-se afirmar que a redução da turbulência na posição axial -0,03 m (posição axial entre o FC e o CF, logo abaixo do  $FL_{sup}$ ) e o aumento no fornecimento de ar na região de floculação aumentam a probabilidade de ocorrência dos mecanismos apresentados a seguir:

- arraste de flocos de gotículas de óleo pela população de bolhas ou agregados; de bolhas, ascendentes pelo aumento no fornecimento de ar na posição axial abaixo da região de floculação (FC);
- de aprisionamento de partículas pelas bolhas pela redução do cisalhamento dos agregados de bolhas e flocos;
- de aprisionamento de bolhas no interior de agregados de partículas;

Aparentemente, a transferência da região de contato para o flange intermediário faz com que o aumento nas taxas globais de captura de gotículas compense o aumento na probabilidade de arraste de bolhas e agregados pela região do *underflow* observados nos estudos da fluidodinâmica do equipamento.

A comparação entre os casos 0/1, 0/2, 0/3, 0/4 e 0/5 permite perceber o efeito do aumento simultâneo da turbulência na região de contato e do fornecimento de ar ao sistema, que também está associado ao aumento da velocidade  $J_L$  na posição axial -0,16 m (posição de referência para a estimativa do valor da velocidade superficial de arraste de bolhas). Esta comparação pode ser feita através da Figura 4.51. No eixo das ordenadas à esquerda estão as eficiências de remoção de óleo, no da direita estão relacionadas as velocidades superficiais  $J_L$  e no eixo das abscissas estão indicados os respectivos números e posições dos bocais. As setas indicam os respectivos eixos e escalas de valores para os pontos cheios e vazados.

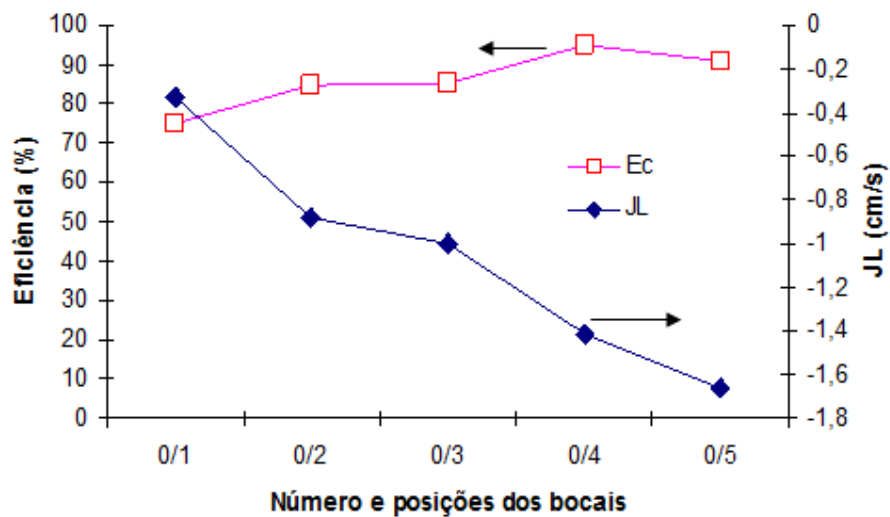


Figura 4.51 – As eficiências de remoção de óleo e as velocidades superficiais de arraste para diferentes números de bocais no  $FL_{int}$

O aumento sucessivo no número de bocais no  $FL_{int}$  aumenta a eficiência mesmo com o aumento da velocidade de arraste de bolhas. O aumento no fornecimento de ar para o sistema compensa de forma significativa o aumento na velocidade de arraste através do aumento nas taxas de floculação. É percebido que na transição de 0/2 para 0/3, a redução no diferencial da velocidade também causou uma redução no diferencial da eficiência, fazendo com que as eficiências se igulassem. É percebido também que na transição entre o caso 0/4 para o 0/5 houve um decréscimo na eficiência do processo, provavelmente pelo aumento acentuado na turbulência observado, acarretando numa maior quebra dos flocos e aglomerados de bolhas.

O aumento no número e bocais no  $FL_{int}$  aumenta sensivelmente o fornecimento de micro e nanobolhas ao sistema, garantindo crescentes concentrações dessas bolhas na região do CC.

KLASSEN (1963), quando propunha um modelo de duplo estágio para a flotação de particulados finos afirma que altas taxas de coalescência e coagulação são observadas devido ao mecanismo de cavitação superficial. Ele salienta que sem a combinação das micro e nano bolhas formadas com bolhas e/ou aglomerados de bolhas de maiores tamanhos, este mecanismo tem pouca influência sobre a taxa de remoção. Sendo assim, possivelmente o aumento na turbulência nos planos transversais próximos à posição axial do  $FL_{int}$  favorece o deslocamento de bolhas e flocos de maiores tamanhos formados nas paredes do FC, (como será demonstrado nas simulações Figura 4.56) para as regiões de contato, garantido assim aumentos nas taxas de floculação que compensem os acréscimos no arraste fluidodinâmico.

A Figura 4.52 relaciona as taxa de remoção, eficiência e concentração do efluente com o número e as posições dos bocais. À esquerda da figura está o eixo correspondente aos valores de eficiência e taxa de remoção (em mesma escala) e à direita o dos valores correspondentes à concentração de óleo em PPM. A Figura 4.52 permite observar que mesmo sem um processo de remoção de bolhas, as condições operacionais 0/4, 5/1, 1/5 e 0/5 forneceram efluentes dentro dos padrões de descarte da legislação federal e os mais elevados níveis de eficiência e taxa de remoção de óleo.

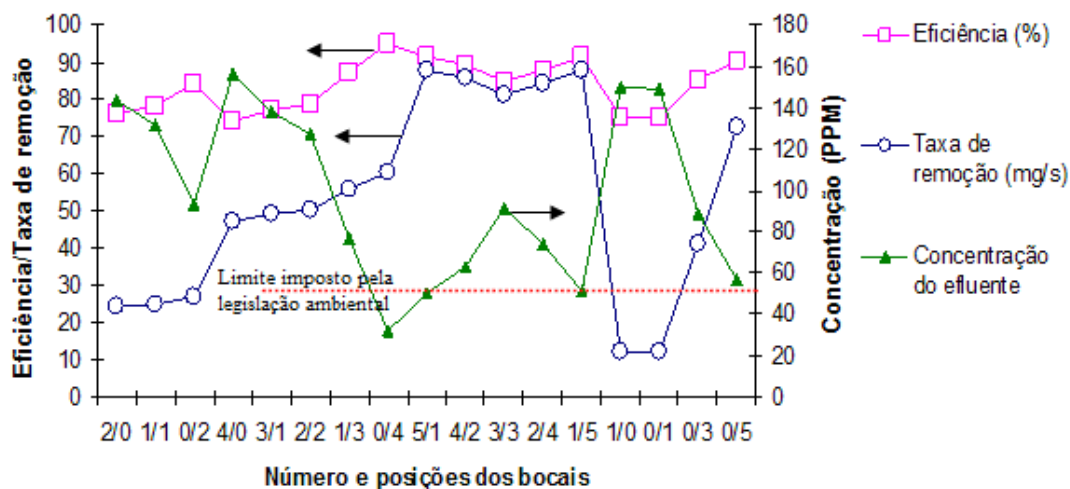


Figura 4.52 – As eficiências, as taxas de remoções, e as concentrações de óleo nos efluentes obtidos para diferentes números e disposições dos bocais e a concentração limite imposta pela legislação para o descarte de efluentes oleosos.

Observam-se pela Figura 4.52 as maiores taxas para os maiores números de bocais, indicando que as taxas de floculação compensam significativamente os aumentos nas velocidades de arraste. Esta constatação corrobora com as conclusões obtidas através das

simulações feitas no TCS de que o sistema é mais sensível à variação no diâmetro de bolhas que à variação na velocidade superficial. Aparentemente, pequenos aumentos no tamanho do agregado bolha-gota formado provocam grandes variações na eficiência de transporte do mesmo para o CF.

Com relação às concentrações, pode ser observada uma polarização de valores: alguns casos apresentam efluentes com concentrações superiores a 140 PPM (casos 2/0, 1/1, 4/0, 3/1, 2/2, 1/0 e 0/1) e outros casos fornecem efluentes com concentrações inferiores a 100 PPM (casos 1/3, 0/4, 5/1, 4/2, 3/3, 2/4, 1/5, 0/3 e 0/5).

Os padrões de descartes para óleo vegetal e gordura animal são impostos pela Lei Federal Conama 20 de 18/06/1986. O Artigo 21 desta lei pode ser encontrado no Anexo A desta dissertação. Ele, assim como nos padrões municipais, indica que o valor máximo para a concentração de descarte de óleos vegetais e gorduras animais é de 50 PPM e na Figura 4.52, a linha pontilhada em vermelho indica o limite imposto pela legislação ambiental.

Na mesma Figura 4.52, é possível observar que assim como para a operação com 4, com 2 e 6 bocais difusores é observada uma tendência ao aumento no ângulo de inclinação das eficiências para a transferência dos 3 bocais do  $FL_{sup}$  para o  $FL_{int}$ . Isto pode indicar que o aumento na probabilidade de coleta pelo mecanismo de formação de flocos por impactação concorre com a taxa de cisalhamento dos mesmos em todos os casos.

Na mesma figura é observado que para 6 bocais a transferência dos dois primeiros para o  $FL_{int}$  é desfavorável à eficiência de remoção e para os últimos passa a ser favorável. Esta observação é mais facilmente identificada quando associada aos valores de concentração de óleo no efluente. Provavelmente, devido ao grande valor da  $J_L$  para este número de bocais, a transferência dos primeiros para o  $FL_{int}$  simultaneamente forneça flocos de pequeno tamanho para a região de arraste e não permita o acúmulo de flocos de maior tamanho na paredes do FC. Este comportamento possui uma relação com o fenômeno observado nos perfis hidrodinâmicos simulados para a seção apresentados nas Figuras 4.45, 4.46 e 4.47. A partir de 3 bocais no  $FL_{int}$ , o aumento da turbulência nesta região, aparentemente é benéfico, aumentando a coleta tanto por impactação quanto através dos outros mecanismos já relacionados.

É possível perceber que os maiores efeitos das trocas das posições dos bocais são percebidos para a coluna operando com 4 bocais, produzindo efluentes nas duas faixas de concentrações relacionadas (maiores que 140 PPM e menores que 100 PPM).



A Figura 4.52 permite observar que mesmo sem um processo de remoção de bolhas, as condições operacionais 0/4, 5/1, 1/5 e 0/5 forneceram efluentes dentro dos padrões de descarte da legislação federal.

Com o objetivo de obter informações sobre o efeito da remoção de bolhas no desempenho do processo, os casos 1/5 e 5/1, eleitos, e os casos 1/1, 4/2 e 3/1, escolhidos aleatoriamente, foram discriminados para esta avaliação. As emulsões resultantes, estando devidamente estabilizadas e contidas em frascos de vidro, eram submetidas ao descanso de 36 horas antes das análises de concentrações. As alíquotas eram retiradas do frasco sem prévia agitação. A Figura 4.53 apresenta os resultados dos testes que avaliavam os efeitos do processo de remoção de bolhas sobre a Ec.

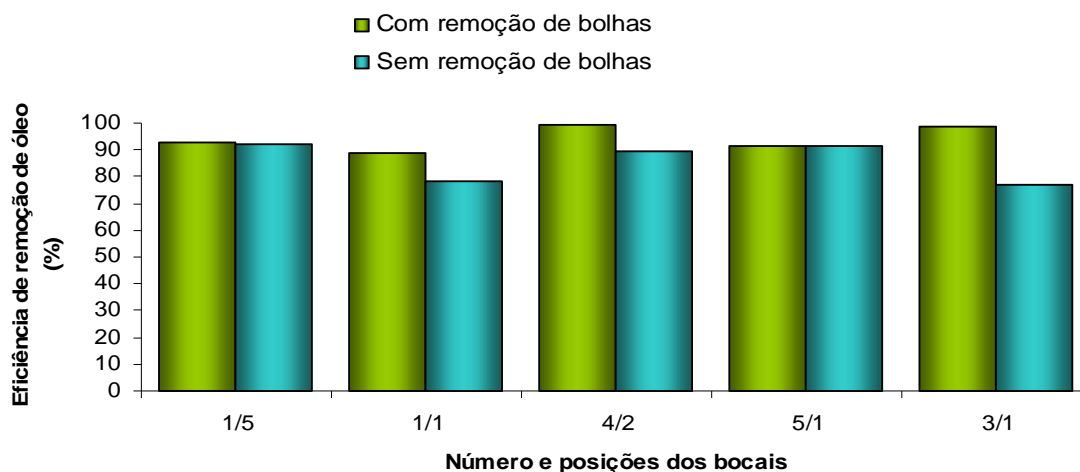


Figura 4.53 – Resultado do efeito do processo de remoção de bolhas sobre a eficiência de remoção de óleo para diferentes disposições de bocais na remoção de óleo de emulsões de concentração de 600 ppm.

A Figura 4.53 indica que a remoção de bolhas causou um aumento médio de 11% sobre a eficiência original de remoção de óleo. Os maiores efeitos foram percebidos para as condições 1/1, 4/2 e 3/1 com respectivos aumentos de 13%, 11% e 28% sobre as eficiências originais. Foram obtidas, para os casos valores de concentrações finais de 65,9 ppm (1/1); 5,6 ppm (4/2) e 6,9 ppm (3/1). Foi percebido que os menores efeitos da remoção de bolhas sobre a eficiência Ec foram obtidos para os casos em que as concentrações de óleo eram muito baixas.

Como já comentado, os casos 5/1 e 1/5, que apresentavam eficiências originais e valores de  $\varepsilon_G$  no CC similares permaneceram com o mesmo desempenho após a remoção de

bolhas, indicando que provavelmente as gotículas do óleo presentes na emulsão resultante não estavam ligadas às microbolhas.

O comportamento observado corrobora com a hipótese de que para estes casos são obtidas excelentes taxas de floculação, provavelmente devido aos altos valores obtidos para os *hold ups* nas regiões de contato e floculação. Considerando os casos 1/1 e 3/1, que também apresentavam eficiências originais semelhantes é possível perceber que a condição de maior valor para a  $J_L$  indicou um maior arraste de gotículas de óleo ligadas às microbolhas. Esta constatação pode ser feita pelo grande efeito do processo de remoção de bolhas sobre a eficiência final. Já comparando os casos 4/2 e 3/1, são observadas remoções finais equivalentes e valores similares de  $\varepsilon_G$  no CC e CF. Estas observações indicam a provável presença de flocos de maior tamanho para o primeiro caso, o que é fisicamente aceitável. Então o acréscimo de um bocal em cada flange aumentou a incidência de flocos de maior tamanho tanto na região de contato quanto na região de floculação.

As análises indicam que existe uma relação entre os parâmetros fluidodinâmicos obtidos dos experimentos da subseção 4.1.2 e as eficiências de remoção de óleo emulsificado obtidas nesta subseção.

A relação entre os parâmetros fluidodinâmicos dos experimentos em sistema água-ar e as eficiências obtidas na remoção de óleo emulsificado foi feita através da análise por múltipla regressão. Na sequência é apresentado o resultado desta análise.

As Equações 4.12 e 4.13 foram usadas para a adimensionalização das velocidades superficiais da fase líquida nas posições axiais -0,03 m ( $J_{L1}$ ) e -0,16 m ( $J_{L2}$ ), respectivamente ( $V_1$  e  $V_2$ ):

$$V_1=(J_{L1}+3,53)/3,33 \quad (4.12)$$

$$V_2=(J_{L2}+1,25)/0,75 \quad (4.13)$$

Já as Equações 4.14, 4.15 e 4.16 são as equações de codificação para as variáveis *hold up* no CF ( $H_{cf}$ ), no FC ( $H_{fc}$ ) e no CC ( $H_{cc}$ ).

$$H1=(H_{cf}-3,92)/1,50 \quad (4.14)$$

$$H2=(H_{fc}-2,10)/1,60 \quad (4.15)$$

$$H3=(H_{cc}-4,57)/0,92 \quad (4.16)$$

A Tabela 4.17 apresenta os resultados do tratamento estatístico dos dados. Por meio de uma regressão múltipla, os parâmetros relacionados com as variáveis isoladas foram determinados por meio de um teste de hipótese utilizando um nível de significância de 5%.

Após desconsiderar os experimentos que apresentaram os maiores resíduos (*outlier*) na regressão múltipla, e eliminar as variáveis com nível de significância superior a 5 %, o coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) foi de 0,93 para a eficiência de remoção de óleo da emulsão.

Tabela 4.17 – Resultado do tratamento estatístico das variáveis

	B	Erro padrão de B	p
Média	79,93	0,64	0,00
<i>Hold up</i> no CC (H3)	9,33	1,42	0,00
<i>Hold up</i> no CF (H1)	-7,06	1,08	0,00
V <sub>1</sub>	6,45	0,86	0,00
V <sub>2</sub>	-7,61	1,26	0,00

A Figura 4.54 é a representação gráfica da distribuição dos resíduos.

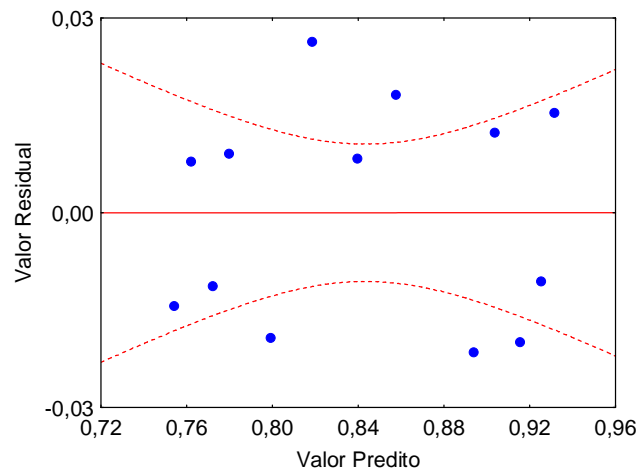


Figura 4.54 – Valor residual e valor predito da estimativa dos parâmetros do modelo de eficiência de remoção de óleo por FAD.

Através dela é possível observar que os resíduos foram aleatórios e tiveram média e mediana zero. No gráfico da Figura 4.54 as linhas pontilhadas indicam o limite de confiança de 95%.

O modelo matemático que relaciona as variáveis independentes com a eficiência de remoção de óleo é a Equação 4.17.

$$\hat{y} = 79,93 + x'b \quad (4.17)$$

sendo que:

$$b = \begin{bmatrix} -7,06 \\ 0,00 \\ 9,33 \\ 6,45 \\ -7,61 \end{bmatrix} \text{ e } x = \begin{bmatrix} H1 \\ H2 \\ H3 \\ V_1 \\ V_2 \end{bmatrix}$$

O modelo indica que em média foram obtidos 80% de remoção de óleo. O *hold up* da seção CF (H1) influencia negativamente na variável resposta, indicando que nos casos em que se formaram os maiores flocos na seção CF, foram obtidas as maiores remoções. O coeficiente linear positivo relacionado à variável H3 indica que nos casos em que foram obtidos maiores *hold ups* na seção CC, foram também obtidas as maiores remoções. Maiores *hold ups* nesta seção indicam maiores chances de arraste de bolhas, mas também indicam maiores possibilidades de formação e aglomerados bolhas-partículas de tamanho suficientemente grande para acessar o CF.

A segunda linha da matriz “*b*” indica que a variável H2, relativa ao *hold up* do FC, teve pouca significância sobre a resposta  $\hat{y}$  (eficiência de remoção de óleo da emulsão). As linhas 4 e 5 da mesma matriz indicam que o aumento no valor da velocidade  $J_L$  na posição axial -0,03 m (posição axial entre o CF e o FC) causa um efeito positivo sobre a eficiência de remoção de óleo e um efeito contrário é obtido para a posição axial -0,16 m (posição de referência para o  $J_L$  de arraste de bolhas). Sendo assim, o modelo confirma que de maneira geral, a diminuição no número de bocais no  $FL_{sup}$  e o aumento no número de bocais no  $FL_{int}$  garante maiores eficiências de remoção de óleo.

*A comparação entre os comportamentos fluidodinâmicos da fase líquida para os casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4.*

Na Tabela 4.18 estão relacionados os parâmetros hidrodinâmicos dos casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4. As médias e os desvios padrões foram obtidos a partir de 3 réplicas para cada caso. Na coluna 1 estão discriminados os números e as posições do bocais; nas colunas 2, 3, 4, 5, 6 e 7, respectivos valores dos parâmetros:  $Q_{alim}$ , ATZ, Moda, TMED, VTRUE e N. A definição e a notação dos parâmetros são os mesmos do estudo contido na subseção 4.1.3.

Tabela 4.18 – Parâmetros hidrodinâmicos obtidos para a operação da coluna de bolhas nos casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4.

Casos	$Q_{alim}$ (ml/s)	ATZ (s)	Moda (s)	TMED (s)	VTRUE (ml)	N
2/0	47,8±8,2	14±2	38±0	41±0	2,3±0,0	3,8±0,5
4/0	86,1±4,7	10±0	23±0	26±0	2,8±0,0	2,9±0,3
0/2	47,8±8,2	7±1	31±1	38±1	2,1±0,1	4,7±0,5
0/4	86,1±4,7	4±0	19±0	25±0	2,7±0,1	4,3±0,6

Pelas colunas 2 e 3 é possível perceber que enquanto a relação entre as vazões de alimentação  $(Q_{para2bocais})/(Q_{para4bocais})$  é sempre igual a 1,8, independentemente do flange de alimentação, as relações de atraso são de 1,4 para os bocais posicionados no  $FL_{sup}$  e de 1,75 para os bocais posicionados no  $FL_{int}$ . Era de se esperar que se dobrando a velocidade superficial da fase líquida, o tempo de percepção do sinal reduzisse para a metade do valor original. É possível perceber que esta relação é mais bem mantida para os bocais posicionados em 0/2 e 0/4, o que indica que para estas condições existe um menor amortecimento no sinal de perturbação. Para esses casos, provavelmente isto indica que, nos instantes iniciais (logo após a injeção do traçador), uma menor quantidade do traçador é conduzida para a região do CF.

Para 2 bocais, a troca dos mesmos do  $FL_{sup}$  para o  $FL_{int}$ , provoca uma redução no valor do atraso para 50% do valor original e para 4 bocais, é possível perceber uma redução para 40% do valor original. Era de se esperar que as reduções percentuais fossem as mesmas, caso não houvesse diferentes graus de interações entre as fases.

A análise das colunas 4 e 5 da tabela demonstra que a Moda e o TMED têm seus valores reduzidos tanto pelo aumento do número de bocais quanto na transferência dos mesmos para o  $FL_{sup}$ . Calculando-se a relação entre os valores da Moda e do TMED, é possível dispor as DTR em ordem crescente de assimetria. Para os casos em que são calculados os maiores desvios entre esses parâmetros, são encontradas as maiores assimetrias, indicado maiores dispersões axiais.

As relações entre esses dois parâmetros fluidodinâmicos estão dispostas em ordem crescente para os casos estudados. Entre parênteses estão o caso seguido do respectivo valor calculado para a relação Moda/TMED: (2/0; 1,08); (4/0; 1,13); (0/2; 1,23) e (0/4; 1,32). Os casos se encontram também em ordem crescente de dispersão axial.

É então possível observar que para os dois diferentes números de bocais, a troca dos mesmos do  $FL_{sup}$  para o  $FL_{int}$  provoca um aumento na dispersão axial. É também percebido

que o aumento no número de bocais está também associado ao aumento na dispersão axial. O fenômeno observado é também um indicativo do aumento na interação entre as fases.

As curvas de distribuição de tempo de residência para os casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4 estão apresentadas na Figura 4.55.

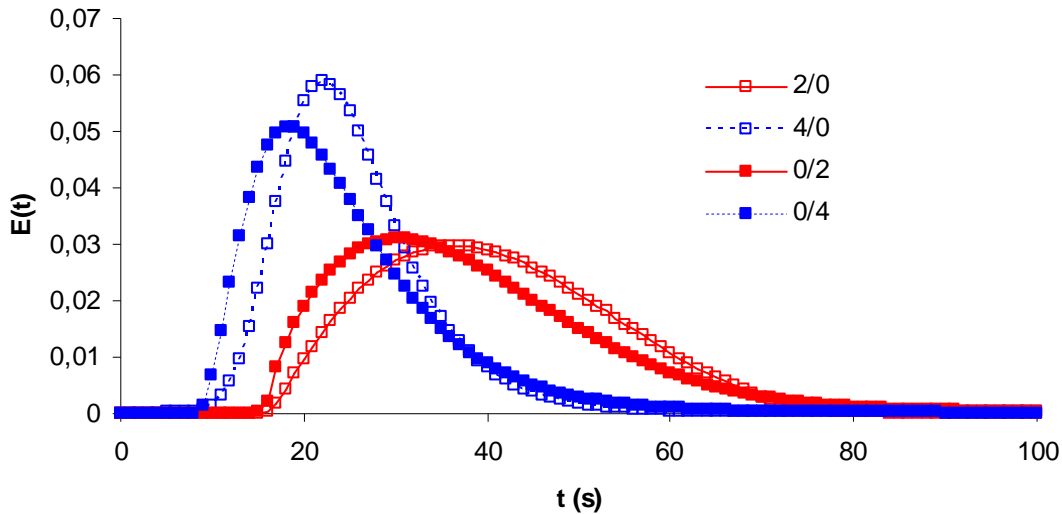


Figura 4.55 – Curvas de resposta ao estímulo causado pela injeção de traçador para os casos 2/0, 4/0, 0/2 e 0/4 nos processos de separação de óleo emulsionado por FAD.

Através dos resultados da Figura 4.55 é possível comprovar que para os casos em que os bocais são acionados no  $FL_{sup}$ , as curvas apresentam uma maior simetria, indicando uma menor dispersão axial. Percebe-se também o maior espalhamento das curvas para 2 bocais, indicando uma maior dispersão radial que os casos com 4 bocais.

O parâmetro fluidodinâmico  $V_{TRUE}$  é definitivo para a caracterização do nível de curto circuito e de recirculação interna na coluna de bolhas e a análise da coluna 5 da Tabela 4.18 indica que a diminuição no número de bocais assim como a transferência dos mesmos para o  $FL_{int}$  diminuem a recirculação interna. O fato dos valores da variável  $V_{TRUE}$  assumirem valores menores que o volume interno da coluna de bolhas indica que somente parte dela é ocupada pela fase em escoamento, parte dela é ocupada por fluido estagnado.

A análise do parâmetro  $N$  indica um aumento na dispersão total com o aumento no número de bocais para os dois flanges. Porém com maior intensidade quando o aumento se dá no  $FL_{sup}$  e que o posicionamento dos bocais no  $FL_{int}$  garante menores dispersões totais. Então, embora a disposição de bocais no flange superior produzisse maiores valores de *hold ups* nas regiões do CF e do CC, bem como produzisse condições de maiores dispersões para as bolhas de menor tamanho, a turbulência na interface CC/FC garantiu um maior arraste de óleo pelo

*underflow*. Este aumento na quantidade de óleo arrastada foi observado pelo aumento na concentração de óleo no efluente daquela condição.

#### *Perfis simulados de hold up e de velocidade superficial da fase líquida*

Lançando mão do modelo computacional apresentado no SCS, foram conduzidas 3 simulações tendo como condições de contornos a utilização de 2, 4 ou 5 bocais nas posições 0/2, 0/4 e 0/5, para o diâmetro de bolhas  $d_{[3,2]}$  de 90  $\mu\text{m}$  (referido por EDWALDS *et al.*, 1995) e para o *hold up* da corrente de entrada e as vazões de alimentação e retiradas no *underflow* e *overflow* similares aos dos respectivos testes experimentais.

Na Figura 4.56 são apresentados os perfis hidrodinâmicos simulados. Nela, os detalhes 4.56-a.1 e 4.56-a.2 são os respectivos perfis de  $J_L$  e  $\epsilon_G$  simulados para a condição 0/2. Os detalhes 4.56-b.1 e 4.56-b.2. são os respectivos de  $J_L$  e  $\epsilon_G$  relativos à simulação do caso 0/4. Já nos detalhes 4.56-c.1 e 4.56-c.2, estão os perfis de  $J_L$  e  $\epsilon_G$ , relativos ao caso 0/5.

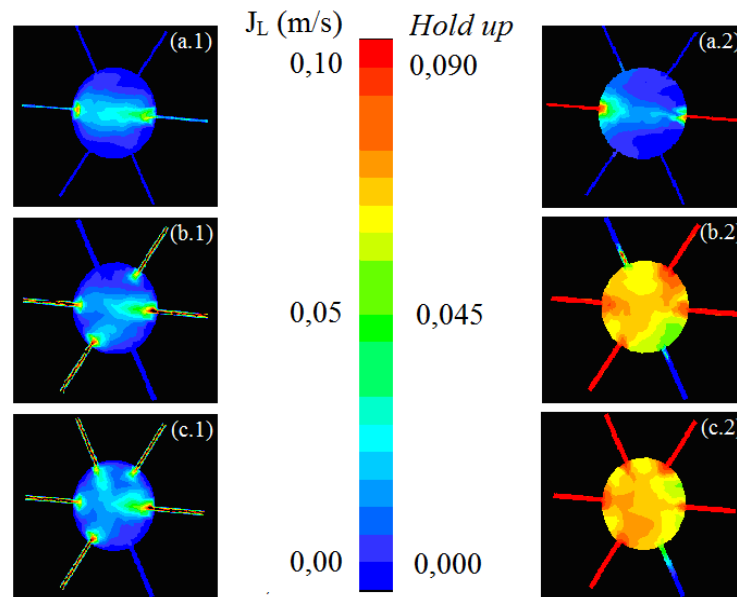


Figura 4.56 – Contornos hidrodinâmicos de velocidades superficiais da fase líquida (a) e de *hold ups* (b) simulados obtidos do plano de corte transversal na posição -0,13 m da malha no tempo simulado de 110 s para a operação com 2 bocais (a.1 e a.2), 4 bocais (b.1 e b.2) e 5 bocais (c.1 e c.2) acionados no  $FL_{int}$  e diâmetro da fase discreta de 90  $\mu\text{m}$ .

A comparação entre os perfis detalhados em (a.1), (b.1) e (c.1) permite verificar que para os casos 0/4 e 0/5 os perfis de contornos instantâneos de distribuição de velocidades são mais uniformemente distribuídos. Fazendo uma analogia com os casos experimentais, a

simulação indica que para esses casos o bombardeamento mais uniforme oferece a possibilidade de um maior contato entre as fases. Os detalhes (a.2), (b.2) e (c.2) permitem observar que para os dois últimos casos, na região de contato, os valores dos *hold ups* são muito superiores e mais uniformemente distribuídos. Deste modo, os resultados das simulações permitem compreender a razão pela qual as maiores eficiências foram obtidas para os casos 0/4 e 0/5 e o menor valor obtido para o caso 0/2.

A Figura 4.57 apresenta os perfis fluidodinâmicos de *hold up* de ar, obtidos do plano de corte longitudinal das seções CC, FC e CF da malha, para as simulações dos casos 2/0 e 0/4, 4.57-a e 4.57-b, respectivamente. Os perfis foram obtidos após 210 segundos de tempo simulado. As vazões também foram as mesmas dos casos experimentais e o diâmetro da fase dispersa foi de 90  $\mu\text{m}$ , com uma fração de volume de 8,6%.

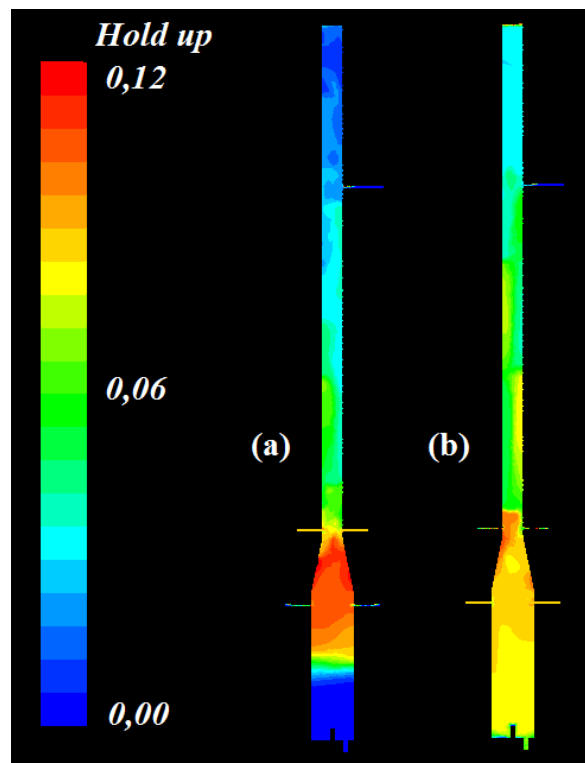


Figura 4.57 - Contornos hidrodinâmicos de *hold ups* simulados obtidos do plano de corte longitudinal das CC e FC para as simulações dos casos 2/0 (a) e 0/4 (b) com um diâmetro para a fase discreta de 90  $\mu\text{m}$ .

O detalhe (a) da Figura 4.57 apresenta a distribuição de *hold up* de ar nas seções CC, FC e CF da coluna, operando nas condições do caso 2/0. Nota-se neste detalhe um acúmulo de bolhas de ar abaixo do ponto de alimentação, indicando que mesmo com apenas 2 bocais a simulação propõe um acúmulo de bolhas pelo seu confinamento no concentrador. Observam-se os maiores valores de *hold up* próximos às paredes do FC. Já o detalhe (b), que foi obtido



da simulação do outro caso (0/4), é observado uma maior dispersão das bolhas em toda a região do concentrador e também uma maior migração de bolhas para o CF. É possível perceber também um maior arraste de bolhas pelo *underflow* para este caso.

Comparando os dois perfis, e associando aos respectivos casos experimentais, é possível afirmar que no caso 0/4 a grande população de bolhas possibilitou a formação de flocos de diâmetros suficientemente grandes, com empuxos superiores aos equivalentes aos de bolhas de 90  $\mu\text{m}$ . Este grande tamanho de flocos permitiu que migrassem rapidamente para o CF. Já para o caso 2/0, a grande turbulência na interface CC/CF fez com que uma maior quantidade de flocos tivesse tamanhos inferiores aos equivalentes ao diâmetro de bolhas de 90  $\mu\text{m}$ .

Então, embora a disposição de bocais no flange superior produzisse maiores valores de *hold ups* nas regiões do CF e do CC, bem como produzisse condições de maiores dispersões para as bolhas de menor tamanho, a grande turbulência na interface CC/FC garantiu maiores cisalhamento de flocos e arraste de óleo pelo *underflow*. Este aumento na quantidade de óleo arrastada foi observado pela maior concentração de óleo no efluente daquela condição.

O aumento no número de bocais no FL<sub>int</sub>, embora aumente o *hold up* e diminua a dispersão total de bolhas nanométricas, facilita a floculação. Este incremento na taxa é obtido pelos gradientes de velocidades e pela uniformidade da distribuição radial de turbulência na região de contato. Esta mesma disposição de bocais além de favorecer a formação de grandes flocos, torna possível a ascensão de flocos de menor tamanho, garantindo assim altas taxas de remoção de óleo. Esta possibilidade corrobora com as afirmações feitas por EDZWALD *et al.* (1995) sobre as condições hidrodinâmicas ideais para a flotação floculenta.

#### **4.3.2 - Aplicação de colunas de bolhas na separação de misturas oleosas por inversão e fases**

Nesta etapa são apresentados os resultados do estudo de aplicação da coluna de bolhas na separação de misturas oleosa de alta concentração através do método de inversão de fases. Segundo FERNANDES *et al.* (2006), o método é baseado no acoplamento de um misturador-decantador vertical operado pela insuflação de ar em sua base. Naquele método utilizou-se um fluido extrator. Já no presente trabalho buscou-se utilizar o próprio óleo como líquido extrator.

Com o intuito de estudar a recuperação de óleos presentes em emulsões nas concentrações de 10000 a 50000 PPM, foi elaborado o procedimento operacional específico para a coluna utilizada neste trabalho (para a geometria estudada).

Neste procedimento, a camada superficial de espuma gerada pela precipitação inicial das bolhas de ar era utilizada como suporte para a camada oleosa formada quando se adicionava a emulsão à mistura saturada presente no interior da coluna de bolhas. Buscava-se com isto maximizar a relação massa de ar injetada/massa de suspensão presente na região de contato bolha-gota, aumentar a efetividade de formação de aglomerados, minimizando a espessura da camada que separa bolha de gota. Considerando que segundo a literatura consultada as moléculas do polímero floculante se encontram em grande quantidade na superfície das bolhas, buscava-se a adsorção direta das gotículas de óleo nessas macromoléculas, facilitando e acelerando os processos de adesão e relativa estabilização dos aglomerados formados.

Após o início do processo de desestabilização, a própria camada oleosa formada era utilizada para a adsorção do óleo da emulsão adicionada. O procedimento foi elaborado tomando como base a prerrogativa de que esta camada era formada graças ao fenômeno de desestabilização de emulsões pelo mecanismo de pontes, relatado por BRATBY (1980) e CHEN *et al.* (2009).

#### *Resultados das análises das emulsões preparadas e da mistura proveniente dos saturadores*

Amostras de cinco emulsões escolhidas aleatoriamente foram coletadas para os testes de estabilidade e a Tabela 4.19 apresenta os resultados obtidos das medidas de diâmetros de gotículas de óleo das amostras das emulsões utilizadas nesses procedimentos experimentais. Os diâmetros médios de Sauter ( $d_{[3,2]}$ ) obtidos das análises das emulsões estão apresentados na coluna 2 e na coluna 3 estão os maiores valores de diâmetro ( $D_{100\%}$ ) encontrados na respectiva amostra. Nas linhas 7 e 8 estão as respectivas médias aritméticas e desvios padrões calculados para os diâmetros médios de Sauter e para os maiores valores de diâmetros, das cinco amostras escolhidas aleatoriamente.

Os resultados obtidos estiveram sempre dentro dos valores típicos encontrados para emulsões estáveis (MOOSAI e DAWE, 2003; HUNTER, 2008).

Cem mililitros de cada uma das emulsões amostradas permaneceram em repouso por 12 horas, e em nenhum caso foi possível medir de forma precisa a quantidade de óleo sobrenadante. Os pequenos volumes de sobrenadante comprovaram que as emulsões eram suficientemente estáveis durante os tempos necessários para os experimentos (ADAMSON, 1976).

Tabela 4.19 – Resultados da análise da distribuição de diâmetros de gotículas de óleo das emulsões.

Réplicas	$d_{[3,2]}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{100\%}$ ( $\mu\text{m}$ )
1	0,15	56,23
2	0,75	48,27
3	0,65	41,43
4	0,99	56,23
5	0,52	48,27
média	0,61	50,08
desvio padrão	0,31	6,26

A caracterização da distribuição de diâmetros de bolhas da mistura saturada foi feita por análise de imagem com o auxílio de microscopia pelo método *off-line* apresentado no Apêndice II.

A Figura 4.58 é a representação, por meio de um histograma, da distribuição de diâmetros de bolhas de ar produzidas pelo método de compressão e descompressão (sistema FAD).

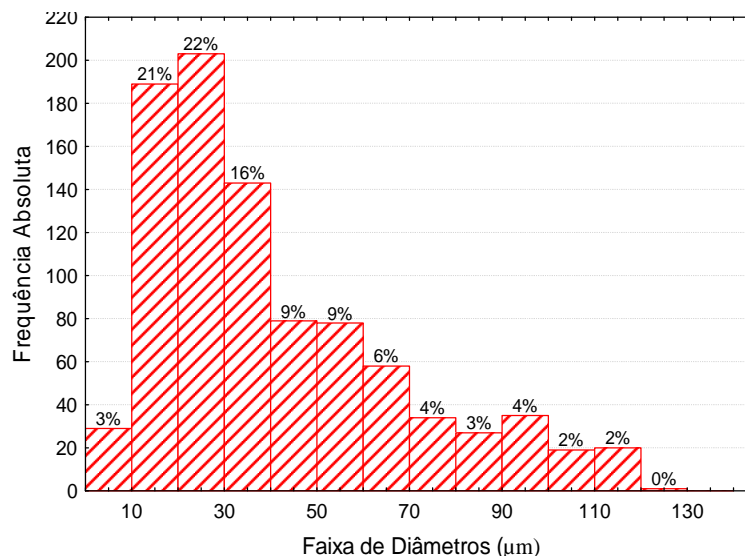


Figura 4.58 - Histograma da distribuição de diâmetros de bolhas obtido da análise por microscopia do efluente dos saturadores.

No eixo das abscissas se encontram as faixas de diâmetros encontradas. No eixo das ordenadas estão as frequências absolutas obtidas para suas respectivas faixas de diâmetros. Por sobre as barras estão as frequências relativas de suas respectivas faixas de diâmetros de bolhas.

Nota-se pela figura que mais de 59% das bolhas tiveram seus diâmetros abaixo de 40  $\mu\text{m}$  e que 3% das bolhas encontradas possuíam diâmetros inferiores a 10  $\mu\text{m}$ .

O diâmetro médio de Sauter das bolhas ( $d_{[3,2]}$ ) foi de 74  $\mu\text{m}$ . A média aritmética dos diâmetros das bolhas foi de 40,2  $\mu\text{m}$ . O  $\varepsilon_G$  médio da mistura proveniente dos saturadores, medido pelo método de coleta das fases foi de  $8,6 \pm 0,1\%$ . Os valores de pH e temperatura medidos durante os experimentos foram de  $6,59 \pm 0,53$  e  $21,6 \pm 0,1$  °C respectivamente.

#### *Os testes preliminares*

Nos testes preliminares os efeitos das variáveis: posição axial da alimentação da mistura oleosa (P axi [m]); vazão de alimentação de emulsão (Q alim [ml/min]), volume de emulsão (V emul [L]), volume de óleo na emulsão (V ol [ml]) e vazão de recirculação (Q rec [ml/min]) foram avaliados e as variáveis e os níveis estudados nos testes preliminares estão apresentados na Tabela 4.20.

Tabela 4.20 – O planejamento fatorial a 5 níveis correspondente aos testes preliminares

Teste	X1	X2	X3	X4	X5	P axi (x1)	V emul (x2)	V ol (x3)	Q alim (x4)	Q rec (x5)	teor	Ec
1	-1	-1	-1	-1	1	0,4	1,0	10,0	300,0	700,0	1,00	0,34
2	1	-1	-1	-1	-1	0,7	1,0	10,0	300,0	100,0	0,60	0,02
3	-1	1	-1	-1	-1	0,4	2,0	10,0	300,0	100,0	0,82	0,05
4	1	1	-1	-1	1	0,7	2,0	10,0	300,0	700,0	0,93	0,44
5	-1	-1	1	-1	-1	0,4	1,0	50,0	300,0	100,0	1,00	0,26
6	1	-1	1	-1	1	0,7	1,0	50,0	300,0	700,0	0,97	0,17
7	-1	1	1	-1	1	0,4	2,0	50,0	300,0	700,0	0,92	0,11
8	1	1	1	-1	-1	0,7	2,0	50,0	300,0	100,0	0,94	0,07
9	-1	-1	-1	1	-1	0,4	1,0	10,0	700,0	100,0	0,92	0,56
10	1	-1	-1	1	1	0,7	1,0	10,0	700,0	700,0	0,95	0,39
11	-1	1	-1	1	1	0,4	2,0	10,0	700,0	700,0	0,79	0,04
12	1	1	-1	1	-1	0,7	2,0	10,0	700,0	100,0	0,85	0,38
13	-1	-1	1	1	1	0,4	1,0	50,0	700,0	700,0	1,00	0,19
14	1	-1	1	1	-1	0,7	1,0	50,0	700,0	100,0	0,94	0,28
15	-1	1	1	1	-1	0,4	2,0	50,0	700,0	100,0	0,99	0,73
16	1	1	1	1	1	0,7	2,0	50,0	700,0	700,0	0,97	0,03

Como observado na coluna 7 da mesma tabela, os valores de (P axi) correspondentes aos níveis (-1) e (+1) avaliados pelo planejamento foram 0,4 m e 0,7 m e a entrada da recirculação foi estabelecida em 0,23 m, correspondentes aos detalhes 3.4 (4), 3.4 (5) e 3.4 (6) apresentada em materiais e métodos.

Na Tabela 4.20 também se encontram, nas colunas 12 e 13, as respectivas respostas para as variáveis: teor de óleo (teor) e eficiência de recuperação (Ec). Pela coluna 12 da tabela é possível observar que os valores de teores de óleo maiores que 99% foram obtidos para a

posição axial em seu menor nível. Na coluna 13, as recuperações de óleo superiores a 50% foram obtidos também para a posição axial em seu menor nível.

O resultado da estimativa dos efeitos relacionados à variável posição de alimentação com um índice  $p < 10\%$  e  $r^2$  de 0,99 é apresentado na Tabela 4.21.

Tabela 4.21 – Resultados dos testes de hipóteses para as variáveis respostas “Ec” e “teor”

	VARIÁVEL RESPOSTA			
	Ec		Teor de óleo	
	Efeito	p	Efeito	p
média	0,25	0,00	0,91	0,00
P axi (x1)	-0,06	0,04	-0,04	0,00
V emul (x2)	-0,05	0,06	-----	-----
V ol (x3)	-0,05	0,06	0,11	0,05
Q alim (x4)	0,14	0,01	0,03	0,00
Q rec (x5)	-----	-----	0,06	0,09
x1*x2	-0,08	0,02	0,08	0,01
x1*x3	0,06	0,04	-----	-----
x1*x4	-0,12	0,01	0,04	0,00
x1*x5	-0,05	0,06	0,06	0,04
x2*x3	0,15	0,01	-----	-----
x2*x4	0,05	0,05	-0,03	0,01
x2*x5	-----	-----	-0,06	0,09
x3*x4	-0,07	0,03	-----	-----
x3*x5	-0,13	0,01	-0,06	0,01
x4*x5	-0,24	0,00	-0,06	0,01

O sinal negativo do efeito do termo linear desta variável, em ambas as variáveis respostas, caracteriza que a posição axial em seu menor nível ( $x_1 = -1$ ) propicia uma maior eficiência de remoção de óleo e também propicia a formação de uma emulsão de água em óleo com maior teor, provavelmente devido à menor turbulência na interface de contato entre a emulsão alimentada e a que estava no interior da coluna. É possível também verificar que a variável de controle vazão de recirculação ( $Q_{rec} = x_5$ ) somente tem efeito sobre a recuperação quando na interação com a variável posição axial ( $P_{axi} = x_1$ ).

Então com base nestas observações foi escolhida a posição axial correspondente ao nível (-1), i.e., 0,4 m, para a aplicação do planejamento composto central (PCC).

#### *O planejamento composto central*

As condições operacionais para as variáveis independentes estudadas, vazão de alimentação da emulsão ( $Q_{alim}$ ), vazão de reciclo ( $Q_{rec}$ ), volume de óleo ( $V_{ol}$ ) e volume de

emulsão (V emul) bem como os resultados das respostas calculadas, são apresentados na Tabela 4.22.

Tabela 4.22 – O Planejamento Composto Central e os resultados obtidos para a eficiência de recuperação de óleo.

V emul (L)	V ol (mL)	Q alim (mL/min)	Q rec (mL/min)	Ec (%)
1	10	300	200	17,0
1	10	300	700	10,4
1	10	700	200	20,0
1	10	700	700	10,8
1	50	300	200	0,5
1	50	300	700	0,5
1	50	700	200	13,9
1	50	700	700	15,9
2	10	300	200	40,0
2	10	300	700	27,9
2	10	700	200	17,1
2	10	700	700	24,3
2	50	300	200	54,0
2	50	300	700	57,1
2	50	700	200	74,0
2	50	700	700	80,0
0,76	30	500	450	10,0
2,24	30	500	450	60,0
1,5	0,35	500	450	10,0
1,5	59,65	500	450	27,0
1,5	30	203,5	450	20,4
1,5	30	796,5	450	22,0
1,5	30	500	79,4	24,2
1,5	30	500	820,7	23,3
1,5	30	500	450	28,9
1,5	30	500	450	28,9

Para a aplicação do PCC, a variável resposta escolhida foi,  $Y=(Ec)$  eficiência de coleção. A confiabilidade do uso da medida do óleo coletado no *overflow* para o cálculo da eficiência de recuperação do óleo foi testada em sucessivos balanços de massa e os erros médios obtidos foram sempre inferiores a 2%.

Foi realizada a análise de variância para a quantificação dos fatores significativos do sistema e do grau de interação entre eles. O teste de hipótese para a variável resposta foi feito com uma probabilidade máxima de erro do teste (p) de 5% e o parâmetro “p” foi utilizado para a determinação do nível de significância de cada fator ( $X_1$ -Volume da emulsão,  $X_2$ -Volume de óleo,  $X_3$ -Vazão de alimentação da emulsão,  $X_4$ -Vazão de reciclo na coluna de bolhas) e da interação entre eles.

As adimensionalizações das variáveis independentes foram efetuadas a partir das seguintes equações:

$$X_1 = (V_{emul} - 1,5)/0,5 \quad (4.18)$$

$$X_2 = (V_{ol} - 30)/20 \quad (4.19)$$

$$X_3 = (Q_{alim} - 500)/200 \quad (4.20)$$

$$X_4 = (Q_{rec} - 450)/250 \quad (4.21)$$

Os testes de hipóteses (veja Tabela 4.23) para a análise dos fatores que interferem na resposta Y (Eficiência) sugerem que somente a variável  $X_4$  (vazão de recirculação) não apresenta efeito significativo, nem em seu termo isolado, nem no quadrático nem nas interações com as outras variáveis (tal observação corrobora com os resultados dos testes preliminares). A variável  $X_1$  (volume de emulsão) apresenta efeito significativo tanto em seu termo isolado, no quadrático e na interação com a variável  $X_2$  (volume de óleo). Já a variável  $X_3$  (vazão de alimentação da emulsão) apresenta efeito significativo em seu termo isolado e em sua interação com a variável  $X_2$ . A estimativa dos parâmetros relacionados à resposta Y ( $E_c$ ) é apresentada na Tabela 4.23.

Tabela 4.23 – Resultado da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta Y ( $E_c$ ), em função das variáveis significativas.

	B	Erro Padrão de B	P
Média	0,23	0,02	0,00
$X_1$ (V emul)	0,18	0,02	0,00
$X_1^2$	0,06	0,03	0,00
$X_2$ (V ol)	0,08	0,02	0,00
$X_3$ (Q alim)	0,02	0,02	0,04
$X_1 * X_2$	0,11	0,03	0,00
$X_2 * X_3$	0,06	0,03	0,00

É possível observar que dentro do intervalo avaliado, o aumento no valor de todas as variáveis favorece ao crescimento no valor da eficiência de remoção de óleo e que o termo que apresenta maior significância é o linear para a variável  $X_1$  (volume de emulsão). Na matriz B, o termo de interação mais significativo é o que relaciona a variável  $X_1$  (volume de emulsão) com a variável  $X_2$  (volume de óleo), sendo assim constata-se no nível de significância desta interação que uma variável importante a ser relacionada é a concentração da emulsão.

A expressão que representa a relação da resposta Y (Eficiência de Coleta) com as variáveis  $X_1$  (V emul) e  $X_2$  (V ol) e  $X_3$  (Q alim) é dada pela Equação (4.22). O coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) obtido foi de 0,95.

$$\hat{y} = 0,23 + bx' + x' Bx \quad (4.22)$$

Sendo que:

$$X = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{bmatrix} \quad b = \begin{bmatrix} 0,18 \\ 0,08 \\ 0,02 \\ 0 \end{bmatrix} \quad B = \begin{bmatrix} 0,06 & 0,055 & 0 & 0 \\ 0,055 & 0 & 0,03 & 0 \\ 0 & 0,03 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

A Figura 4.59 apresenta a relação entre os valores experimentais e os valores preditos pelo modelo ajustado. Na mesma figura pode-se observar o intervalo de confiança e também a aleatoriedade dos resíduos (MONTGOMERY, 1991; MYERS, 1976).

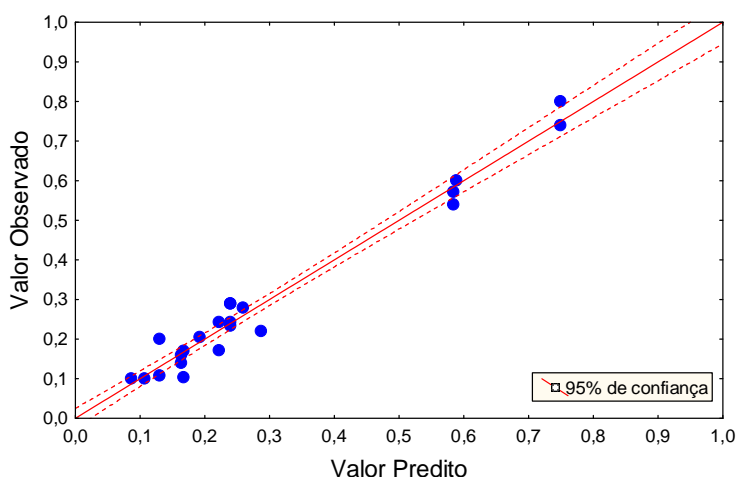


Figura 4.59 – Valores preditos e observados na aplicação do PCC para a remoção de óleo por inversão de fases.

Uma nova rodada de ensaios experimentais foi realizada com o intuito de se verificar a consistência do modelo matemático proposto pelo PCC. Foram escolhidos cinco pontos aleatórios dentro das regiões estabelecidas para as variáveis de controle. Cada ponto foi obtido em cinco (05) réplicas, para as variáveis  $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$ . A variável  $X_4$  foi mantida constante (já que ela não foi significativa) e o valor estabelecido correspondeu ao maior valor no intervalo avaliado pelo PCC (MYERS-1976).

A Tabela 4.24 apresenta na terceira, quarta e quinta linhas as coordenadas ou os valores das variáveis de controle codificadas  $X_1$ ,  $X_2$  e  $X_3$ . A linha 6 apresenta as médias da variável resposta  $Y$  (Eficiência de Coleta), obtidas das réplicas experimentais para os respectivos pontos. Na linha 7 se encontram os intervalos de confiança experimental para a



variável resposta. Na linha 8 estão os valores da variável resposta Y obtidos pela Equação 4.15, para as respectivas condições estudadas na rodada de verificação.

Tabela 4.24 – Resultados da rodada de experimentos, correspondente à verificação da Equação 4.15.

Rodada de verificação					
Ponto	1	2	3	4	5
X <sub>1</sub>	-1,3	0,5	-0,4	-0,6	1,3
X <sub>2</sub>	1	-0,3	0,3	0	1,3
X <sub>3</sub>	-1,3	1	0	-0,5	1,3
Média Y exp.	<b>0</b>	<b>0,27</b>	<b>0,19</b>	<b>0,17</b>	<b>0,91</b>
IC 95% Y exp	<b>0,00; 0,01</b>	<b>0,24; 0,30</b>	<b>0,15; 0,23</b>	<b>0,12; 0,21</b>	<b>0,87; 0,94</b>
Y Eq (4.15)	<b>0</b>	<b>0,3</b>	<b>0,18</b>	<b>0,13</b>	<b>0,98</b>

Pela Tabela 4.24, observa-se que com exceção do ponto 5 os valores de Y obtidos a partir da Equação 4.15 estão dentro do intervalo de confiança de 95% dos dados experimentais de verificação dessa equação. Com relação ao ponto 5 mesmo fora do limite de confiança, o valor obtido pela equação está coerente com o seu respectivo limite de confiança obtido experimentalmente, quando considerado o coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) obtido pelo ajuste. O modelo prevê, com limite de confiança de 95%, valores entre 0,96 e 0,82 quando os valores de eficiências experimentais obtidas são de 91%.

A fundamentação física da influência das variáveis sobre os resultados do PCC será feita com base no desenrolar da primeira etapa de cada experimento. O motivo desta abordagem se encontra ao final do estudo da cinética de recuperação em função das concentrações de bolhas e de óleo e do tempo de carregamento.

A importância de cada uma das variáveis avaliadas sobre a eficiência de recuperação de óleo por inversão de fases pode ser observada na coluna 2 da Tabela 4.23.

Durante a primeira etapa de cada teste, etapa esta em que é formado o filme de óleo na superfície, as áreas das seções transversais se modificam de acordo com o nível do conteúdo da coluna. Para a posição axial inferior a -0,12 m o diâmetro da seção transversal é de 0,085 m e para as posições axiais superiores a -0,03 m o diâmetro é de 0,04 cm. No intervalo entre essas posições ela varia em função do ângulo de inclinação das paredes do tronco de cone correspondente ao FC.

Considerando a variação das áreas das seções transversais na posição axial superior do conteúdo da coluna, é possível inferir que para os maiores volumes de emulsão as espessuras

dos filmes oleosos responsáveis pela adsorção são maiores, garantindo assim as maiores eficiências no processo.

A segunda variável no ranking de maior importância é a  $X_2$ . Seus termos sempre positivos indicam que quanto maior o volume de óleo no sistema, maior a eficiência de coleta de óleo. Esta variável apresenta grande importância no seu termo isolado, porém maior ainda em seu termo de interação com a variável  $X_1$ . Seu termo de interação com a variável  $X_3$  indica que quanto mais rapidamente o óleo é adicionado ao sistema, maior a eficiência de coleta do mesmo. Assim como para a variável  $X_3$ , esta observação pode ser explicada pela importância das características das bolhas de ar disponíveis no sistema. Quanto mais rapidamente o óleo é adicionado ao sistema, maiores as quantidades de bolhas de ar na interface superior da coluna e dispersas no líquido abaixo (disponíveis para a flotação). A importância do volume de ar nesta etapa do processo corrobora com as observações apresentadas por VALADE *et al.* (1999) e LEPPINEN e DALZIEL (2004).

A importância do termo isolado para a variável  $X_3$  indica que para todos os casos o limitante para o processo de separação é o tempo. Tanto para a flotação quanto para a adsorção. É possível inferir que dentro da faixa de diâmetros de bolhas utilizadas a coexistência de bolhas de menores diâmetros com bolhas de diâmetros próximos a 100  $\mu\text{m}$ , observadas no primeiro minuto de separação, garantem maiores eficiências no processo (MISHCHUK *et al.* 2006; SCHUBERT, 2005).

Um modelo representativo da variação da distribuição de diâmetros de bolhas no interior da coluna durante as primeiras etapas dos testes pode ser obtido a partir da modelagem computacional simplificada do fenômeno de ascensão das bolhas na malha correspondente ao SCS. A Figura 4.60 apresenta os resultados da simulação do escoamento de bolhas de ar em água em sistema batelada para 2, 10, 30, 60, 90, 120, 180 e 250 segundos de tempo simulado. As bolhas de ar foram representadas por cinco fases discretas de diâmetros 10, 30, 50, 70, 110, com as frequências relativas correspondentes à distribuição de diâmetros descrita no histograma da Figura 4.58.

O *hold up* de ar da condição inicial foi de 0,086, para a coluna preenchida com 1 litro de saturado. Na abscissa estão as posições axiais da coluna de bolhas e na ordenada os respectivos *hold ups* correspondentes à soma das frações de volume das três fases de maior diâmetro. Pelo gráfico é possível perceber que o *hold up* de ar na superfície atinge o seu apogeu no tempo de 30 s. Durante o primeiro minuto, na posição axial -0,3 m, a concentração de bolhas permanece constante e decai rapidamente no intervalo de 60 a 250 segundos.

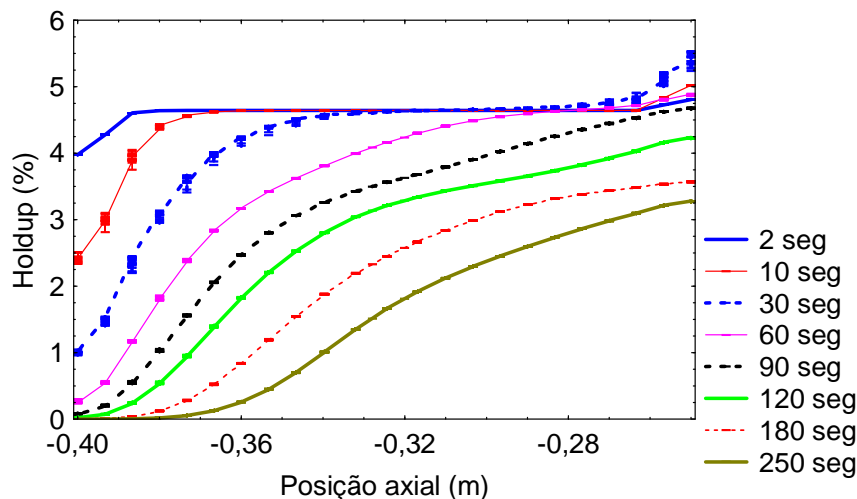


Figura 4.60 – Variação da soma dos *hold up* de ar simulado para os diâmetros de 110, 70 e 50  $\mu\text{m}$  em função da posição axial da coluna de bolhas para diferentes tempos simulados.

Grande parte das bolhas nesta faixa de diâmetros é perdida até o tempo de 90 segundos. As observações indicam que provavelmente as bolhas de maior tamanho, assim com os seus aglomerados sejam os encarregados de manterem a suspensão dos flocos na superfície, corroborando com o observado por HUNTER et al. (2007).

Conforme BRATBY (1980) explica, quanto mais rapidamente as gotículas de óleo entram em contato com o polímero disperso, maior a eficiência de captura de novas gotas para a floculação. Após inicialmente adsorvido, outras extremidades polarizadas da cadeia começam a se adsorver na partícula. A configuração resultante da interação entre partícula e as diversas moléculas do polímero é formada de um núcleo (a partícula), as cabeças dos polímeros adsorvidas na superfície da partícula e o restante das cadeias dos polímeros estendidas em direção à solução sob a forma de laços e caudas.

Com o passar do tempo, os demais pontos eletricamente propensos a ligações, presentes, continuam a se adsorver, comprimindo a cadeia do polímero na superfície da partícula. No começo deste processo, onde os laços apresentam a maior extensão, o mecanismo de pontes é mais efetivo.

Após a adsorção das cadeias de polímeros na superfície das partículas, os laços estendidos formam pontes entre as partículas adjacentes. Aparentemente quando isto ocorre na superfície, a separação é mais eficiente, acelerando ainda mais a desestabilização da emulsão para formação do filme oleoso.

Quanto mais rapidamente o óleo é adicionado ao sistema, maior o número de pontes poliméricas formadas entre as gotículas e maior a resistência dos flocos formados.

#### *O reagrupamento das variáveis*

A análise das variáveis significativas para o sistema indicou que os parâmetros mais importantes para a operação do sistema em batelada foram:

- (V ol) *volume total de óleo no sistema* representado pela variável  $X_2$ ;
- ( $C_{alim}$ ) *concentração da emulsão* representada pela interação  $X_1 * X_2$ ;
- (QOL) *velocidade em que o óleo entra no sistema*, representada pela interação  $X_2 * X_3$ ;
- (TC) *tempo de carregamento* representando a variável  $X_3$ .
- (REL) *relação volume de emulsão/volume de líquido saturado* representado pela variável  $X_1$ ;

Algumas das propriedades do sistema estão relacionadas diretamente à variável (REL). Dentre essas propriedades:

- 1-a variação da turbulência na zona de contato (devido à mudança na altura de queda da emulsão durante o enchimento);
- 2-a quantidade de ar utilizada durante o processo;
- 3-a variação da taxa superficial de bolhas ao final da primeira etapa do experimento.

*(No apêndice VIII é apresentado o desenvolvimento de um modelo cinético empírico que relaciona a taxa de recuperação com as variáveis: concentração de óleo no interior da coluna, tempo de carregamento e a quantidade total de ar utilizada na separação.)*

Para o estudo das relações dessas novas variáveis com a eficiência de recuperação de óleo, as adimensionalizações das variáveis independentes foram efetuadas a partir das seguintes equações:

$$ce = (C_{alim} - 25,2)/18 \quad (4.23)$$

$$vo = (V_{ol} - 30)/20 \quad (4.24)$$

$$qol = (QOL - 17,6)/12,4 \quad (4.25)$$

$$rel = (REL - 1,1)/0,6 \quad (4.26)$$

$$tc = (TC - 24,4)/2,12 \quad (4.27)$$

E na Tabela 4.25 são apresentados os resultados da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta Y (Ec), em função das novas variáveis significativas (vo, rel e tc).

Tabela 4.25 – Resultados da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta Y (Ec), em função das variáveis significativas para a operação em regime batelada com  $r^2=0,98$ .

	B	Erro Padrão	p
Média	0,35	0,01	0,00
vo	0,11	0,01	0,00
rel	0,20	0,01	0,00
vo*rel	0,20	0,02	0,00
vo*tc	-0,10	0,02	0,00

A manipulação das variáveis originais possibilitou o aumento do coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) de 0,95 para 0,98 e foi observada a maior aleatoriedade dos resíduos justificando assim, este tratamento matemático. Os parâmetros encontrados nesta tabela foram obtidos através de um novo teste de hipótese para a variável resposta para um grau de confiabilidade de 95% e o parâmetro p foi utilizado para a determinação do nível de significância dos fatores e de suas interações.

Como resultado desta última análise estatística é possível verificar pela Tabela 4.25 que os termos que apresentaram maior significância foram os que representam: a relação entre volume de emulsão e volume de mistura saturada (rel); o volume de óleo (vo), a interação entre eles (vo\*rel) e a interação entre o volume de óleo e o tempo de carregamento, corroborando com as hipóteses adotadas por grande parte dos pesquisadores da literatura consultada, em se tratando de sistemas em batelada. A análise dimensional das variáveis significativas deste último tratamento estatístico fornece conclusões que corroboram com as propostas de mudança de variáveis indicadas pela análise do PCC.

A Equação 4.28 é a expressão matemática, apresentada da forma matricial, que representa a relação da resposta Y (Eficiência de recuperação) com as variáveis significativas codificadas (rel), (vo), (tc). O modelo matemático foi obtido com um coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) de 0,98.

A presença do termo que representa o volume de óleo (vo) isolado indica a importância da concentração de óleo no interior da coluna. Quanto maior a quantidade de óleo no interior da coluna, maior a eficiência de recuperação/coleta.

$$\hat{y} = 0,35 + bx' + x' Bx \quad (4.28)$$

sendo que:

$$X = \begin{bmatrix} vo \\ rel \\ tc \end{bmatrix} \quad b = \begin{bmatrix} 0,11 \\ 0,20 \\ 0 \end{bmatrix} \quad B = \begin{bmatrix} 0 & 0,10 & 0 \\ 0,10 & 0 & -0,05 \\ 0 & -0,05 & 0 \end{bmatrix}$$

A relação entre volume de emulsão e volume de mistura saturada (*rel*), com coeficiente positivo, indica que para uma mesma quantidade de saturado, quanto maior o volume da emulsão, maior a eficiência de recuperação de óleo. Esta variável apresenta termo isolado mais significativo entre elas. Considerando a primeira etapa do procedimento experimental, quando o volume de saturado é o mesmo para todos os casos, esta variável pode indicar que a posição axial do contato entre a emulsão alimentada e a mistura presente no interior da coluna seja um fator determinante para a eficiência de coleta. Considerando que, quanto maior o volume de emulsão, menor a concentração de bolhas no interior do equipamento, é de se considerar que provavelmente este comportamento seja indicativo da importância da geometria do equipamento para a condução da primeira etapa de cada teste.

O termo de interação “*vo\*rel*”, com coeficiente positivo indica que, para um mesmo volume de óleo, o aumento do volume da emulsão (diminuição da concentração alimentada) causa um aumento na eficiência de remoção de óleo. Para um mesmo volume de óleo, o aumento da relação entre volume de emulsão e volume de mistura saturada (*rel*) causa uma diminuição na concentração de bolhas sem modificar a concentração de óleo no interior do sistema. Para BRATBY (1980), no mecanismo de pontes a energia cinética inicial é de menor importância.

Quando considerada somente a primeira etapa do experimento, este termo também indica que, para a mesma quantidade de óleo, a posição axial de contato é importante.

Já o termo de interação “*vo\*tc*”, que possui coeficiente negativo, indica que quanto menor o tempo de carregamento, maior a eficiência de coleta. Quanto maior a taxa de entrada de óleo no sistema, maior a eficiência de coleta. Esta observação vai de encontro ao mecanismo proposto por BRATBY (1980), quando ele afirma que no primeiro contato das partículas de óleo com as moléculas do polímero, os laços de extensão são maiores, e isto faz com que o mecanismo de pontes seja mais efetivo. Em sequência ocorre a compressão do polímero na interface gota-água, diminuindo a possibilidades de formação dos flocos.

O modelo da taxa obtida pelo desenvolvimento empírico demonstrado no Apêndice VIII é a Equação 4.29.

$$ro = \left( \frac{0,00014 * Tc - 0,003}{Cb} + 0,050 + 0,008 * Tc \right) * Ci + \dots + \left( \frac{0,888 - 0,40 * Tc}{Cb} - 12,288 - 0,499 * Tc \right) * Ci^2 \quad (4.29)$$

A Figura 4.61 são duas representações gráficas do modelo matemático que relaciona a taxa de recuperação de óleo (ro) com as variáveis Tc, Cb e Ci. No detalhe 4.51-a está a relação entre Ci, Cb e ro, com o valor de Tc=1,9 min. Já o detalhe em 4.51-b apresenta a relação entre as variáveis Tc e Ci com ro com Cb em 0,03 L de óleo/L.

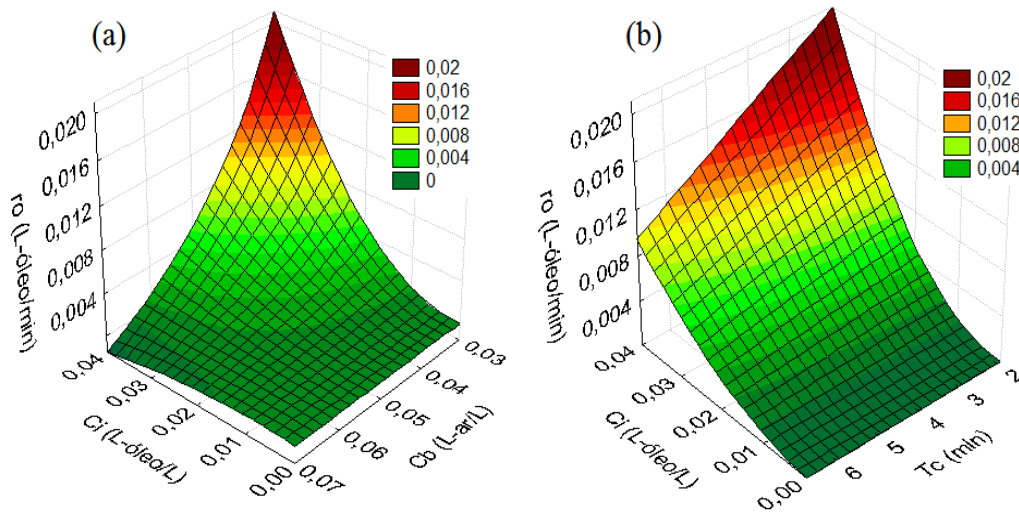


Figura 4.61 – A relações entre a taxa de recuperação de óleo “ro” e as variáveis: concentração total de óleo dentro da coluna (Ci) e relação entre a quantidade total de ar saturado utilizado e o volume total da coluna de bolhas (Cb), com o tempo de carregamento Tc=1,9 min (a) e Ci e Tc com Cb=0,03 L-óleo/L (b).

Percebe-se na Figura 4.61-a que com um Tc de 1,9 min, as concentrações de óleo inferiores a 10 ml de óleo/L e *hold ups* de ar acima de 6% não permitem significativas separações dentro do intervalo de valores das demais variáveis estudadas.

Altas taxas são obtidas para o *hold up* inferior a 4% e concentrações de óleo total, no interior do separador, acima de 30 ml de óleo/L.

Na Figura 4.61-b percebe-se que para a quantidade total de ar utilizada no valor de 3% e concentrações Ci acima de 10 ml de óleo/L, a taxa “ro” cresce linearmente com a diminuição do tempo de carregamento.

O tempo de carregamento está diretamente ligado à disponibilidade de bolhas e a variável  $C_b$  é determinada pelo volume da emulsão alimentada na condução da primeira etapa de cada experimento. Para maiores volumes de emulsão, as seções de menores diâmetros da coluna são alcançadas pela camada de espuma. Em consequência, a interação entre essas duas propriedades do sistema determina a taxa superficial de bolhas desta etapa. Considerando isto, a geometria da coluna tem papel preponderante nas taxas e nas eficiências obtidas para a separação por inversão de fases.

Em concordância com a análise da influência da variável vazão de alimentação, quanto mais rapidamente a mistura é inserida no equipamento (menor  $T_c$ ), maiores são os valores obtidos para a eficiência de recuperação de óleo. Este aumento no valor da eficiência refletiu diretamente no valor da taxa. Estas observações, como anteriormente relatado, corroboram com o mecanismo de inversão de fases proposto por BRATBY (1980) e HUNTER *et al.*, (2007).

Embora com o uso de agentes químicos e mecanismos de desestabilização diferentes dos utilizados por MALYSA, (2005); SARROT, (2005), MEYSSAMI (2005) os resultados deste trabalho confirmam a relação entre concentração e taxa de recuperação de óleo daqueles trabalhos.

Quando comparados aos resultados obtidos por VAN HAM *et al.* (1983); XIOFAN (1997); SANTANDER (1998); RODRIGUES (1999); FINBORUD *et al.* (1999) que focaram seus estudos no uso de polímeros floculantes, os comportamentos das taxas são similares porém sensivelmente superiores.

Nos dois processos de separação, de misturas oleosas, aqui estudados as condições hidrodinâmicas tiveram grande influência na desestabilização de emulsões com o uso de polímeros floculantes. Aparentemente a mistura rápida promovida pelo jato contínuo dos bocais, proposto na flotação de emulsões de baixas concentrações, e pela queda da emulsão sobre a camada de espuma, proposto para a separação de emulsões de altas concentrações exerceram influências significativas sobre a cinética dos processos posteriores. O aparecimento dos flocos primários na etapa de mistura rápida seguido de um estágio de mistura lenta permitiu, nos dois processos de separação, a formação de flocos maiores (HUNTER, 2007). As altas taxas e eficiência comprovaram que a energia necessária para os processos iniciais de agregação e para os estágios seguintes é proporcionada pelos gradientes de velocidade dentro do sistema (agregação ortocinética).



Embora os cálculos das dispersões totais da fase líquida nos casos em que os bocais são acionados no  $FL_{sup}$  sejam menores, certamente para a fase gasosa e consequentemente para flocos maiores o sistema opera em um grau de dispersão do tipo fluxo pistão, onde estas faixas de tamanho de flocos apresentam o mesmo tempo de residência. Aparentemente o efeito de misturador pneumático dos bocais promove um tempo de residência ideal para a adsorção completa das gotículas pelo polímero em um tempo não prolongado evitando-se assim o rompimento das pontes poliméricas formadas. O mesmo pode ser afirmado sobre a importância da elevação do nível da mistura no processo de separação por inversão de fases.

Para os casos em que a mistura oleosa permaneceu com seus níveis interfaciais no CC e FC, a energia cinética de impacto da emulsão era suficiente para promover a agitação da mistura na superfície e o rompimento das pontes poliméricas formadas. A elevação do nível da mistura para o CF reduz rapidamente a energia de impacto, possibilitando a posterior dessorção das gotículas de óleo para a coalescência das mesmas e a inversão das fases.

Os baixos tempos de retenção hidráulicos praticados para todos os casos da separação de emulsões por flotação corroboram de forma decisiva com as propostas apresentadas no trabalho de EDZWALD *et al.* (1999), demonstrando a viabilidade da integração de baixos tempos de floculação com altas cargas hidráulicas na FAD.

Assim como no trabalho de EDZWALD *et al.* (1999) também foi constatado que a carga hidráulica pode ser aumentada, mas para que sejam alcançados valores de descarte impostos pela legislação, é necessária a utilização de um mecanismo de remoção de bolhas de ar.

#### **4.3.3 - Estudo da aplicação de colunas de bolhas no processo de beneficiamento de minérios**

Nesta subseção serão apresentados os resultados dos testes de desempenho da coluna no beneficiamento de minérios. Os dados foram coletados em sistema operando em semi-batelada e a Tabela 4.26 mostra os resultados do rendimento da flotação por ar dissolvido em termos de teor de  $P_2O_5$  e recuperação de apatita, obtidos nos concentrados.

Inicialmente foram considerados respectivos modelos matemáticos que apresentavam os melhores ajustes, tanto com relação aos coeficientes de correlações quadráticos e aleatoriedades nas distribuições de resíduos. A partir dos modelos encontrados, foram

descartados das análises os pontos experimentais que apresentaram os maiores resíduos simultâneos para teor e recuperação (*oulier*). Considerou-se o modelo que apresentou resíduos dispostos aleatoriamente e com médias iguais a zero.

Tabela 4.26 – Os valores avaliados para as variáveis de controle e as respostas para as variáveis respostas teor de  $P_2O_5$  e recuperação de apatita para a flotação por ar dissolvido.

Teste	pH	Vazão de Água de Lavagem (L/min)	Porcentagem inicial de sólidos (%)	Vazão de Reciclo (L/min)	Posição do reciclo (m)	Posição do bocal (m)	Teor de $P_2O_5$ (%)	Recup. de Apatita (%)
1	9	0,15	12,0	0,50	0,23	0	26,5	47,4
2	9	0,46	12,0	0,50	0,23	0	24,4	45,0
3	9	0,15	13,5	1,00	0,23	0	28,8	60,7
4	9	0	13,5	1,00	0,73	0	29,8	77,2
5	9	0,15	14,5	1,00	0,23	-0,15	26,6	80,5
6	9	0,15	14,5	0,50	0,23	-0,15	22,7	83,7
7	9	0,46	13,5	1,00	0,23	0	26,2	75,6
8	9	0,15	14,5	0,50	0,73	-0,15	25,4	80,2
9	9	0,15	14,5	0,50	0,43	-0,15	26,9	61,0
10	9	0	14,5	1,00	0,23	0	30,1	63,3
11	9	0,15	14,5	1,00	0,23	0	29,9	57,3
12	9	0	14,5	1,25	0,23	0	30,9	58,0
13	9	0	12,4	1,00	0,23	0	31,1	67,3
14	9	0,15	12,4	1,00	0,23	0	31,4	50,0
15	11,5	0,15	14,5	1,00	0,23	0	31,3	64,4
16	9	0,15	14,5	1,00	0,43	0	30,1	54,9
17	11,5	0,15	14,5	1,00	0,43	0	33,1	63,3
18	11,5	0,15	12,4	1,25	0,23	0	31,8	73,4
19	11,5	0,15	14,5	1,25	0,43	0	30,5	57,6
20	11,5	0,15	12,4	1,25	0,43	0	30,1	57,8

Os parâmetros significativos da regressão foram determinados estatisticamente por meio de um teste de hipótese com nível de significância de 10 %. As Equações de 4.30 a 4.35, exibidas na Tabela 4.27, representam as variáveis independentes investigadas.

Estas variáveis são:  $x_1$ , que se refere ao pH da polpa ( $P$ );  $x_2$ , que se refere à vazão de água de lavagem ( $W$ );  $x_3$ , que se refere à vazão de reciclo ( $Rec$ );  $x_4$ , que se refere à porcentagem inicial de sólidos na coluna ( $S$ );  $x_5$ , que se refere à posição axial de entrada do reciclo na coluna ( $P_{axi}$ ); e,  $x_6$ , que se refere à posição da injeção da água saturada ( $I$ ).

Tabela 4.27 – Os intervalos de valores avaliados e as equações de codificação para as variáveis estudadas.

Variável	Faixa Experimental	Adimensionalização	
pH ( <i>P</i> )	9 a 11,5	$x_1 = \frac{(P - 10,2)}{1,22}$	(4.30)
Vazão de água de lavagem ( <i>W</i> )	0 L/min a 0,46 L/min	$x_2 = \frac{(W - 0,23)}{0,2}$	(4.31)
Vazão de Reciclo ( <i>Rec</i> )	0,5 L/min a 1,25 L/min	$x_3 = \frac{(Rec - 0,75)}{0,49}$	(4.32)
Porcentagem inicial de sólidos ( <i>S</i> )	12 % a 14,5 %	$x_4 = \frac{(S - 13,25)}{1,11}$	(4.33)
Posição do reciclo ( <i>L</i> )	0,23 m a 0,73 m	$x_5 = \frac{(L - 0,48)}{0,22}$	(4.34)
Posição do bocal difusor ( <i>I</i> )	-0,15 m a 0,0 m	$x_6 = \frac{(I + 0,078)}{0,07}$	(4.35)

A forma matricial da superfície ajustada (por meio da metodologia de superfície de resposta) da resposta investigada ( $\hat{y}_j$ ) em função das variáveis independentes ( $x_i$ ) é mostrada nas Equações 4.36 e 4.37, para o teor ( $\hat{y}_1$ ) e para a recuperação ( $\hat{y}_2$ ) de apatita, respectivamente. Nestas equações,  $b$  é a matriz dos parâmetros relacionados às variáveis isoladas e  $B$  é a matriz dos parâmetros relacionados às interações e aos termos quadráticos.

Os coeficientes de correlação quadráticos ( $r^2$ ) para os ajustes dos modelos foram de 0,94 e 0,95 para o teor e para recuperação de apatita, respectivamente.

$$\hat{y}_1 = 30,11 + x'b_1 + x'B_1x \quad (4.36)$$

Na qual:

$$b_1 = \begin{bmatrix} 1,16 \\ -1,62 \\ 0,00 \\ 0,00 \\ 0,00 \\ 2,06 \end{bmatrix} \quad B_1 = \begin{bmatrix} 0,00 & 0,00 & 0,00 & -0,24 & 0,00 & 0,00 \\ 0,00 & -0,38 & 0,00 & 0,00 & 0,00 & 0,00 \\ 0,00 & 0,00 & -1,50 & 0,00 & 0,00 & 0,00 \\ -0,24 & 0,00 & 0,00 & 0,00 & -0,88 & 0,00 \\ 0,00 & 0,00 & 0,00 & -0,88 & -1,71 & 0,15 \\ 0,00 & 0,00 & 0,00 & 0,00 & 0,15 & 0,00 \end{bmatrix} \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_2 = 43,58 + x'b_2 + x'B_2x \quad (4.37)$$

Sendo que:

$$b_2 = \begin{bmatrix} 0,00 \\ -17,56 \\ -4,96 \\ 0,00 \\ 0,00 \\ 0,00 \end{bmatrix}; B_2 = \begin{bmatrix} 0,00 & -7,44 & 0 & 0,00 & 0,00 & 0,00 \\ -7,44 & 9,57 & 0,00 & 8,32 & 0 & 0,00 \\ 0 & 0,00 & 0,00 & 0,00 & 0,00 & 0,00 \\ 0,00 & 8,32 & 0,00 & 0,00 & -6,27 & 0,00 \\ 0,00 & 0 & 0,00 & -6,27 & 18,45 & 5,56 \\ 0,00 & 0,00 & 0,00 & 0,00 & 5,56 & 0,00 \end{bmatrix} \quad e \quad x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \\ x_5 \\ x_6 \end{bmatrix}$$

De acordo com os modelos matemáticos apresentados e nos intervalos de valores válidos para as variáveis independentes, o maior valor provável para a variável resposta teor é de 36,3 %. Os valores para as variáveis de controle que maximizam esta resposta são [P=11,5; W=0,0 L/min; Rec=0,75 L/min; S=12,0 % ; L=0,65 m; I=-0,149 m].

Pelos modelos é possível perceber que todas as variáveis influenciaram nos valores das respostas e que os termos  $x_6$  e  $x_5x_5$  foram os que influenciam mais intensamente no valor da variável  $\hat{y}_1$  e os termos quadráticos de  $x_2$  e  $x_5$  os que mais influenciam na resposta  $\hat{y}_2$ .

Pelas primeiras linhas das matrizes  $b_1$  e  $b_2$ , observa-se que o pH apresenta significância na interação com a variável W na composição da variável resposta  $\hat{y}_2$  e S na composição da variável  $\hat{y}_1$ .

As variáveis independentes que mais influenciam nas propriedades fluidodinâmicas do sistema são a vazão de água de lavagem, as vazão e posição de entrada da recirculação. As representações gráficas dos efeitos dessas variáveis sobre os parâmetros de separação da coluna de bolhas são mostradas nas Figuras 4.62 e 4.63.

Na Figura 4.62-a, é possível observar que com o aumento no valor da vazão de água de lavagem houve uma diminuição no teor. Segundo AQUINO (2004), a adição da água de lavagem tem três funções básicas: Promover um escoamento descendente de água na coluna

(*bias*), reduzindo os efeitos do arraste hidráulico; Aumentar a altura e a estabilidade da camada de espuma; Reduzir a coalescência das bolhas por meio da formação de um leito de bolhas empacotadas. Porém, de acordo com a metodologia de adição da água de lavagem adotada, o acréscimo no valor desta variável implica:

- Na diminuição no tempo de batelada;
- Na diminuição da concentração do material flotável na zona de coleta.
- No aumento na dispersão na região de espumas;
- No aumento do fluxo ascendente de líquido vindo da zona de coleta (*bias* negativo);
- Na diminuição da quantidade total de bolhas utilizadas.

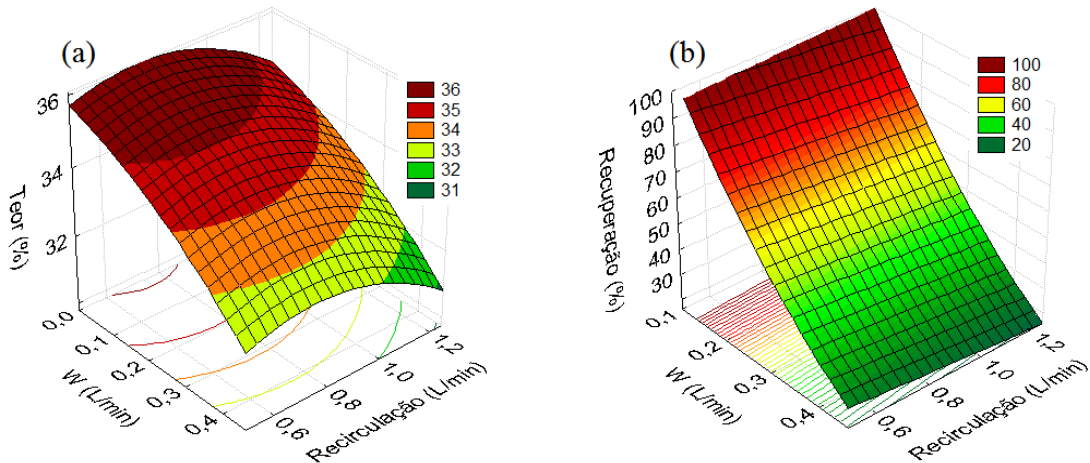


Figura 4.62 - Superfície de resposta para teor (a) e recuperação (b) de apatita por ar dissolvido em função das vazões de água de lavagem e recirculação com as demais variáveis codificadas assumindo os níveis codificados, que maximizam o teor.

Provavelmente, pelo fato da água de lavagem não ter sido aplicada por meio de um distribuidor, o seu fluxo por um canal preferencial provocou a ascensão de água e hidrofílicos da zona de coleta para a zona de espuma, tendo sido agravado pelo aumento no valor de W e pelo aumento no valor da vazão de recirculação.

Nota-se também que para valores de recirculação inferiores a 0,75 L/min, o aumento no valor desta variável causa um incremento no valor do teor. Considerando a hipótese de que boa parte dos flocos e aglomerados é formada nas seções FC e CC e principalmente próximo às paredes do FC, como observado nas simulações, é possível acreditar que para esta faixa de valores de  $J_L$ , pequenas quantidades de partículas de sólidos suspensas, facilitem os mecanismos de desestruturação e reestruturação dos flocos e aglomerados na região do CF, diminuindo assim o arraste mecânico de partículas hidrofílicas.

Nas subseções anteriores desta tese, também foi observado que o aumento no módulo da  $J_L$  dificulta a elevação de flocos e aglomerados de bolhas com menores diâmetros, o que para a faixa de valores de  $Rec$  superiores a 0,75 L/min foi imposto ao sistema uma necessidade crescente de aumento na eficiência de formação de grandes aglomerados bolhas-partículas com o aumento no valor da vazão de recirculação. O aumento no diâmetro médio dos flocos e bolhas causa um acréscimo da velocidade superficial do ar ( $J_G$ ) acarretando num aumento do arraste de líquido e de hidrofílicos para as seções superiores da coluna reduzindo o *hold up* de ar na zona de espuma.

O aumento da velocidade superficial do ar ( $J_G$ ) pode acarretar a mudança de regime de escoamento da coluna de pistão (*plug flow*) para mistura perfeita. Esta alteração de regime de fluxo é ocasionada pelo aumento do tamanho das bolhas e flocos. Simultaneamente, um aumento no número de partículas sólidas suspensas pode ter aumentado as taxas de rompimento dos flocos no CF, o que impediu o acúmulo de material flutuável na região de espuma, reduzindo assim o teor e a recuperação.

Na Figura 4.62-b é possível perceber que a recuperação declina linearmente com o aumento no valor de  $W$ . Provavelmente a diminuição no tempo de batelada e a maior causa da diminuição no valor da recuperação já que bolhas e flocos de pequenos tamanhos possuem menores velocidades de ascensão. É percebida também uma pequena diminuição no valor da recuperação com o aumento no valor da recirculação.

Comparando as duas figuras, é possível observar que apesar da inoperância do sistema de lavagem da espuma, para valores inferiores a 0,3 L/min de  $W$  e com as demais variáveis fixadas nos valores que maximizam o teor, o modelo prevê  $\hat{y}_1$  superiores a 30% e  $\hat{y}_2$  superiores a 60% (valores economicamente aceitáveis para teor e recuperação).

A Figura 4.63 apresenta as superfícies de respostas para a recuperação de apatita em função da vazão de recirculação e do pH (a) e em função da vazão e posição da recirculação (b) com as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada.

Observa-se na Figura 4.63-a que o aumento no valor do pH e a diminuição no valor da  $Rec$ , aumentam linearmente a recuperação. Segundo a literatura consultada, o aumento no valor do pH causa um aumento na concentração de cargas ao redor dos flocos aumentando a resistência mecânica e a estabilidade dos mesmos, propiciando assim a formação de flocos maiores. Provavelmente estes dados justificam a relação observada entre pH e recuperação para toda a faixa de valores da variável  $Rec$ . Já na Figura 4.63-b, observa-se que para toda

faixa de valores de  $L$ , a recuperação diminui linearmente com a Rec. O modelo indica também que fixando as demais variáveis no nível zero é possível um mínimo para a recuperação em um valor próximo a 0,49 m para  $L$ .

Nas condições extremas de  $L$ , são obtidos os maiores valores para a recuperação. No extremo inferior, acredita-se que seja pelo aumento na extensão da zona de recuperação com velocidade  $J_L$  igual a zero (no CF), possibilitando a elevação de flocos de menor tamanho. Já no extremo superior, pelo aumento na turbulência na interface da zona de limpeza com a zona de recuperação, que possibilita o transporte de não flotáveis para a zona de espuma. É possível que a corrente de reciclo forneça uma força dinâmica que separe partículas e bolhas unidas presentes naquela região e que, assim, devolva à polpa partículas de interesse pelos mecanismos de transporte de partículas hidrossolúveis.

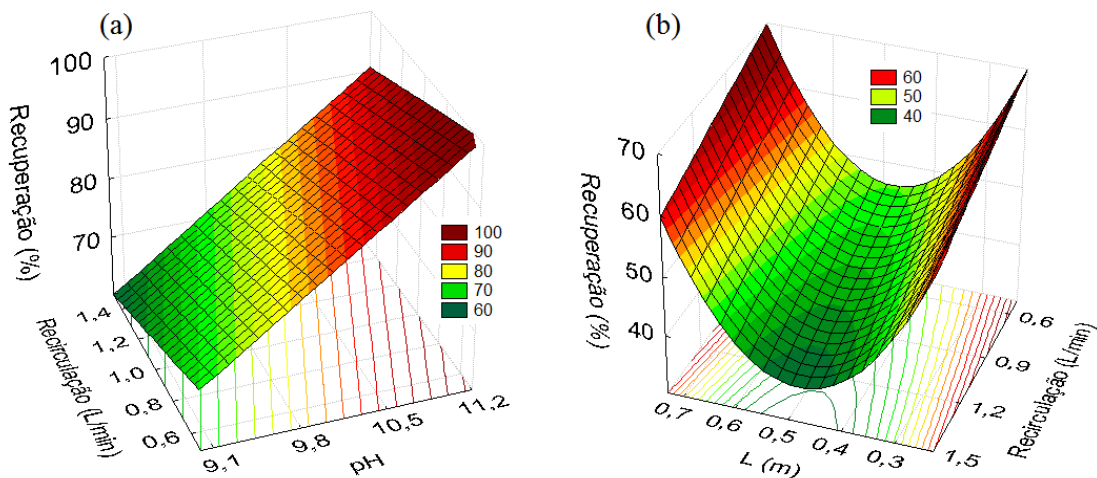


Figura 4.63 - Superfície de resposta para a recuperação de apatita em função da vazão de recirculação e do pH (a) e em função da vazão e posição da recirculação (b) com as demais variáveis no nível zero em sua forma codificada

Para outras condições operacionais, é observado que para posições axiais elevadas de entrada da vazão de recirculação observa-se uma diminuição no valor de teor, porém sem significativas alterações nos valores de recuperação. Esta observação indica que quando maior a elevação dos hidrofílicos através da recirculação, maiores as taxas de arraste hidráulico causadas pela movimentação vertical dos flocos.

Comparando as duas figuras, observa-se que a tendência no aumento da recuperação com a diminuição no valor da vazão de recirculação, visível na superfície da Figura 4.62-b,

ocorre para toda a faixa de valores de pH. A análise do modelo indica que ela se estende para a entrada da recirculação em qualquer posição axial desta seção.

Uma análise geral dos resultados (Tabela 4.27) de teor e recuperação revela que, embora apenas um experimento tenha atingido 33 % de teor de fósforo, quando se consideram como referência níveis desejados pela indústria de  $P_2O_5$  superiores a 30 %, vários ensaios atingiram este alvo. Em média, o teor apresentou um valor de 30,1 %. No que diz respeito à recuperação, vários testes alcançaram o valor alvo da indústria de 60 % de apatita no produto concentrado. Em média, a recuperação obtida foi de 43,6 %, sendo que o maior valor foi 83,7 % e com mistura saturada alimentada pelo  $FL_{int}$ . Para a recuperação de apatita, os melhores resultados foram obtidos para uma menor vazão de reciclo (0,5 L/min), um maior valor de pH da polpa (9,0) e ausência de água de lavagem. O teor de  $P_2O_5$  foi mais alto para o reciclo posicionado em 0,63 m, um pH da polpa mais ácido (11,5), uma vazão da carga circulante próxima ao máximo estudado (em torno de 1 L/min), uma maior concentração de sólidos na flotação e, com alimentação de mistura saturada no  $FL_{sup}$ . Segundo SANTANA (2011), SANTOS (2010) em um estudo de flotação em coluna por ar disperso, beneficiando a mesma amostra de minério (AFN), obteve em média teor e recuperação respectivamente, de 28,7 % e 83,4 %. A comparação qualitativa com resultados de SANTOS (2010) indica que é possível obter um desempenho próximo (de teor ou recuperação) entre os dois distintos processos. Porém o modelo estabelecido através da análise estatística indicou que é possível obter-se simultaneamente teores acima de 36% e recuperações próximas a 99%.

Observando os resultados dos experimentos e considerando a necessidade de desenvolvimento de tecnologias para um melhor aproveitamento das reservas de fósforo do país, que em torno de 80 % são de mineralogia complexa, que exigem um beneficiamento de finos e de rejeitos, mais difícil e de maior custo, necessitando de um bom aproveitamento, este estudo se mostrou amplamente justificado.

Mesmo com o Brasil dependendo da importação, na trajetória da produção do fósforo, perdem-se 15 % na lavra e 40 % no beneficiamento. A grande perda do mineral de interesse na etapa de beneficiamento mostra a necessidade de contínuos aprimoramentos no processo de concentração e um dos fatores que mais influenciam no desempenho deste processo é a distribuição de tamanho de partícula do mineral a ser processado.

Como já comentado, a necessidade de utilização de bolhas de tamanho reduzido na recuperação de partículas finas impõem a necessidade de medidas práticas para reduzir o arraste hidrodinâmico da ganga. A combinação do uso de microbolhas com bolhas



convencionais é uma das medidas adotadas visando o aumento na recuperação de finos pela redução deste arraste.

Os experimentos contidos neste trabalho demonstraram que, devido às características geométricas do equipamento estudado, quando este é operado em regime permanente e mediante a manipulação da vazão de recirculação da fase líquida é possível a produção de bolhas de ampla faixa de tamanhos a partir de microbolhas alimentadas. Este estudo demonstrou ainda que a manipulação das condições operacionais do sistema operando em regime permanente pode garantir diferentes comportamentos hidrodinâmicos para as fases. Considerando esta demanda por novas tecnologias e por se tratar de uma configuração inédita para a coluna de bolhas, a existência dos diferentes comportamentos hidrodinâmicos justifica a realização de novos estudos, de aplicação deste equipamento no beneficiamento mineral, agora em regime permanente.

### CONCLUSÕES E SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

#### 5.1 – Conclusões

Através dos resultados apresentados no Capítulo IV, pode-se concluir que:

- A manipulação da velocidade superficial da fase líquida através do controle da vazão de recirculação alterou de forma controlada o diâmetro médio e a distribuição de diâmetros de bolhas no interior do CF, demonstrando que a distribuição de diâmetros de bolhas é uma função da propriedade velocidade superficial de escoamento da fase líquida;
- Não é possível controlar diretamente a concentração de microbolhas através da manipulação da velocidade superficial da fase líquida, porém o tempo médio de permanência dessa faixa de bolhas pode ser controlado pela manipulação das vazões de alimentação e de recirculação;
- Diferentes combinações de número e posição dos bocais difusores propiciam diferentes valores de *hold ups* de ar nas três seções da coluna de bolhas;
- Foi possível estabelecer modelos matemáticos que relacionam a velocidade superficial da fase líquida com os *hold ups* das seções tronco-cônica do concentrador e do flotador para a coluna operando por ar dissolvido;
- Os comportamentos oscilatórios simulados para os perfis de velocidades e frações de volumes das fases são mínimos quando a coluna é operada com bolhas de tamanho reduzido. O mesmo pode ser afirmado com relação aos *hold ups* experimentais das seções da coluna de bolhas.

- No processo de flotação de emulsões a 600 ppm e com o uso de polímero floculante, os números e disposições dos bocais que propiciaram as melhores taxas e as melhores eficiências de separação foram 0/4, 0/5, 1/5, 4/2 e 5/1, obtendo-se para os casos efluentes que atendem às normas brasileiras de descarte de efluentes oleosos com tempos de retenção hidráulicos entre 21 e 32 segundos.
- No processo de separação da emulsão, foi demonstrado que mais de 93 % da variabilidade do sistema foi explicado pela variação dos valores das propriedades hidrodinâmicas do sistema (velocidade superficial da fase líquida e *hold ups* e distribuição de diâmetros de bolhas). Foi possível estabelecer um modelo para a previsão das eficiências e das taxas de remoção de óleo a 600 ppm no equipamento através das medidas de *hold ups* nas seções e das velocidades superficiais de líquido com a coluna operando em sistema água-ar.
- No processo de recuperação de óleo emulsionado por inversão de fases, foi demonstrado que a geometria da coluna de bolhas desempenhou um papel preponderante sobre as eficiências e as taxas de recuperação, sendo que os maiores valores (95% e 0,02 L de óleo/min respectivamente, obtidos nos testes de verificação do modelo empírico ajustado) foram obtidos para as maiores concentrações e os maiores volumes de emulsão.
- O equipamento apresentou boas eficiências e taxas de separação, quando operado por ar dissolvido tanto na separação de misturas oleosas de altas quanto de baixas concentrações de óleo.
- Na aplicação da coluna de bolhas no processamento mineral, os maiores teores podem ser obtidos para a coluna operado com vazão de recirculação em 0,75 L/min, concentração de sólidos em 12%, pH em 11,5, entrada de recirculação em 0,65 m e com mistura saturada alimentada pelo flange intermediário, quando é esperado um teor próximo de 36% e recuperação por volta de 90%. Sendo que as condições hidrodinâmicas do sistema, ditadas pela vazão de recirculação e de água de lavagem, desempenharam um papel importante no desempenho da unidade experimental.

## 5.2 – Sugestões para Trabalhos Futuros

Como trabalhos futuros, sugere-se:

- Avaliar as frações de volumes locais em diferentes posições axiais da coluna de bolhas por medidas de condutividade elétrica;
- Avaliar os efeitos das variáveis hidrodinâmicas sobre as distribuições de diâmetros de bolhas em diferentes posições axiais e radiais da coluna de bolhas, especialmente no FC;
- Analisar os comportamentos hidrodinâmicos das fases obtidos de variações na geometria do FC;
- Estudar os efeitos hidrodinâmicos de diferentes disposições e características geométricas dos bocais difusores;
- Avaliar o desempenho do equipamento na flotação de emulsões oleosas de diferentes concentrações e com diferentes concentrações de agentes químicos;
- Estudar os modelos cinéticos para a taxa de remoção de óleo para o equipamento operando com diferentes números e disposições de bocais.
- Avaliar a capacidade do sistema em beneficiar ultrafinos de minério pela adição de óleo de soja à mistura a ser flotada;
- Adicionar ao equipamento um sistema de remoção de bolhas e microbolhas no *underflow*.
- Estudar modelos de quebra e coalescência de bolhas que sejam eficientes e aplicáveis nos diversos casos e nas seções.
- Realizar novos estudos geométricos nas colunas de bolhas com outros tipos de distribuidores de fase gasosa e também com tubos de resfriamento internos à coluna de bolhas.

## ***REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS***

- ABREU, C.A.M.; MEDEIROS, N. – Adsorção. Publ. Departamento de Engenharia Química da UFPE, 1999.
- ADAMSON, A.W. Physical chemistry of surfaces, 3a edição, John Wiley & Sons, New York, 1976.
- AHMED, N., AND JAMESON, G.J., The effect of bubble size on the rate of flotation of fine particles. *Int. J. Mineral Processing* 14, 195-214 (1985)
- AL-SHAMRANI, A.A.; JAMES, A. and XIAO, H., Separation of oil from toilets by dissolved air flotation, *Colloid Surf.*, n. 209, p. 15–26, 2002.
- AQUINO, J.A. Estudo de Flotação em Coluna Convencional, Agitada e de Recheio. Campinas-SP, setembro/1998. pp 2-73 Tese (Doutorado em Engenharia Química) Universidade Estadual de Campinas
- AQUINO, J.A., OLIVEIRA, M. L. M., FERNANDES, M. D. Flotação em coluna. In: LUZ, A. B., SAMPAIO, J. A., MONTE, M. B. de M., ALMEIDA, S. L. M. Tratamento de Minérios. Rio de Janeiro, CETEM/MCT. 4 ed. 2004. p. 459-498.
- ATTARD, P. Nanobubbles and the hydrophobic attraction. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 104, n. 1-3, p. 75-91, 2003.
- ATTARD, P.; MOODY, M.; TYRRELL, J. Nanobubbles: the big picture. *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, v. 314, n. 1-4, p. 696-705, 2002.
- BAILEY, M.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. A method of bubble diameter assignment. *Minerals Engineering*, v. 18, n. 1, p. 119-123, 2005.
- BAILEY, M.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. Development and application of an image analysis method for wide bubble size distributions. *Minerals Engineering*, v. 18, n. 12, p. 1214-1221, 2005.
- BARROS NETO, B. Planejamento e Otimização de Experimentos Campinas, UNICAMP, 299 p. 1995.
- BEEBY, J.P.; NICOL, S.K.; Concentration of oil-in-water emulsion using the air-sparged hydrocyclone, *Filtration & Separation*, p. 141-146, March/April 1993.
- BEHIN, J.; AGHAJARI, M.; Influence of water level on oil–water separation by residence time distribution curves investigations, *Separation and Purification Technology*, no 64, p. 48–55, Iran, 2008.
- BELL J. *Hydrodynamics of Porous Medium*. Beijing: Manufacture of Building Industry Press, 1983.
- BENFER, S.; POPP, U.; RICHTER, H. ; SIEWERT, C. ; TOMANDL, G.; Development and Characterization of Nanofiltration Membranes, *Separation e Purification Technology*, v. 22, p. 231- 37, Germany, 2001.
- BENNETT, G.F.; The removal of oil from wastewater by flotation: A review, Vol. 18, Issue3, p. 189-253, 1988.

- BENSADOK, K.; BELKACEM, M.; NEZZALTREATMENT, G. Of cutting oil/water emulsion by coupling coagulation and dissolved air flotation, *Desalination* n° 206, p. 440–448 2007
- BLOOM, F. and HEINDEL, T.J.; Modeling flotation separation in a semi-batch process. *Chem. Eng. Sci.*, 58 (2003) 353–365.
- BOUAIFI M, HEBRARD G, BASTOUL D, ROUSTAN M. A comparative study of gas holdup, bubble size, interfacial area and mass transfer coefficients in stirred gas–liquid reactors and bubble columns. *Chem. Eng. Process*, v.40, p.97–111, 2001
- BOX, G. & LUCAS, H.L. *Design of Experiments in Nonlinear Situations* Biometrika, 1959.
- BRAILE, P.M. Manual de tratamento de águas residuárias industriais, CETESB, cap. 17, p. 443-474, 1979.
- BRATBY, J. Coagulation and flocculation: with an emphasis on water and wastewater treatment, Croydon: Upland press, 354p., 1980.
- BRATBY, J.; MARAIS, G. A guide for the design of dissolved-air (pressure) flotation systems for activated sludge processes. *Water AS*, v. 2, n. 2, p. 87-100, 1976.
- BURGESS, F.L. OK100 tank cell operation at Pasminco Broken Hill. *Minerals Engineering*, n. 10, p. 723-741, 1997.
- BURNS, S.E.; YIACOUMI S. and TSOURIS, C. Microbubble generation for environmental and industrial separations. *Sep. Purific. Technol.*, n. 11, p. 221–232, 1997.
- BUWA, VV, RANADE, VV. Dynamics of gas–liquid flow in a rectangular bubble column: experiments and single/multi-group CFD simulations. *Chem. Eng. Sci.*, v.57, p.4715–36, 2002
- CAPPS, R.W.; METELLI, G.N.; BRADFORD, M.L. Reduce oil and grease content in wastewater, *Hydrocarbon Processing*, pp. 102-110, June 1993.
- CARAMBASSIS, A.; JONKER, L.C.; ATTARD, P.; RUTLAND, N.W. Forces measured between hydrophobic surfaces due to a submicroscopic bridging bubble. *Physical Review Letters*, v. 80, n. 24, p. 5357-5360, 1998.
- CHEN ,W.; PENG, J.; SU, Y.; ZHENG, L.; WANG, L.; JIANG, Z. Separation of oil/water emulsion using Pluronic F127 modified polyethersulfone ultrafiltration membranes, *Separation and Purification Technology*, no 66 p. 591–597, China, 2009.
- CHEN X S. The infiltrating problem of leaching solution in heap leaching technology. *Gold*, 1997, 18(12): 37–40.
- CHEN Y S, HU B. *Research and Application of the Flotation Technique Used in Water and Wastewater Purification*. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1985.
- CHEN, F.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. Bubble size measurement in flotation machines. *Minerals Engineering*, v. 14, n. 4, p. 427-432, 2001.
- CHEN, J. J. J., JAMIALAHMADI, M., & LI, S. M. Effect of liquid depth on circulation in bubble columns. *Chemical Engineering Research and Design*, 67, 203–207, 1989.
- CHEN, J.; DEGALEESAN S.; GUPTA P.; AL-DAHMAN M.H.; DUDUKOVIC M.P.; TOSELAND B.A. Fluid dynamic parameters in bubble columns with internals. *Chemical Engineering Science*, n.54, p.2187-2197, 1999.

- CHEN, J.; GUPTA, P.; DEGALEESAN S.; AL-DAHMAN M. H.; DUDUKOVIC M. P.; TOSELAND B. A. Gas hold up distributions in large-diameter bubble columns measured by computed tomography. *Flow Measurement and instrumentation*, v.9, p.91-101, 1998.
- CHEN, R. C., REESE, J., & FAN, L. S. Flow structure in a three-dimensional bubble column and three phase fluidized bed. *American Institution of Chemical Engineers Journal*, 40, 1093–1104, 1994.
- CHEN, W, HASEGAWA T, TSUTSUMI A, OTAWARA K, SHIGAKI Y. Generalized dynamic modeling of local heat transfer in bubble columns. *Chem. Eng. Journal*, v.96, p.37–44, 2003
- CHIESA, M.; INGEBRIGTSEN, S.; MELHEIM, J.A.; HEMMINGSEN, P.V.; HANSEN, E.B. Hestad a Investigation of the role of viscosity on electrocoalescence of water droplets in oil, *Separation and Purification Technology*, no 50, p. 267–277, 2006.
- CHULA, A.M.D. Caracterização mineralógica do minério fosfático da mina de Tapira-MG, Tese de Doutorado, Belo Horizonte, UFMG, p. 336, 2004.
- ÇILEK, E.C.; YILMAZER, B.Z. Effects of hydrodynamic parameters on entrainment and flotation performance. *Minerals Engineering*, vol. 16, p. 745–756, 2003.
- CLIFT, R.; GRACE, J.R.; WEBER, M.E. Bubbles, drops and particles. Academic Press, 1978.
- COLIC, M.; MORSE, D.E.; MORSE, W.O.; MATHERLY, T.G.; CARTY, S. e MILLER, J.D. From Air Sparged Hydrocyclone To Bubble Accelerated Flotation: Mineral Industry Technology Sets Stage for Development of New Wastewater Treatment Flotation. *Engineering Foundation Conference: Froth Flotation/Dissolved Air Flotation: Bridging the Gap*. Tahoe City, California, p. 20-25, 2001.
- CONAMA. Resolução N° 357/05 do Conselho Nacional do Meio Ambiente, 2005.
- CONAMA. Resolução No 20/86 do Conselho Nacional do Meio Ambiente, 1986.
- COT, L. Les Membranes Inorganique: Une Nouvelle Classe de Materiaux Céramique, *J. Chim Phys*, n° 88, p. 2083 - 2095, 1991
- De SWART, J.W.A.; KRISHNA, R. Influence of particles concentration on the hydrodynamics of bubble column slurry reactors. *Trans Institution of Chemical Engineers*, v.73, p.308-313, 1995.
- DECKWER, W.D, LOUISI Y, ZAIDI A, RALEK M. Hydrodynamic properties of the Fisher–Tropsch slurry process. *Ind Eng Chem Process Des. Dev.*, v.19, p.699–708, 1980
- DECKWER, W.D., *Bubble Column Reactors*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd., 1992, 532 p.
- DEEN, N.G., SOLBERG, T., HJERTAGER, B. H. Large eddy simulation of the Gas-Liquid flow in a square cross-sectioned bubble column. *Chem. Eng. Science*, v. 56, p.6341-6349, 2001
- DEGALEESAN, S, DUDUKOVIC M, PAN Y. Experimental study of gas induced liquid-flow structures in bubble columns. *AIChE J.*, v.47, p.1913–31, 2001

- DEGLON, D.A.; EGYA-MENSAH, D.; FRANZIDIS, J.P. Review of hydrodynamics and gas dispersion in flotation cells on South African platinum concentrators. *Minerals Engineering*, n. 13, p. 235-244, 2000.
- DEGLON, D.A.; EGYA-MENSAH, D.; FRANZIDIS, J.P. Review of hydrodynamics and gas dispersion in flotation cells on South African platinum concentrators. *Minerals Engineering*, n. 13, p. 235-244, 2000.
- DERJAGUIN, B.V.; DUKHIN, S.S. Theory of flotation of small and medium-size particles. *Progress in Surface Science*, v. 43, n. 1-4, p. 241-266, 1993.
- DERJAGUIN, B.V.; LANDAU, L. Theory of stability of highly charged lyophobic sols and adhesion of highly charged particles in solutions of eletrolytes. *Acta Physicochimica URSS*, v. 14, p. 633-652, 1941.
- DHOTRE, M.T, EKAMBARA K, JOSHI JB. CFD simulation of sparger design and height to diameter ratio on gas hold-up profiles in bubble column reactors. *Exp. Therm. Fluid Science*, v.28, p.407–21, 2004
- DHOTRE, M.T., JOSHI, J.B., Design of a gas distributor Three dimensional CFD simulation of a coupled system consisting of a gas chamber and a bubble column, *Chemical Engineering Journal*, v.125, p.149-163, 2007
- DHOTRE, M.T.; EKAMBARA, K., JOSHI, J. B. CFD simulations of bubble column reactors:1D, 2D and 3D approach. *Chem. Eng. Science*, v.60. p. 6733–6746, 2005.
- DHOTRE, M.T.; JOSHI, J.B. Design of a gas distributor: Three-dimensional CFD simulation of a coupled system consisting of a gas chamber and a bubble column, *Chemical Engineering Journal*, v. 125, p. 149–163, 2007.
- DIAZ-PENAFIEL, P. AND DOBBY, G.S., Kinetic studies in flotation columns: Bubble size effect. *Minerals Engineering*, n.7 v. 4 p. 465-478, 1994.
- DICKINSON E, ETTELAIE R, KOSTAKIS T, MURRAY BS. *Langmuir*, v. 20 p. 8517–8525, 2004.
- DOBBY, G.S.; YIANATOS, J.B.; FINCH, J.A. Estimation of bubble diameter in flotation columns from *drift flux* analysis. *Canadian Metallurgical Quarterly*. v. 27 n. 2. p. 85-90, 1986.
- DUAN, J.; FORNASIERO, D.; RALSTON, J. Calculation of the flotation rate constant of chalcopyrite particles in an ore, *Intenational Journal of Mineral Processing*, vol. 32, p. 227-237, 2003.
- DUARTE, A. C. P.; GRANO, S. R. Mechanism for the recovery of silicate gangue minerals in the flotation of ultrafine sphalerite, *Minerals Engineering*, vol. 20, p. 766–775, 2007.
- DUARTE, C.R. Estudo experimental e de simulação da fluidodinâmica e recobrimento em leito de jorro, Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Química. UFU, 2006.
- EDZWALD J.K. Principles and applications of dissolved air flotation, *Wat. Sci. Tech.*, n. 31, p. 1-23, 1995.
- EGIEBOR, N. O.; ZHOU, Z. A.; NYAVOR, K. Development of a Particle-Bubble Collision Model for Flotation Columns, *Developments in Chemical Engineering and Mineral Processing*, vol. 1 / 2, p. 21-42, 1997.



- EKAMBARA, K.; NANDAKUMAR, K.; JOSHI, J.B. CFD Simulation of Bubble Column Reactor Using Population Balance. *Industrial & Engineering Chemistry. Research.*, 47 (21), 8505-8516, 2008.
- EKAMBARA, K.A.; DHOTRE, M.T. CFD simulation of bubble column, *Nuclear Engineering and Design* n. 240, p. 963–969, 2010
- ELLIS, M.M.; FISCHER, P.W. Clarifying oilfield and refinery waste waters by gas flotation, *Journal of Petroleum Technology*, pp. 426-430, April 1973
- Féris, L.A., Gallina, S.C., Rodrigues, R.T. e Rubio, J. Optimizing Dissolved Air Flotation. *Water Science and Technology*, 43 (08), pp.145-157, 2001.
- ENGLERT, A.H. Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia Química. UFRS, 2008.
- FAN L.S. Gas–Liquid–Solid Fluidization Engineering. Boston: Butterworths; 1989.
- FAN, M.; TAO, D.; HONAKER, R.; LUO, Z. Nanobubble generation and its application in froth flotation (part I): nanobubble generation and its effects on properties of microbubble and millimeter scale bubble solutions, *Mining Science and Technology* v.20, p. 0001–0019, 2010.
- FERNANDES Jr., W.E.; PAULO, J.B.A.; MORAES, N.A.; LIMA, A.F.; LACERDA, G.M. Tratamento de águas produzidas por meio de nova tecnologia (MDIF): aplicação para águas contendo baixas concentrações em óleo, *Boletim Técnico da Petrobras*, Rio de Janeiro, v.49, n.1/3, dez. 2006
- FILIPPOV, L.O.; JOUSSEMET, R. e HOUOT, R. Bubble spargers in column flotation. *Minerals Engineering*, 13(1), 37-51. 2000.
- FINCH, J.; XIAO, J.; HARDIE, C.; GOMEZ, C.O. Gas dispersion properties: Bubble surface area flux and gas holdup, *Minerals Engineering*, n. 13, p. 365-372, 2000.
- FINCH, J.A.; DOBBY, G.S. Column flotation. Pergamon Press. 1990.
- FINKELSTEIN Y, TAMIR A. Formation of gas bubbles in supersaturated solutions of gases in water. *Aiche J*, n. 31, p.1409-1419, 1985.
- FLYNN, H.G. Physics of acoustic cavitation in liquids. In: *Physical Acoustics, Principles and Methods*, Vol. 1— Part B. New York: Academic Press, p. 57-172, 1964.
- FOGLER, H.S. *Elements of Chemical Reaction Engineering*, “Distribution of Residence Times for Chemical Reactors”, Prentice Hall International Series, 2<sup>a</sup> ed. 1970
- FORD, D. L. Water pollution control in the petroleum industry. AZAD, H. S. *Industrial wastewater management handbook*. McGraw-Hill, 1976.
- FORDEDAL, H.; NODLAND, E.; SJÖBLÖM, J.; KVALHEIM, O.M. A multivariate analysis of w/o emulsions in high external electric fields as studied by means of dielectric time domain spectroscopy, *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol. 173, No.2, pp 396-405, 1995.
- FORRET, A.; SCHWEITZER, J. M.; GAUTHIER, T.; KRISHNA, R.; SCHWEICHC, D. Influence of scale on the hydrodynamics of bubble column reactors: an experimental study in columns of 0.1, 0.4 and 1m diameters, *Chemical Engineering Science* v. 58, p. 719 – 724, 2003.
- FUERSTENAU, D.W. Froth flotation 50<sup>th</sup> anniversary volume. New York, The American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, 1962.

- GALENKA, Surfactants and emulsions, Technical edition and documentation Lavoisier, Paris, 1983.
- GALLINARI, J.P.; NEZZAL, G.; SAHRAOUI A. AND BEN AIM, R. La flottation à air dissous: modèle de la capture bulle/particule et application à la clarification d'un effluent industriel. *Journal des écoulements solide/liquide*, n. 3, p. 47–59, 1991.
- GARIBAY, R.P.; GALLEGOS, A.P.M.; URIBE, S.A.; NAVA, A.F. Effect of collection zone height and operating variables on recovery of overload flotation columns, *Minerals Engineering*, vol. 15, p. 325–331, 2002.
- GEORGE, P.; NGUYEN, A.V.; JAMESON, G.J. Assessment of true flotation and entrainment in the flotation of submicron particles by fine bubbles, *Minerals Engineering*, vol. 17, p. 847-853, 2004.
- GERTH, W.A.; HEMMINGSEN, E.A. Heterogeneous nucleation of bubbles at solid surfaces in gassupersaturated solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*, n. 74 p. 80-89, 1980.
- GOGATE, P.R.; PANDIT, A.B. Hydrodynamic cavitation reactors: a state of the art review. *Rev Chem Eng*, v. 1, n. 17, p. 1-85, 2001.
- GOPALRATNAM, V.C.; BENNETT, G.F.; PETERS, R. The simultaneous removal of oil and heavy metals from industrial wastewater by joint precipitation and air flotation. *Environmental Progress*, Vol 7, No 2, pp 84-92, 1988.
- GORAIN, B.K.; FRANZIDIS, J.P.; MANLAPIG, E.V. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in an industrial scale flotation cell: part 1: effect of bubble size distribution. *Minerals Engineering*, n. 8, v. 6, p. 615-635, 1995.
- GORAIN, B.K.; FRANZIDIS, J.P.; MANLAPIG, E.V. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 3: Effect on superficial gas velocity, *Minerals Engineering*, n. 9(6), p. 639-654, 1996.
- GORAIN, B.K.; FRANZIDIS, J.P.; MANLAPIG, E.V. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in industrial scale flotation cell – part 4: Effect of bubble surface area flux on flotation performance, *Minerals Engineering*, n. 10, p. 639-654, 1997.
- GRAU, R.A.; HEISKANEN, K. Bubble size distribution in laboratory scale flotation cells. *Minerals Engineering*, v. 18, n. 12, p. 1164-1172, 2005.
- GRAU, R.A.; HEISKANEN, K. Gas dispersion measurements in a flotation cell, *Minerals Engineering*, n. 16, p. 1081-1089, 2003.
- GRAU, R.A.; HEISKANEN, K. Visual technique for measuring bubble size in flotation machines. *Minerals Engineering*, v. 15, n. 7, p. 507-513, 2002.
- GRAU, R.A.; LASKOWSKI, J.S.; HEISKANEN, K. Effect of frother on bubble size. *International Journal of Mineral Processing*. V. 76, n. 4, p. 225-233, 2005.
- GREEN, J.; TRETT, M.W. The fate and effects of oil in freshwater, Elsevier Science Publishers LTD, "Published in association with the British Petroleum Company, England, 338p., 1989.
- GU, X.; CHIANG, S-H. A novel flotation column for oily water cleanup, *Separation and Purification Technology* no 16, pp. 193–203, 1999.
- GUERRA, M. J. Estatística Indutiva, LTC, 1a ed. 1979.

- GUIMARÃES, R. C. e PERES A. E. C. Maquinas de flotação. Relatório Técnico BT/PMI/046, Escola Politécnica DEM-USP, 1995.
- HAN, M. et al. Effect of pressure on bubble size in dissolved air flotation. *Water Science and Technology*, Great Britain, v. 2, n. 5-6, p. 41-46, 2002.
- HAN, M.; KIM, T.; KIM, J. Effects of floc and Hubble size on the efficiency of the dissolved air flotation process. *Water Science and Technology*, Great Britain, v. 56, n. 10, p. 109-115, 2007.
- HERNANDEZ-AGUILAR, J.R. FINCH, J.A. Validation of bubble sizes obtained with incoherent imaging on a sloped viewing window. *Chemical Engineering Science*. V. 60, n. 12, p. 3323-3336, 2005.
- HERNANDEZ-AGUILAR, J.R.; COLEMAN, R.G.; GOMEZ, C.O.; FINCH, J.A. A comparison between capillary and imaging techniques for sizing bubbles in flotation systems, *Minerals Engineering*, n.17, v. 1, p. 53-61, 2004.
- HILLS JH. Radial non-uniformity of velocity and voidage in a bubble column. *Ind Eng Chem Process Des Dev* v. 20, p. 540-545, 1974
- HOGG, R.; HEALY, T.W.; FUERSTENAU, D.W. Mutual coagulation of colloidal dispersions. *Transactions of the Faraday Society*. V. 62, p. 1638-1651, 1966.
- HOLL, J.W. Nuclei and cavitation. *Journal of Basic Engineering*, n. 92, p. 681-688, 1970.
- HOSNY, A.Y. Separating oil from oil-water emulsions by electroflotation technique, *Separations Technology*, no 6, p. 9-17, 1996.
- HUNTER, T.N.; PUGH, R. J.; FRANKS, G. V.; JAMESON, G. J. The role of particles in stabilising foams and emulsions, *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 137, p. 57-81, 2008.
- HYNDMAN CL, LARACHI F, GUY C. Understanding gas-phase hydrodynamics in bubble columns: a convective model based on kinetic theory. *Chem Eng Sci*. v.52, p.63-77, 1997
- ITYOKUMBUL, M.T., RAMANI, D.V., KISSEL, M.M., Preliminary evaluation of bubble column flocculation, *Minerals and Metallurgical Processing*, Vol. 16, No. 2, pp. 16-19, 1999.
- JAKOBSEN, H., SANNES, B., GREVSKOTT, S., SVENDSEN, H., Modeling of vertical bubble-driven flows, *Ind. Eng. Chem. Res.*, v. 36, No. 10, p 4052-4074, 1997.
- JAKOBSEN, H.A., LINDBORG, H., DORAO, C.A. Modeling of Bubble Column Reactors: Progress and Limitations. *Industries Chemical Research*, v.44, n.14, p.5107-5151, 2005.
- JOSHI, J.B. Computational flow modelling and design of bubble column reactors. *Chemical Engineering Science*, v.56, p.5893-5933, 2001.
- KANTARCI, N.; BORAK, F.; ULGEN, K. O. Review Bubble column reactors, *Process Biochemistry* v.40, p.2263-2283, 2005.
- KISNER, M.A. Influência da Velocidade de Entrada na Zona de Contato na Eficiência de Clarificação de Unidades Retangulares de Flotação por Ar Dissolvido Aplicado no Tratamento de Águas Para Abastecimento, Dissertação de Mestrado, USP-São Carlos, 2010

- KRISHNA R, VAN BATEN JM. Mass transfer in bubble columns. *Catal. Today*, p.79–80:67–75, 2003
- KRISHNA, R. and VAN BATEN, J. M. Scaling up bubble column reactors with the aid of CFD. *Trans IChemE*, Vol. 79, Part A, April 2001
- KRISHNA, R., URSEANU, M.I., VAN BATEN, J.M. Rise velocity of a swarm of large gas bubbles in liquids. *Chemical Engineering Science*, v.54 p.171-183, 1999.
- KRISHNA, R.; VAN BATEN, J. M.; URSEANU, M.I.; ELLENBERGER, J. Design and scale up of a bubble slurry reactor for Fischer-Tropsch synthesis. *Chemical Engineering Science*, v.56 p.537-545, 2001.
- KRISHNA, R. A Scale-up Strategy for a Commercial Scale Bubble Column Slurry Reactor for Fischer-Tropsch Synthesis. *Oil & Gas Science and Technology*, v.55, n.4, p.359-393, 2000.
- LAMAALLAM, S.; BATALLER, H.; DICHARRY, C. and LACHAISE, J. Formation and stability of miniemulsions produced by dispersion of water/oil/surfactants concentrates in a broad amount of toilets. *Colloid Surf.*, n. 270–271, p. 44–51, 2005.
- LEECH, C.A., Oil flotation processes for cleaning oil field produced water. *AICHE Annual Meeting*, Houston, 1987.
- LELINSKI, D., ASH flotation of dispersed oil droplets - A model system for bitumen flotation from tar sand, M.Sc. Thesis, University of Utah, 125p., 1993.
- LEVENSPIEL, O. *The Chemical Reactor Omnibook*, Ed. OSU Book Stores, Inc 1993.
- LI B X, LI Y J. The geological engineering property of MALAN loess in Lanzhou area. *Journal of Gansu Science*, 2003, 15(3): 31–34.
- LI H, PRAKASH A. Heat transfer and hydrodynamics in a three-phase slurry bubble column. *Ind. Eng. Chem. Res.*, v.36, p.4688–94, 1997
- LI Q S, WU A X, JIANG L C. Study on the mechanism of heap leaching of high-clay ore heaps with heap inside solution distribution. *Mining and Metallurgical Engineering*, 2003, 23(2): 23–26.
- LI W Z, CHA K B, WU Z J. Analysis and discussion on factors that impact leaching operations at Dexing Copper Mine. *Copper Engineering*, 2000, (2): 17–20.
- LI X B, LIU J T, WANG X Y, *et al.* Application of column flotation with dissolved air in treating wastewater containing Cr. *Journal of China University of Mining & Technology*, 2004, 33(6): 621–624.
- LIU J S, XIA H B, WANG Z H. The investigation into inefficient leaching in Dexing Copper leaching plant. *Copper Engineering*, 2004, (1): 23–26.
- LIU J T, WANG Y T. Study on performance of self-absorbing micro-bubble generator. *Journal of China University of Mining & Technology*, 1998, 28(1): 27–30.
- LIU J T. The study on jet generating micro-bubble and loop-line minerality. *Coal Preparation Technology*, 2000, 27(3): 1–4.
- LUO X, LEE DJ, LAU R, YANG G, FAN L. Maximum stable bubble size and gas holdup in high-pressure slurry bubble columns. *AICHE J.*, v.45, p.665–85, 1999
- MA J W. *Experimental Study on the Permeability of Granular Medium in the Dump Technology* [Master dissertation]. Changsha: Central South University, 2005.

- MALYSA, K.; KRASOWSKA, M. and KRZAN, M. Influence of surface active substances on bubble motion and collision with various interfaces. *Adv. Colloid Interface Sci.*, p. 114–115, 2005.
- MAO, L. Application of extended DLVO theory: modeling of flotation and hydrophobicity of dodecane, Tese de Doutorado, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, EUA, 1998, 202p.
- MASON, T.J. *Practical Sonochemistry*. Chichester: Ellis Horwood, 1991.
- MASSINAEI, M. *et al.*, Hydrodynamic and kinetic characterization of industrial columns in rougher circuit Minerals, *Engineering Minerals Engineering* 22 357 p. 2009.
- McCONNACHIE, G.L., Flocculation and turbulence from bubble-induced mixing, *Journal of Institute of Water Engineering Scientists*, v. 38, p. 337-347, 1984.
- MELOY, J.R.; NEETHLING, S.J.; CILLIERS, J.J. Modelling the axial dispersion of particles in froths. *International Journal of Mineral Processing*, vol. 84, p. 185–191, 2007.
- MEYSSAMI, B. and KASAEIAN, A.B. Use treatment of coagulants in of olive oil wastewater model solutions by induced air flotation, *Bioresour. Technol.*, n. 96, p. 303–307, 2005.
- MEIER, H. F. Tese de doutorado, Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP, (1998).
- MILLER, J.D. From air sparged hydrocyclone to bubble accelerated flotation: mineral industry technology sets stage for development of new wastewater treatment flotation. Apresentado no Froth Flotation/Dissolved Air Flotation: Bridging The Gap, UEF conference, Tahoe City, 2001-b.
- MILLER, J.D. Surface Chemistry of Oil/Soil/Water Systems for Improved Oil Removal from Contaminated Soil by Air-Sparged Hydrocyclone Flotation. EPA Grant Number: R825396, 2001-a.
- MISHCHUK, N.; RALSTON, J.;FORNASIERO, D. Influence of dissolved gás on van de Waals forces between bubbles and particles. *Journal of Physical Chemistry A*, v. 106, n. 4, p. 689-696, 2002.
- MISHCHUK, N.; RALSTON, J.;FORNASIERO, D. Influence of very small bubble on particle/bubble heterocoagulation. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 301, n. 1, p. 168-175, 2006.
- MONTGOMERY, D.C. *Design and Analysis of Experiments*. Ed. John Wiley & Sons, 3a ed. 649 p., New York, 1991.
- MOOSAI, R. e DAWE, R. Gás attachment of oil droplets for gas flotation for oily wastewater cleanup. *Science Direct*. Feb, 2003.
- MORUZZI, RB. Flotação por ar dissolvido (FAD): Influência da distribuição de tamanho de partículas e do binômio velocidade/tempo de detenção na zona de reação no desempenho do processo. Tese (Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.
- MOSTEFA, N.M.; TIR M. Coupling flocculation with electroflotation for waste oil/water emulsion treatment. *Optimization of the operating conditions Desalination* no 161, pp. 115-121, 2004.
- MYERS, R.H. *Response surface methodology*. Virginia, Ann Arbor, 1976.

- NGUYEN, A. V.; GEORGE, P.; JAMESON, G.J. Demonstration of a minimum in the recovery of nanoparticle by flotation; Theory and experiment. *Chemical Engineering Science*, v. 61, n. 8, p. 2494-2509, 2006.
- NGUYEN, A.V.; EVANS, G.M. Movement of fine particles on an air bubble surface studied using high-speed video microscopy. *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 273, p. 271–277, 2004.
- OLIVEIRA, R.C.G. Estudos de variáveis operacionais e interfaciais na flotação de óleo por gás dissolvido, Dissertação (Mestrado em Engenharia), COPPE/UFRJ, 120p., Rio de Janeiro, 1995.
- PARKER, J.L.; CLAEISSON, P.M.; ATTARD, P. Bubbles, cavities, and the long-ranged attraction between hydrophobic surfaces. *Journal of Physical Chemistry*, v. 98, n. 34, p. 8468-8480, 1994.
- PATANKAR; S. V. Numerical heat transfer and fluid flow. New York: McGraw-Hill, 1980.
- PFLEGER, S.; GOMES, S.; GILBERT, N.; WAGNER, H.G. Hydrodynamic simulations of laboratory scale bubble columns: fundamental studies of the Eulerian–Eulerian modelling approach. *Chemical Engineering Science*, v. 54, p.5091–5099, 1999.
- PHAN, C.M.; NGUYEN, A.V.; MILLER, J.D.; EVANS, G.M.; JAMESON, G.J. Investigations of bubble-particle interactions. *International Journal of Mineral Processing*, v. 72, n. 1-4, p. 239-254, 2003.
- PINOTTI, A. and ZARITZKY, N.R. Effect of aluminium sulphate and cationic polyelectrolytes on the destabilization of emulsified waste. *Waste Manage.*, n. 21, p. 535–542, 2001.
- PIOLTINE A. Avaliação de desempenho de bomba multifásica na geração de microbolhas de ar para o processo de flotação por ar dissolvido aplicado ao pré-tratamento de efluente de indústria têxtil. Dissertação de Mestrado, USP-São Carlos, 2009.
- PONASSE, M. Theoretical and experimental elements for the improvement of the dissolved air flotation installations. Development of new floatation cells, Thesis of 3rd cycle, INSA, Toulouse, France, 1997.
- PREUSS, M.; BUTT, H. Direct measurement of particle-bubble interactions in aqueous electrolyte: Dependence on surfactant. *Langmuir*, v. 14, n. 12, p. 3164-3174, 1998.
- PUGH R.J. *Adv Colloid Interface Sci*, v. 64 p. 67–142, 1996.
- QIAN Y, TANG H X, WEN X H. *Characteristics of Particles and Xenobiotic Organic Chemicals in Aquatic Environment and Principles of Controlling Technique*. Beijing: China Environmental Science Press, 2000.
- R. YOON, The role of hydrodynamic and surface forces in bubble particle interaction. *International J. Miner. Process.*, n. 58, p. 129–143, 2000.
- RAFIQUE, M.; CHEN, P.; DUDUKOVIC, M.P. Computational modeling of gas-liquid flow in bubble columns. *Reviews in Chemical Engineering*, v.20, p.225- 375, 2004.
- RAMALHO, J.B.V.S. Curso básico de processamento de petróleo: Tratamento de água oleosa. RPSE/DIROL/SEPET, Rio de Janeiro, 1992.
- READETT, D.; CLAYTON, B. Cleaning hydrometallurgical liquor using Jameson Cells, In *Flotation Plants: Are they optimized ?*, Editor D. Malhotra, Published by Society for

- Mining, Metallurgy and Exploration, Inc. Littleton, Colorado, Cap. 23, p 165-170, 1993.
- REAVY, D.; RATCLIFF, G.A. Removal of fine particles from water by dispersed air flotation: effect of bubble size and particle size on collection efficiency. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, v. 51, p. 178-185, 1973.
- RIBEIRO, J.A., Estudo do uso da técnica de estímulo-resposta aplicado à modificação de colunas de flotação para uso como reator de tratamento biológico de efluentes. Projeto de Pesquisa, 2002.
- RIOS, G.; PAZOS, C.; and COCA, J. Destabilization of cutting oil emulsions using inorganic salts have coagulants. *Colloid Surf. A*, no 138 p. 383–389, 1998.
- RODRIGUES, R.T., Tratamento de águas oleosas de plataformas marítimas por flotação por ar dissolvido, Dissertação de Mestrado, 100p., PPGEM-UFRGS, Porto Alegre, 1999.
- RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. DAF–dissolved air flotation: Potential applications in the mining and mineral processing industry, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 82, p. 1–13, 2007.
- ROSA, J.J.; SOUZA, M.L.D.; RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. Waste Waters Treatment by Non-conventional Flotation. *Global Symposium on Recycling, Waste Treatment and Clean Technology-REWAS'99*, TMS-Inasmet. (L.Gaballah, J. Hager and R. Solozabal, Eds.), San Sebastian, Espanha. Proceedings, p.2123-2132, 1999.
- ROSA, J.J.; SOUZA, M.L.D.; RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. Waste Waters Treatment by Non-conventional Flotation. *Global Symposium on Recycling, Waste Treatment and Clean Technology-REWAS'99*, TMS-Inasmet. (L.Gaballah, J. Hager and R. Solozabal, Eds.), San Sebastian, Espanha. Proceedings, p.2123-2132, September, 1999.
- RUBIO, J. Environmental applications of the flotation process. Em: Castro, S.H., Vergara, F. e Sánchez, M. (Editores.). *Effluent Treatment in the Mining Industry*. Universidad de Concepción, Chile, p. 335-363, 1998.
- RUCKENSTEIN, E.; DJIKAEV, Y.S. Recent developments in the kinetic theory of nucleation. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 118, n. 1-3, p. 51-72, 2005.
- RYAN, W.L.; HEMMINGSEN, E.A. Bubble formation in water at smooth hydrophobic surfaces. *Journal of Colloid and Interface Science*, n. 157, p. 312-317, 1993.
- SANTANA, C.C.; BORGES, J.L. Comparação de Métodos para Dimensionamento de Tambores de decantação líquido-líquido. In: *Anais do X ENEMP*, São Carlos - São Paulo, V. 1, pp. 192-205, 1994.
- SANTANA, R.C.; RIBEIRO, J.A.; SANTOS MA; REIS, A.S.; ATAÍDE, C.H.; BARROZO, M.A.S. Flotation Of Fine Apatitic Ore Using Microbubbles. *Separation and Purification*, 2012.
- SANTANA, R.C., Tese de Doutorado. UFU. 2011.
- SANTANDER, M. Separação de óleos emulsificados por flotação não convencional, Tese de Doutorado, 123p., PPGEM-UFRGS, Porto Alegre, 1998.
- SANTANDER, M; ROSA, J.J.; RODRIGUES, R.T.; RUBIO, J. Advances in Flotation in Waste Streams Treatment. *International Mining and Environment Congress: Clean Technology: Third Millenium Challenge*, Lima, Peru. Proceedings, p. 591-602, 12-16, 1999.

- SANTOS, C.M. Tese de doutorado, Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP, 2005.
- SANYAL, J.; VÁSQUEZ, S.; ROY S.; DUDUKOVIC, M. P. Numerical Simulation of gas-liquid dynamics in cylindrical bubble column reactors. *Chemical Engineering Science*, v.54 p.5071-5083, 1999.
- SARROT, V.; GUIRAUD, P.; and LEGENDRE, D. Determination of the collision frequency between bubbles and particles in flotation. *Chem. Eng. Sci.*, n° 60 p. 6107–6117, 2005.
- SCHAFER R, MARTEN C, EIGENBERGER G. Bubble size distributions in a bubble column reactor under industrial conditions. *Exp. Therm. Fluid Science* v.26, p.595–604, 2002
- SHAW, D.J. Introduction to colloid and surface chemistry, Butterworths, London, 1975.
- SHIMIZU K, TAKADA S, MINEKAWA K, KAWASE Y. Phenomenological model for bubble column reactors: prediction of gas holdups and volumetric mass transfer coefficients. *Chem. Eng. Journal*, v.78, p.21–8, 2000
- SHIOYA, N.H. Relatório Técnico: Tratamento de água oleosa na Bacia de Campos. RPSE/DIROL/SEPET, Rio de Janeiro, 1993.
- SHOLJI, I. Pneumatic flocculation, *Water Research*, v. 32, no. 9, p. 2870-2876, 1998.
- SHOLJI, I.; KAZI, N.M. Kinetics of pneumatic flocculation, *Water Research*, v. 31, no. 12, p. 2979-2988, 1997.
- SHUBERT, H. Nanaobubbles, hydrophobic effect, heterocoagulation and hydrodynamics in flotation. *International Journal of Mineral Processing*, v. 78, n. 1, p. 11-21, 2005.
- SCHUMPE A, GRUND G. The gas disengagement technique for studying gas holdup structure in bubble columns. *Can J Chem Eng*; v. 64, p 891–896. 1986
- SIMONSEN, A. C.; HANSEN, P.L.; KLÖSGEN, B. Nanobubbles give evidence of incomplete wetting at a hydrophobic interface. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 273, n. 1, p. 291-299, 2004.
- SOKOLICHIN, A., EIGENBERG, G. Applicability of the standard  $k-\epsilon$  turbulence model to the dynamic simulation of bubble columns: Part I. Detailed numerical Simulations. *Chemical Engineering Science*, v.54, p.2273-2284, 1999.
- SOKOLICHIN, A., EIGENBERGER, G., LAPIN, A. Simulation of buoyancy driven bubbly flow: established simplifications and open questions. *American Institute of Chemical Engineering Journal*, v.50, p.24–45, 2004
- SOKOLICHIN, A.; EIGENBERG, G.; LAPIN, A. Simulation of Buoyancy Driven Bubbly Flow: Established Simplifications and Open Questions. *Aiche Journal*, v.50, n.1, p.24-45, Janeiro, 2004.
- SOKOLICHIN, A.; EIGENBERGER, G. Applicability of the standard turbulence model to the dynamic simulation of bubble columns: Part I. Detailed numerical simulations. *Chemical Engineering Science*, v.54, p.2273–2284, 1999
- SOKOLICHIN, A.; EIGENBERGER, G.; LAPIN, A.; LUBBERT, A. Dynamic numerical simulation of gas–liquid two-phase flows Euler/Euler versus Euler/Lagrange. *Chemical Engineering Science*, v.52 (4), p.611–626, 1997



- SOKOLOVIC, R.M.S.; VULIC, T.J.; SOKOLOVIC, S.M. Effect of bed length on steady-state coalescence of oil-in-water emulsion, *Separation and Purification Technology*, no 56, p. 79–84, Serbia and Montenegro, 2007.
- SOLARI, J.A.; GOCHIN, R.J. Fundamental Aspects of Microbubble Flotation Processes. Em: *Colloid Chemistry in Mineral Processing*, Laskowski, Js., Ralston, J. (Eds.), Asterdam: Elsevier, 1992.
- STEARNS, J.V. Fine particle flotation and the influence of dissolved gas on interparticle interactions, Doctor Thesis, University of South Australia, 2001.
- STEINBACH, S.; HAARHOFF, J. A simplified method for assessing the saturation efficiency at full-scale dissolved air flotation plants. *Water Science and Technology*, v. 38, n. 6, p. 303-310, 1998.
- TAKAHASHI, T.; MIYAHARA, T.; MOCHIZUKI, H. – Fundamental study of dissolved air pressure flotation, *J. Chem. Engng. Japan*, 12, pp. 275-280, 1979,
- TANG C, HEINDEL TJ. Time-dependent gas holdup variation in an air– water bubble column. *Chem Eng. Sci.*, v.59, p.623–32, 2004
- TANGUY, G.; SCHILTS, E.; CLAUDE, A.; LAPICQUE, F. and LECLERC, J.P. Assembly and optimization of a unit control electrocoagulation-flocculation, *Rapport propegy*, Nancy. 2001.
- TAO, D. Role of bubble size in. flotation of coarse and fine particles. *Sep. Sci. Technol.*, n. 39, p. 741–760, 2004.
- TAO, D.; YU, S. ZHOU, X.; HONAKER, R.Q.; PAREKH, B.K. Picobubble column flotation of fine coal. *International Journal of Coal Preparation and Utilization*, v. 28, n. 1, p. 1-14, 2008.
- THORAT BN, JOSHI JB. Regime transition in bubble columns: experimental and predictions. *Exp. Therm. Fluid Science*, v.28, p.423–430, 2004
- TUCKER, J.P.; DEGLON, D.A.; FRANZIDIS, J.P.; HARRIS, M.C.; O’CONNOR, C.T. An evaluation of a direct method of bubble size distribution measurement in a laboratory batch flotation cell, *Minerals Engineering*, v.7, n. 5-6, p. 667-680, 1994.
- Van BATEN, J. M.; KRISHNA, R. CFD Modeling of Bubble Column Reactor Including the Influence of Gas Contraction. *Chemical Engineering Technology*, v.27, n.12, p.1302-0308, 2004(a).
- Van BATEN, J.M; ELLENBERGER, J.; KRISHNA, R. Scale-up strategy for bubble column slurry reactors using CFD simulations. *Catalysis Today*. v.79-80, p.259-265, 2003.
- Van HAM, N.J.M.; BEHIE, L.A.; SVRCEK, W.Y. The effect of air distribution on the induced air flotation of fine oil in water emulsions, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, v. 61, no. 4, p. 541-547, 1983.
- VAZQUES, A.; SANCHEZ, R.M.; SALINAS-RODRIGUES, E.; SORIA, A.; MANASSEH, R. A look at three measurement techniques for bubble size determination. *Experimental Thermal and Fluid Science*, v. 30, n. 1, p. 49-57, 2005.
- VEERA UP, KATARIA KL, JOSHI JB. Effect of superficial gas velocity on gas hold-up profiles in foaming liquids in bubble column reactors. *Chem. Eng. Journal*, v.99, p.53–58, 2004

- WALTER K, CHRISTOPH B, PHILIPP P B, *et al.* Microbial recovery of metals from solid. *FEMS Microbiology Review*, 1997, 20: 650–617.
- WAN L J, LI Z S, WU S Z, *et al.* *The Engineering Fluid Mechanics in Porous Medium Engineering and Its Application*. Beijing: China Manufacture of Building Industry Press, 2001.
- WANG C Y, CUI X Z. Study on the technology of leaching of high alkali and low grade copper oxide ore in Xinjiang. *Xinjiang Geology*, 2001, 19(1): 70–73.
- WANG R S, XU X J, ZHANG W B. The approach to the electro-flotation. *Journal of Kunming University of Science and Technology*, 1997, 22(2): 27–31.
- WANG, T., LIN, J., HAN, M., ZHANG, T., WANG\*,J. JIN,W., Influence of the gas distributor on the local hydrodynamic behavior of an external loop airlift reactor, *Chemical Engineering Journal*, v.102, p.51-59, 2004
- WATCHARASING, S.; ANGKATHUNYAKUL, P.; CHAVADEJ S. Diesel oil removal from water by froth flotation under low interfacial tension and colloidal gas aphron conditions, *Separation and Purification Technology*, no 62 , p.118–127, USA, 2008.
- WHEELER, D. A. Column flotation - the original column. McGill University Seminar, May 1986.
- WILD, G.; PONCIN, S.; LI, H.; OLMOS, E. Some Aspects of the Hydrodynamics of Bubble Columns, *International Journal Of Chemical Reactor Engineering*, v.1 Review R7, 2003.
- WU A X, LI Q S, YIN S H. Study on the mechanism of improving the penetrability of the high-clay ore heaps. *J Xiangtan Min Inst*, 2003, 18(4): 1–4.
- WU A X, WANG H J, WANG J. New techniques of bacterial leaching in large dump of copper mine. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(6): 1100–1108.
- WYSLOUZIL, H.E. The use of column flotation to reduce residual organic levels from eletrolyte solutions. Prepared for Expomin '94, Santiago - Chile, 1994.
- XIAO-BING, L. ; JIONG-TIAN, L.; YONG-TIAN, W.; CUN-YING, W.; XIAO-HUA, Z. Separation of Oil from Wastewater by Column Flotation, *Journal of China University of Mining & Technology*, no 17, pp. 0546 – 0551, 2007.
- XIE Y J. The productive status and developmental prospects of dump leaching in Jiangxi Copper Company. *Jiangxi Nonferrous Metal*, 2000, 14(2): 19–21.
- XIOFAN, Z.; REED, B.E.; WEI LIN, CARRIERE, P.E.; ROARK, G. Investigation of emulsified oil wastewater treatment with polymers, *Separation Science and Technology*, v.. 32, n. 13, p. 2173-2187, 1997.
- XIOFAN, Z.; REED, B.E.; WEI LIN; CARRIERE, P.E.; ROARK, G. Investigation of emulsified oil wastewater treatment with polymers, *Separation Science and Technology*, v. 32, No. 13, p. 2173-2187, 1997.
- YAMAMOTO, S.; KAKIHANA, M.; KATO, S.; A polymer complex solution route to the low- temperature synthesis of tetragonal Zr 0.88Ce0.12O2 with a reduced amount of organic substance, *Journal of Alloys and Compounds*, n° 297, p.81-86, Japan, 2000.
- YANG, C.; ZHANG, G.; NANPING-Xu; SHI, J. Preparation and application in oil water separation of ZrO<sub>2</sub>/α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> MF membranes, *Journal of membrane science*, n° 142, p. 235-243, China, 1998.

- YIANATOS, J.; BERGH, L.; CONDORI, P.; AGUILERA, J. Hydrodynamic and metallurgical characterization of industrial flotation banks for control purposes. *Minerals Engineering*, n. 14, p. 1033–1046, 2001.
- YIANATOS, J.B. Fluid flow and kinetic modelling in flotation related processes: columns and mechanically agitated cells - a review. *Transactions of IChemE, Part A, Chemical Engineering Research and Design*, vol. 85, p. 1591-1603, 2007.
- YOON, R. The role of hydrodynamic and surface forces in bubble particle interaction. *International J. Miner. Process.*, 58 (2000) 129–143.
- YU Y F. Dressing technology of reo ore and its development in China. *Journal of China University of Mining & Technology*, 2001, 30(6): 537–543.
- ZHANG, H.; FANG, S.; Ye, C.; WANG, M.; CHENG, H.; WEN, H.; MENG X. Treatment of waste filature oil/water emulsion by combined demulsification and reverse osmosis, *Separation and Purification Technology*, n° 63, p. 264–268, China, 2008.
- ZHOU, Z.A.; XU, Z.; FINCH, J.A. On the role of cavitation in particle collection during flotation – a critical review. *Minerals Engineering*, v. 7, n. 9, p. 1073-1084, 1994.

## **APÊNDICES**

## **APÊNDICE I**

*(A Caracterização da Unidade Experimental)*

### **i.1 - O cálculo do volume interno da coluna**

O volume interno da coluna foi medido pelo método de preenchimento e pesagem de líquido contido em seu interior. O valor obtido a partir deste método, foi de  $3,405 \pm 0,030$  litros. A temperatura de operação do equipamento durante as medições variou entre  $25,4^{\circ}\text{C}$  e  $25,9^{\circ}\text{C}$ , o que não apresenta significativos desvios para as propriedades da fase líquida, sólida ou o volume interno da coluna. A Tabela i.1 apresenta os resultados dos cálculos dos volumes internos das seções da coluna de bolhas.

Tabela i.1 – Volumes internos das seções CF, CC, FC e medidos por pesagem da água contida em seu interior.

Seção	Volume ( $\text{cm}^3$ )
CF	$1256 \pm 10$
CC	$631 \pm 10$
FC	$1588 \pm 10$
Total	$3405 \pm 30$

### **i.2 - A medida da capacidade de descarga de cada um dos bocais difusores**

As medidas de capacidade de descarga de cada um dos bocais foram feitas para os saturadores operando na pressão de 5 atm e vazão de ar de 60 L/min. Elas foram feitas para o acionamento de 1, 2 e 3 bocais alimentados por um mesmo saturador considerando que as capacidades de descargas dos bocais são as mesmas para o escoamento do conteúdo da coluna sendo retirado no *overflow* ou no *underflow* e com base nisto seguiu o seguinte procedimento experimental.

Com a coluna de bolhas totalmente preenchida com água, era acionado o bocal a ser caracterizado. Após 30 segundos de operação, o conteúdo transbordante da coluna de bolhas era coletado por durante 180 segundos, tendo sua temperatura e pH anotados. O material coletado era então pesado. Cada medida era feita em 5 réplicas para posterior cálculo dos respectivos valores médios e desvios padrões. A Tabela i.1 apresenta os resultados destes testes.

Tabela i.1 – Resultado da mediada da capacidade de descarga de cada bocal difusor com os saturadores operados à pressão de 5 atm.

Número do Bocal Difusor	Vazão de Descarga (L/min)
1	1,65±0,02
2	1,63±0,03
3	1,67±0,02
4	1,62±0,01
5	1,63±0,02
6	1,63±0,03
7	1,45±0,03
8	1,52±0,20
9	1,63±0,02
10	1,66±0,01
11	1,65±0,01
12	1,62±0,03

### i.3 - A determinação da composição da mistura proveniente dos saturadores.

Para a caracterização da mistura proveniente dos saturadores, a distribuição de diâmetros de bolhas de ar foi feita pela análise de imagens descrita no Apêndice II.

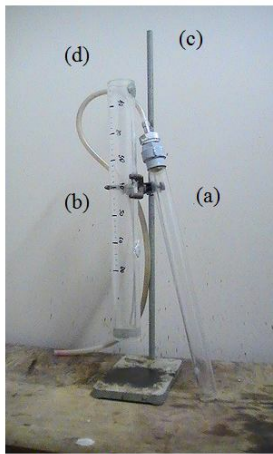


Figura i.1 – Coletor para a fase gasosa

A medida do  $\varepsilon_G$  de ar da mistura proveniente dos saturadores feita pelo método da coleta das fases (MCF) segundo as técnicas descritas por GORAIN et al., 1996; BURGESS, 1997; DEGLON et al., 2000. A fase líquida era coletada diretamente na base da coluna de bolhas e sua massa ( $m_{w1}$ ) e temperatura ( $T_{w1}$ ) eram anotadas. A fase gasosa era coletada pelo coletor para a fase gasosa. A Figura i.1 é uma foto ilustrativa do coletor da fase gasosa utilizado para a quantificação do  $\varepsilon_G$  da mistura proveniente do saturador. Nela estão destacados os tubos interno (a) e externo (b), com graduação, o suporte (c) e a mangueira de coleta (d). Uma das extremidades da mangueira era conectada ao overflow da coluna de bolhas e vedada hermeticamente, evitando assim o vazamento de gás. Na outra extremidade, o tubo central graduado que inicialmente era totalmente preenchido com água e submerso no tubo externo. O tubo externo era fechado em sua porção inferior, de forma que o volume de ar que entrava no tubo interno provocava um transbordamento de igual volume de água, para fora do cilindro do tubo externo. O volume de ar era corrigido pela pressão interna ( $P_{w2}$ ) que era obtida da diferença entre o nível do líquido exposto à atmosfera e o nível na porção interna do amostrador. A massa de água transbordada ( $m_{w2}$ ) era medida e com base na temperatura da amostra ( $T_{w2}$ ), calculava-se o seu volume. A partir dos dados de  $T_{w1}$ ,  $T_{w2}$ ,  $P_{w2}$ ,

$m_{w1}$  e  $m_{w2}$ , Equação (2.6) era utilizada para o cálculo da fração de volume de ar da mistura proveniente do saturador. E os volumes das fases gasosa ( $V_G$ ) e líquida ( $V_L$ ), calculados pelas Equações (i.1) e (i.2):

$$V_L = \frac{m_{w1}}{\rho(T_{w1})} \quad (i.1)$$

$$V_G = \left( \frac{m_{w2}}{\rho(T_{w2})} \right) * \frac{P_{w2}}{P_{atm}} \quad (i.2)$$

Os testes foram conduzidos para os saturadores sendo operados a 2, 3, 4 e 5 atm. Os resultados dos experimentos e o valor teórico estão apresentados na Figura i.2.

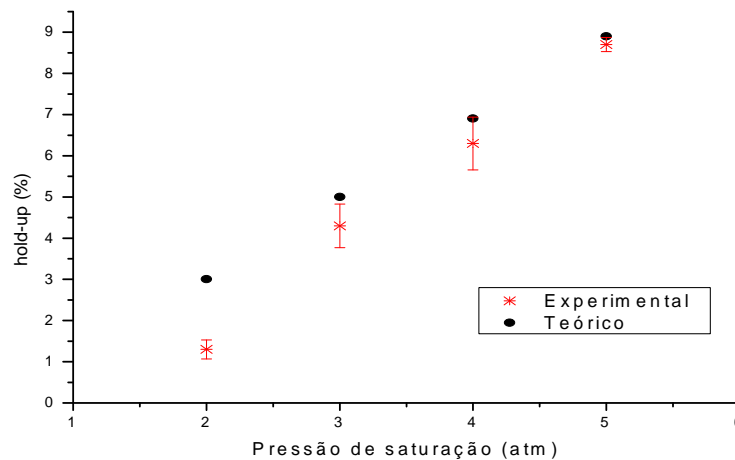


Figura i.2 – Os resultados experimentais dos testes de composição da mistura saturada pelos saturadores operados a 2, 3 4 e 5 atm e o valor teórico estabelecido pela lei de Henry.

#### i.4 - A medida de desempenho dos saturadores

Duas metodologias foram empregadas para a medida da cinética de operação dos saturadores: o método de coleta das fases (MCF) e o método de medida da mudança na posição axial da interface água-ar causada pela separação da fase gasosa (MSF).

Em ambos os casos os níveis de enchimento dos saturadores eram mantidos a  $\frac{3}{4}$  de sua capacidade total. A vazão de ar afluente dos saturadores era medida através do uso de um rotâmetro posicionado a jusante do saturador. A vazão de ar, no valor de 60 L/min, era controlada pelo uso de uma válvula agulha.

No método I (MCF): Finalizado o tempo de saturação e com a coluna inicialmente cheia de água, o conteúdo do saturador era alimentado à coluna de saturação. Decorridos 7 minutos de operação da coluna de bolhas, considerava-se a estabilidade do sistema e iniciava-se a coleta do material efluente, com a fase líquida coletada no *underflow* e a fase gasosa no

*overflow*. A coleta era feita por durante 10 segundos. Após a coleta o conteúdo restante no saturador era descartado. O procedimento adotado foi reiniciado por 60 vezes e a cada vez com um atraso de 10 segundos com o intuito de compor uma curva em que os pontos experimentais estivessem dispostos em intervalos regulares de 10 segundos.

No método II (MSF): Finalizado o tempo de

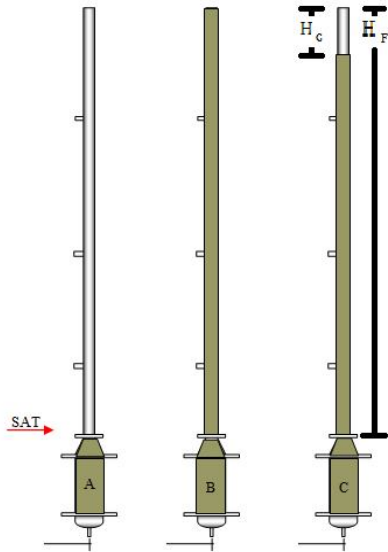


Figura i.3 – Etapas do método da separação das fases (MSF)

saturação e com a coluna preenchida com água até o nível do flange superior (detalhe Figura i.2 – A), o conteúdo do saturador era alimentado (através de um bocal difusor posicionado no flange superior - SAT) até o total preenchimento da coluna (detalhe Figura i.2 – B). Aguardava-se a emersão das bolhas de ar e media-se a variação da posição axial da interface água-ar no cilindro do flutador (detalhe Figura i.2 – C).

O  $\varepsilon_G$  da mistura era então calculado através da Equação (i.3):

$$\varepsilon_G = \frac{H_G}{H_F} \quad (i.3)$$

Sendo que  $H_G$  é a variação da posição axial da interface água-ar;  $H_F$  é a extensão total do cilindro do flutador.

A comparação entre os métodos indicou um desvio de -13% nos valores de hold ups obtidos pelo método MSF, sendo que o saturador 1 apresentou um desempenho na ordem 0,1% melhor que o saturador 2. O resultado da medida da cinética de saturação, para o saturador 1, por este método está apresentado na Figura i.3.

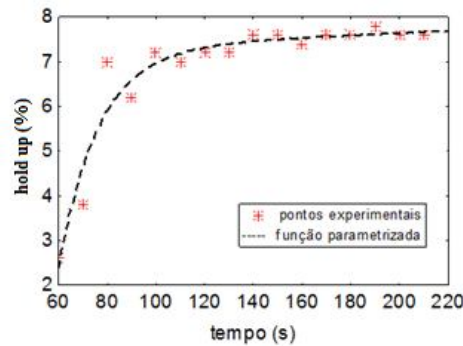


Figura i.3 – Os *hold ups* das misturas provenientes do saturador 1 em função dos tempos de saturação.



## APÊNDICE II

*(Metodologias Para as Medidas do Diâmetro de Bolhas e Fração Volumétrica nas Seções da Coluna)*

### ii.1 - A medida experimental de distribuição de diâmetros de bolhas por microscopia

A amostragem era feita através de um tubo de aço de 3 mm de diâmetro por 12 cm de comprimento, disposto a 45°, que se estendia até o centro da coluna (ponto 6 da Figura 3.4).

A Figura ii.1 ilustra o conjunto de equipamentos usado para a coleta e medição da distribuição dos diâmetros de bolhas que era constituído de um microscópio óptico conectado a um amostrador de bolhas similar ao proposto por RUBIO (2003).



Figura ii.1 – Ilustração dos equipamentos que compõe o sistema para medida da distribuição de diâmetro de bolhas por microscopia.

Nela se encontram destacados: o microscópio ótico, a câmera de vídeo de alta velocidade, o amostrador de bolhas, a gravadora de vídeo, e a luminária. Uma bomba peristáltica instalada a jusante ao amostrador era usada para o controle de sucção de bolhas amostradas.

A Figura ii.2 ilustra o esquema de montagem do aparato de captura de imagem por microscopia.

Durante os testes exploratórios eram avaliados os tempos: de estabilização do sistema, de sucção da amostra e para a filmagem da superfície do amostrador que propiciavam menores sobreposição e coalescência de bolhas garantindo assim maior reprodutividade para o procedimento de coleta de dados. Durante esses testes foram também testados diferentes

técnicas de iluminação e materiais para a difusão da luz que possibilitassem uma melhor definição para os contornos das bolhas amostradas.

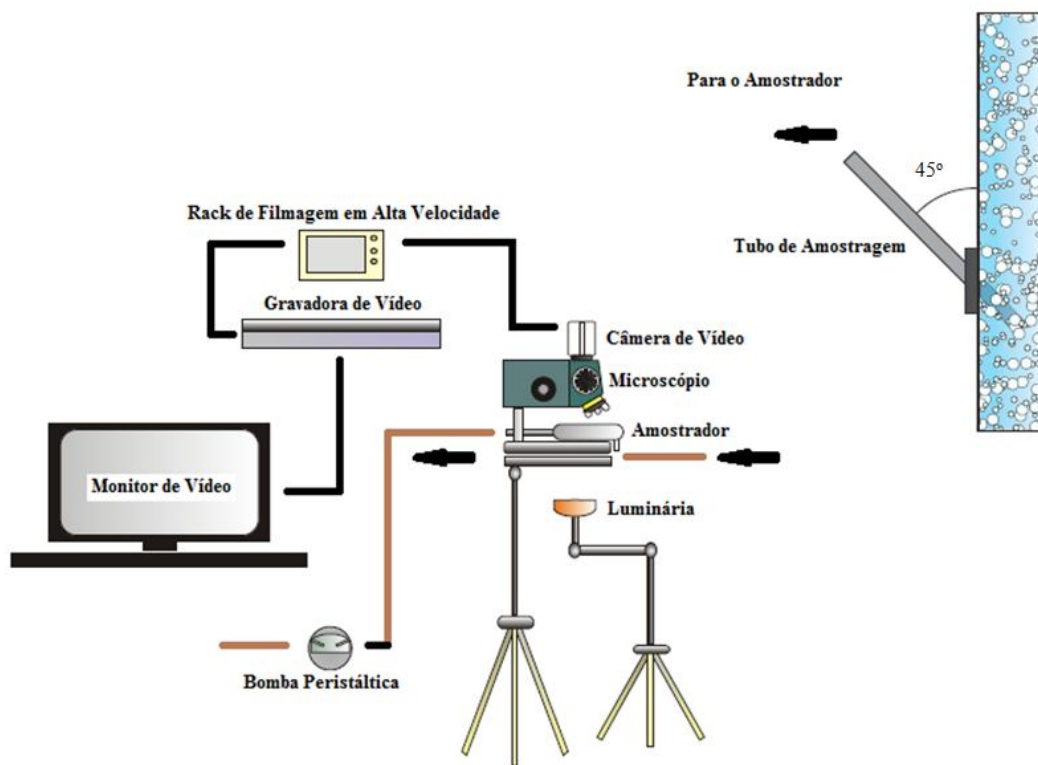


Figura ii.2 – Esquema ilustrativo do sistema de filmagem por microscopia

Com base nesses testes, a amostragem isocinética era feita após 12 minutos de operação, para o tempo de sucção de 8s e o tempo de varredura de 1,8 minutos, minimizando assim os erros experimentais. O desligamento da bomba interrompia o escoamento e assim as bolhas permaneciam aprisionadas na célula, em contato com a placa de vidro superior. Em seguida eram capturadas as imagens em vídeo e posteriormente fotografadas.

Era então feita a filmagem em varredura do conteúdo do amostrador por microscopia com a ampliação de 500x. As imagens de vídeo de alta velocidade (125 quadros por segundo) eram reproduzidas a 10 ou 60 quadros por segundos e gravadas. Posteriormente a gravação era reproduzida para a captura das imagens estáticas, que eram em número de aproximadamente 30 e para isto o procedimento anterior era repetido quantas vezes necessárias. As bolhas eram então dimensionadas através do software GLOBAL LAB image/2 v 2.60 e com o auxílio de uma planilha Excel o diâmetro médio aritmético da amostra ( $d_M$ ). Procedia-se a mensuração das bolhas até que os trinta valores de  $d_M$  calculados produzissem diferenças menores que  $0,1 \mu\text{m}$ .

A verificação da qualidade dos dados obtidos pelo procedimento experimental foi realizada para duas velocidades superficiais de líquido ( $J_L$ ), com e sem o uso de tensoativo no interior da coluna em 5 réplicas cada, totalizando em 10 réplicas para cada  $J_L$  e os valores de  $d_M$  obtidos proporcionou aos cálculos dos desvios padrões das medidas que foram de 1,5% (com tensoativo) e 0,8% (sem tensoativo) do valor da média obtida para  $J_L=0$  cm/s e 3,1% (com tensoativo) e 4,3% (sem tensoativo) para  $J_L=-0,4$ cm/s, respectivamente. Os respectivos valores de desvios padrões foram considerados válidos como medida dos prováveis erros experimentais. O valor do  $d_M$  para cada um dos pontos replicados foram então calculados a partir dos respectivos números totais de bolhas amostradas sem o uso de tensoativo.

Para a quantificação das bolhas contidas no efluente do underflow era feita a amostragem no fundo da coluna seguindo o mesmo procedimento acima relatado.

O erro global cometido nas medidas de distribuição de tamanho de bolha deve-se a dois fatores principais. O primeiro está relacionado a qualidade da imagem e é inerente aos procedimentos de aquisição e processamento das imagens empregados segundo a técnica.

A segunda fonte de erro está relacionada com a forma adquirida pela bolha ao repousar debaixo de uma superfície (lâmina de vidro). A partir deste fato dois aspectos devem ser considerados. O primeiro é a divergência da forma esférica das bolhas devido à pressão hidrostática. Este erro é função do diâmetro da bolha. Para diâmetros de bolha até 1,5 mm o diâmetro real segundo Teorema de Pappus é praticamente igual ao medido pela técnica.

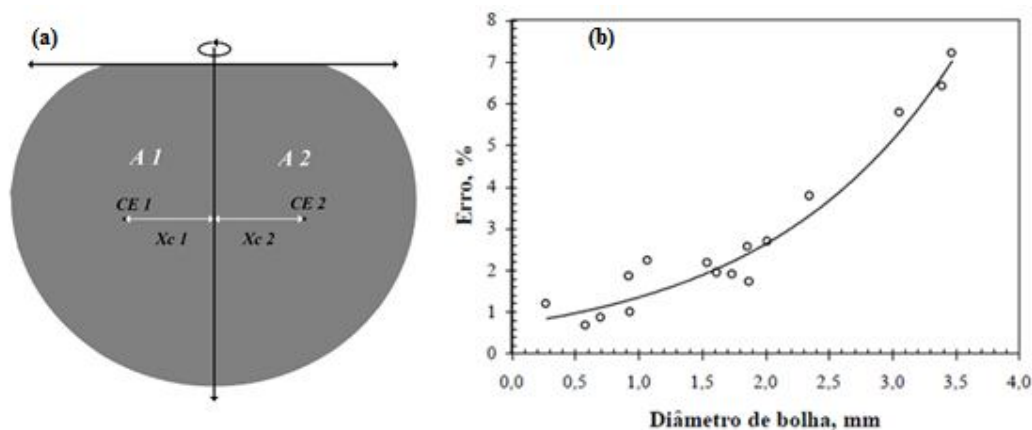


Figura ii.3 – Ilustração explicativa sobre o teorema de Pappus

O teorema de Pappus (290-350 d.C.) diz que o volume de um sólido de revolução obtido pela rotação de uma região  $R$  em torno do eixo vertical  $y$  que não a intercepte pode ser calculado pela fórmula:  $V = 2 X_c A$  onde  $X_c$  é a abscissa do centróide  $CE$  da região  $R$ , de área  $A$ . O centro de massa,  $CM$ , de um corpo homogêneo, isto é, com densidade constante, depende apenas da

geometria deste corpo. Neste caso, o *CM* é denominado *centróide* do corpo, *CE*, ou centro geométrico. A Figura ii.3a apresenta os valores de prováveis erros nas medidas de diâmetros de bolhas feitas verticalmente.

## ii.2 - A medida experimental de distribuição de diâmetros de bolhas por filmagem direta do CF.

Com o intuito de possibilitar a medida de bolhas de diâmetros superiores aos mensuráveis por microscopia foi adotada a técnica de filmagem direta da coluna de bolhas. Para isto montou-se o sistema esquematizado na Figura ii.3.

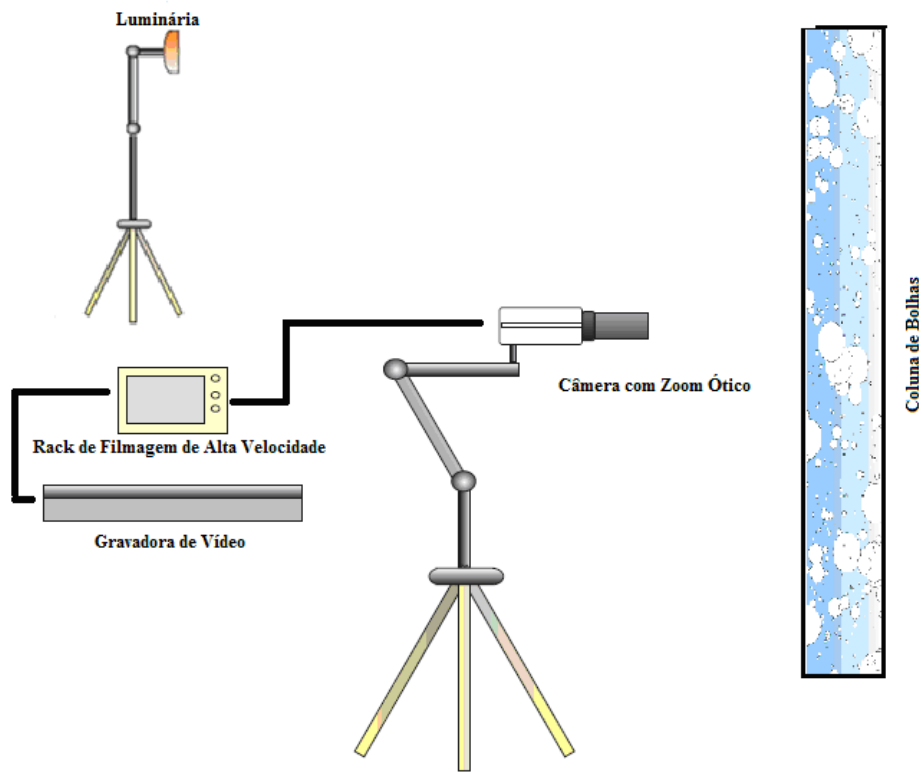


Figura ii.3 – Esquema do aparato experimental montado para a filmagem direta da coluna de bolhas

Assim como no sistema de captura de imagem por microscopia, o cilindro da coluna era filmado a 125 quadros por segundo para a posterior reprodução em 10 ou 60 quadros por segundo, porém na posição axial 60 cm. Nesta condição, as imagens eram gravadas através do uso de uma gravadora de vídeo para posterior captura das imagens estáticas. Para o dimensionamento das bolhas observadas a imagem estática era ampliada e projetada pelo uso de um projetor multimídia por sobre um painel de papel milimetrado, para a medida do diâmetro e calcularem-se as velocidades médias das bolhas. Para compensar a distorção da

imagem, uma esfera de diâmetro conhecido foi fotografada e o percentual médio das distorções para diferentes posições radiais foi considerado no dimensionamento das bolhas. Neste caso o diâmetro de cada bolha era obtido considerando a média aritmética entre a maior e a menor dimensão medidas e proporcionalmente corrigidas. Assim como no método anteriormente descrito, os testes preliminares foram realizados em 5 réplicas, porém somente sem o uso de tensoativo e os desvios padrão obtidos foram de aproximadamente 33 % e 5,6% do valor da média aritmética para os maior e menor valores extremos de velocidades  $J_L$ , respectivamente.

### **ii.3 - A medida de fração de volume nas seções coluna de bolhas**

Para a medida dos  $\varepsilon_G$  das seções da coluna de bolhas procedeu-se conforme uma adaptação da metodologia relatada por DOBBY YIANATOS e FINCH (1986) que emprega a diferença e pressão entre duas seções adjacentes.

Os manômetros consistem de tubos plásticos transparentes em que uma das extremidades é ligada ao respectivo flange através de um controlador de fluxo e que tem a outra extremidade aberta à atmosfera.

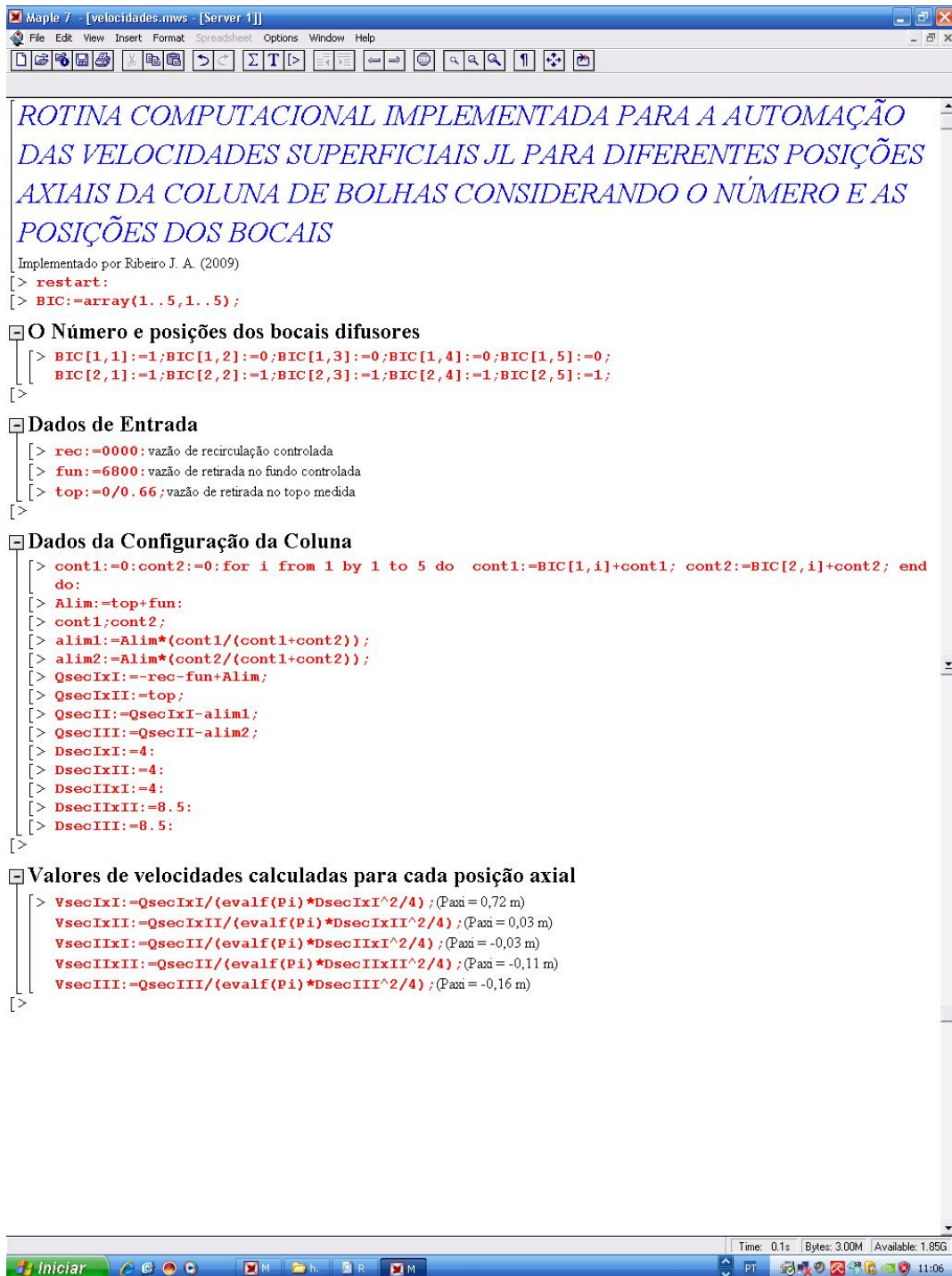
Inicialmente, com a coluna de bolhas totalmente preenchida de água, os controladores de fluxo são abertos de modo a preencher os tubos plásticos dos manômetros de água. Estando os três tubos dos manômetros totalmente preenchidos e isentos de bolhas de ar em seus interiores, os controladores de fluxos são fechados e a coluna de bolhas é esvaziada.

Operando a coluna nas condições de vazões dos referidos testes, e considerado o estacionamento das condições os controladores de fluxos foram abertos e mantidos assim até que os níveis de água no interior dos três tubos dos manômetros se estacionassem. Os abaixamentos nos níveis de líquido nos tubos eram anotados e esses dados eram utilizados na rotina computacional contida no Apêndice IV.

### APÊNDICE III

(Rotina Computacional Implementada Para a Automação do Cálculo das Velocidades Superficiais da Fase Líquida Para as Posições Axiais da Coluna de Bolhas:)

[-0,16; -0,11; -0,03; 0,03 E 0,75].



```
Maple 7 - [velocidades.mws - [Server 1]]
File Edit View Insert Format Spreadsheet Options Window Help
[Icons]

ROTINA COMPUTACIONAL IMPLEMENTADA PARA A AUTOMAÇÃO  
DAS VELOCIDADES SUPERFICIAIS JL PARA DIFERENTES POSIÇÕES  
AXIAIS DA COLUNA DE BOLHAS CONSIDERANDO O NÚMERO E AS  
POSIÇÕES DOS BOCAIS
Implementado por Ribeiro J. A. (2009)
[> restart:
[> BIC:=array(1..5,1..5);

O Número e posições dos bocais difusores
[> BIC[1,1]:=1;BIC[1,2]:=0;BIC[1,3]:=0;BIC[1,4]:=0;BIC[1,5]:=0;
[> BIC[2,1]:=1;BIC[2,2]:=1;BIC[2,3]:=1;BIC[2,4]:=1;BIC[2,5]:=1;
[>

Dados de Entrada
[> rec:=0000:vazão de recirculação controlada
[> fun:=6800:vazão de retirada no fundo controlada
[> top:=0/0.66:vazão de retirada no topo medida
[>

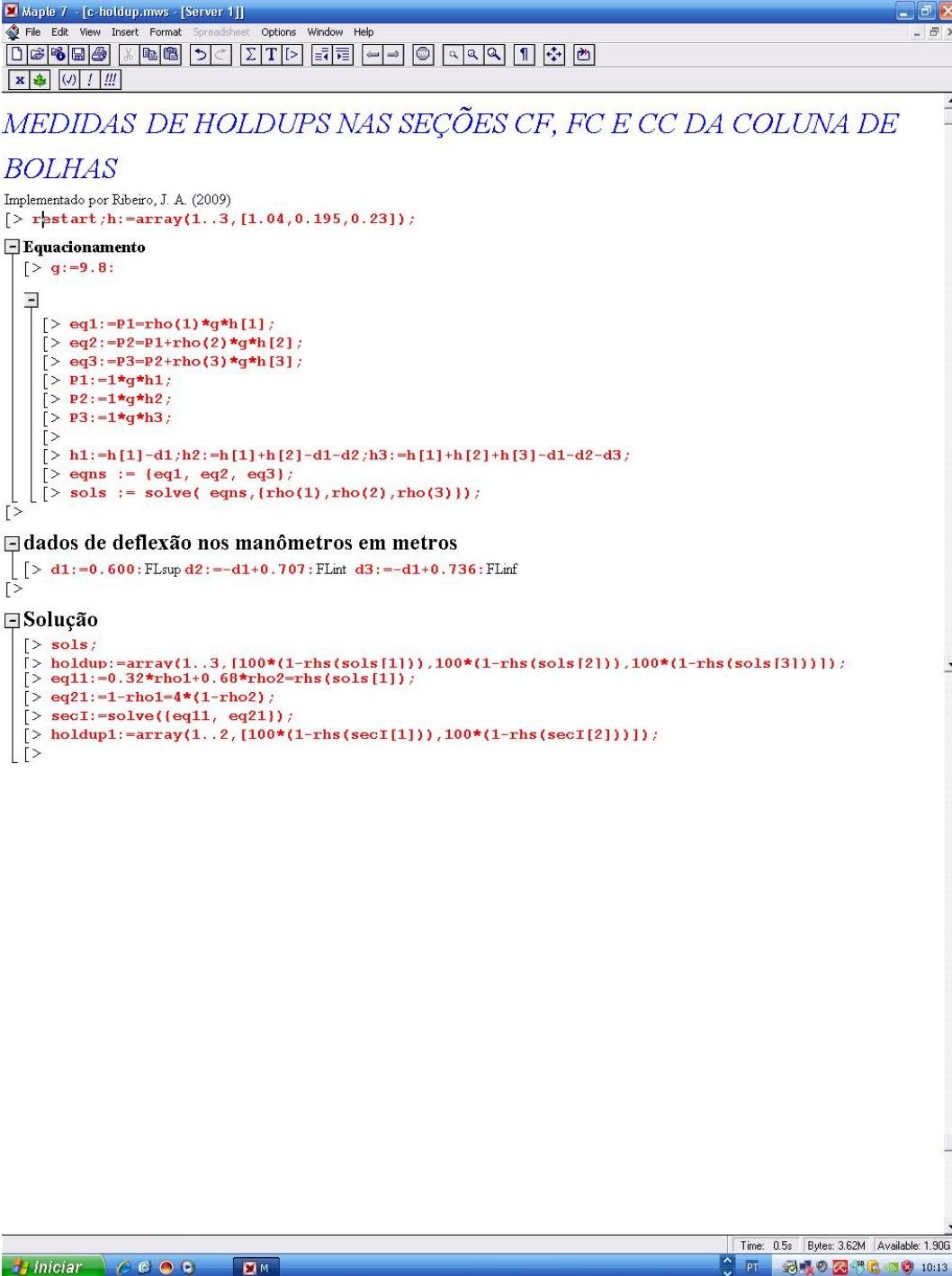
Dados da Configuração da Coluna
[> cont1:=0;cont2:=0;for i from 1 by 1 to 5 do cont1:=BIC[1,i]+cont1; cont2:=BIC[2,i]+cont2; end
do:
[> Alim:=top+fun:
[> cont1;cont2;
[> alim1:=Alim*(cont1/(cont1+cont2));
[> alim2:=Alim*(cont2/(cont1+cont2));
[> QsecIxI:=-rec-fun+Alim;
[> QsecIxII:=top;
[> QsecII:=QsecIxI-alim1;
[> QsecIII:=QsecII-alim2;
[> DsecIxI:=4;
[> DsecIxII:=4;
[> DsecIIxI:=4;
[> DsecIIxII:=8.5;
[> DsecIII:=8.5;
[>

Valores de velocidades calculadas para cada posição axial
[> VsecIxI:=QsecIxI/(evalf(Pi)*DsecIxI^2/4);(Paxi=0,72 m)
[> VsecIxII:=QsecIxII/(evalf(Pi)*DsecIxII^2/4);(Paxi=0,03 m)
[> VsecIIxI:=QsecII/(evalf(Pi)*DsecIIxI^2/4);(Paxi=-0,03 m)
[> VsecIIxII:=QsecII/(evalf(Pi)*DsecIIxII^2/4);(Paxi=-0,11 m)
[> VsecIII:=QsecIII/(evalf(Pi)*DsecIII^2/4);(Paxi=-0,16 m)
[>

Time: 0.1s Bytes: 3.00M Available: 1.85G
Iniciar [Icons] PT 11:06
```

## APÊNDICE IV

(Rotina Computacional Implementada Para a Automação do Cálculo Dos Hold Ups nas Seções Cf, Fc E Cc Por Medida de Pressão nos  $FL_{sup}$ ,  $FL_{int}$  e  $FL_{inf}$ )



```
Maple 7 - [c-holdup.mws - [Server 1]]
File Edit View Insert Format Spreadsheet Options Window Help
[Icons]
x [Icons]

MEDIDAS DE HOLDUPS NAS SEÇÕES CF, FC E CC DA COLUNA DE
BOLHAS

Implementado por Ribeiro, J. A. (2009)
[> restart; h:=array(1..3, [1.04, 0.195, 0.23]);

Equacionamento
[> g:=9.8;

[> eq1:=P1-rho(1)*g*h[1];
[> eq2:=P2-P1+rho(2)*g*h[2];
[> eq3:=P3-P2+rho(3)*g*h[3];
[> P1:=1*g*h1;
[> P2:=1*g*h2;
[> P3:=1*g*h3;
[>
[> h1:=h[1]-d1; h2:=h[1]+h[2]-d1-d2; h3:=h[1]+h[2]+h[3]-d1-d2-d3;
[> eqns := {eq1, eq2, eq3};
[> sols := solve( eqns, {rho(1), rho(2), rho(3)});

dados de deflexão nos manômetros em metros
[> d1:=0.600: FLsup d2:=-d1+0.707: FLint d3:=-d1+0.736: FLinf

Solução
[> sols;
[> holdup:=array(1..3, [100*(1-rhs(sols[1])), 100*(1-rhs(sols[2])), 100*(1-rhs(sols[3]))]);
[> eq11:=0.32*rho1+0.68*rho2=rhs(sols[1]);
[> eq21:=1-rho1=4*(1-rho2);
[> secI:=solve({eq11, eq21});
[> holdup1:=array(1..2, [100*(1-rhs(secI[1])), 100*(1-rhs(secI[2]))]);
[>
```

Time: 0.5s | Bytes: 3.62M | Available: 1.90G



## APÊNDICE V

*(As Medidas e Cálculo dos Parâmetros Fluidodinâmicos da Fase Líquida)*

### v.1 - As medidas da capacidade de dispersão da coluna de bolhas

A Figura v.1 ilustra o sistema de medida da dispersão da fase líquida que é constituído de um sensor de linha (a), um voltímetro (b) e um amperímetro (c) conectados a uma fonte



Figura v.1 – Ilustração dos equipamentos que compõe o sistema de medida de condutividade.

“estabilizada” de corrente contínua (d) que através de ajustes possibilita a variação da voltagem alimentada no sensor. O sensor é construído a partir de uma placa de Titânio (Ti) e outra também de Titânio, porém revestida com Óxido de Rutênio (TiRuO) que são anodo e catodo respectivamente e que estão paralelamente posicionadas à distância de 3mm, tendo suas áreas

expostas à solução no valor de  $3\text{mm}^2$ . Sua conformação, assim como a natureza química, o volume e concentração do traçador foram escolhidos com base em testes de precisão e exatidão no balanço de massa.

Após ajustadas todas as vazões de alimentação e retirada da coluna de bolhas e estabelecido o regime pseudoestacionário, era então, emitido um sinal de perturbação, do tipo pico, através da injeção de 5ml de solução de Cloreto de Sódio a 280 g/L, na região de alimentação (detalhe 4 da Figura 3.4), posicionada a 25 cm do topo da coluna. Anotaram-se os dados de condutividade da mistura efluente na base da coluna (detalhe 7 da Figura 3.4) em função do tempo num intervalo de 10 s.

Para a determinação da curva de concentração de traçador em função do tempo em todos os testes de medida de DTR (distribuição de tempo de residência) foram utilizadas as curvas de inferência dos condutivímetros (condutividade vs. concentração), feitas a partir das condutividades de soluções salinas, preparadas com o mesmo sal e tendo como solvente água, com as mesmas características químicas e temperatura do experimento.



A confiabilidade na medida de condutividade, como forma de determinação da concentração foi testada em sucessivos balanços de massa e os erros obtidos foram determinantes para a validade do respectivo teste.

A função  $C(t)$  foi ajustada pela equação proposta por RIBEIRO (2002) com coeficientes de correlação ( $r^2$ ) superiores a 0,99.

Para a determinação dos parâmetros dos modelos de dispersão e de tanques em série, foram calculados, por método analítico, os tempos médios e as variâncias, de acordo com os modelos apresentados na literatura através das Equações (v.1) e (v.2) seguintes (FOGLER, 1970; LEVENSPIEL, 1993):

Para o cálculo do tempo médio

$$\bar{t} = \frac{\int_0^{\infty} t C dt}{\int_0^{\infty} C dt} \quad (v.1)$$

Para o cálculo da variância.

$$\sigma^2 = \frac{\int_0^{\infty} (t - \bar{t})^2 C dt}{\int_0^{\infty} C dt} = \frac{\int_0^{\infty} t^2 C dt}{\int_0^{\infty} C dt} - \bar{t}^2 \quad (v.2)$$

Os dados de tempo médio e variância foram utilizados para o cálculo dos parâmetros hidrodinâmicos nos modelos de dispersão (N), conforme proposto pela literatura.

A Equação (v.3) é utilizada para o cálculo do número de tanques em série, por método direto, considerando a variância inicial igual a zero.

$$N = \frac{\bar{t}^2}{\Delta \sigma^2} \quad (v.3)$$

Para o cálculo da intensidade da dispersão ( $D/(uL)$ ) medida por métodos iterativos, foi utilizado a Equação (v.4):

$$\frac{\sigma^2}{\bar{t}^2} = 2 * \frac{D}{uL} - 2 * \left( \frac{D}{uL} \right)^2 \left( 1 - e^{-uL/D} \right) \quad (v.4)$$

Com o objetivo de obter um melhor ajuste para os dados e resposta foi definida a parametrização do inverso do grau de dispersão ( $(uL/D)$ ) como uma das variáveis respostas.

O parâmetro (ATZ), definido como o tempo necessário para que a primeira molécula do traçador entre em contator com o sensor, foi obtido da análise direta dos dados. O parâmetro

(VTRUE), definido como a razão entre a vazão de alimentação e o tempo médio foi calculado pela Equação (v.5):

$$Vtrue = QL * Tmed \quad (v.5)$$

## APÊNDICE VI

(Rotina Computacional Implementada Para A Automação Do Cálculo Dos Parâmetros Fluidodinâmicos Da Coluna De Bolhas.)

```
Maple 7 - [grau de dispersãoqui2.mws - [Server 1]]
File Edit View Insert Format Spreadsheet Options Window Help
P Normal Times New Roman 12 B I U
ALGORÍTMO PARA DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS FLUIDODINÂMICOS
Implementado por Ribeiro J. A. (2009)
> restart;with(plots):
> NR := proc( f, chute, imax , Erro)
> local x , n:global disp:
> x:=chute:
> for n from 1 to imax do
>   if abs( f(x)/D(f)(x) ) < Erro then break
>   else x := x - ( f(x)/D(f)(x) ):
>   fi
> od:
> if n-1=imax then print(`Não convergiu após`, n-1 ,`iterações`)
> else print(`D/(uL) após `, n-1,`iterações é :`, x)
> fi:
> disp:=x: end:
[ENTRADA DOS PARÂMETROS DA FUNÇÃO PARA OS DADOS OBTIDOS NA BASE DA COLUNA PONDERADOS PELA RESPECTIVA VAZÃO]
> a1:=0.084502602: b1:=0.022472077:
> c1:=0.022198632: d1:=82.910287:
> a2:=0.015700828: b2:=0.027981726:
> c2:=0.002373344: d2:=218.90562:
> Q:=500:Q1:=convert(Q, units, ml/min, l/s):
> ybase:=ybase1+ybase2:
[A FUNÇÃO PADRONIZADA PARA REPRESENTAÇÃO DOS PONTOS EXPERIMENTAIS]
> ybase1:=a1*b1*(exp(-b1*(x-d1))-exp(-c1*(x-d1)))/(c1-b1); ybase2:=a2*b2*(exp(-b2*(x-d2))-exp(-c2*(x-d2)))/(c2-b2);
> minimo1:=fsolve(ybase1,x); minimo2:=fsolve(ybase2,x);
> ybase1:=combine( piecewise(x>minimo1, a1*b1*(exp(-b1*(x-d1))-exp(-c1*(x-d1)))/(c1-b1), 0) );
> ybase2:=combine( piecewise(x>minimo2, a2*b2*(exp(-b2*(x-d2))-exp(-c2*(x-d2)))/(c2-b2), 0) );
[DETERMINAÇÃO DO TEMPO DE ATRAZO DE RESPOSTA]
> ybase;
[ PLOTAGEM DOS PONTOS EXPERIMENTAIS OBTIDOS NA BASE DA COLUNA]
> plot(ybase,x=minimo1..8000);
> plot1:=plot(ybase,x=minimo1..3000):
[TESTE DE CONVERGÊNCIA A ZERO DA FUNÇÃO EM TEMPO INFINITO]
> limit(ybase,x=infinity);
DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS FLUIDODINÂMICOS
[> eq1:=int(ybase*x,x=0..100000);
> eq2:=int(ybase,x=0..100000):eq3:=int(ybase*x*x,x=minimo1..100000);
[DETERMINAÇÃO DO TEMPO MÉDIO E VARIÂNCIA]
> Tmedio:=minimo1+eq1/eq2; vari:=abs(evalf(eq3/eq2-Tmedio^2));
> Vtrue:=Q1*Tmedio;
> DIF:=diff(ybase,x);
> apice:=solve(DIF,x);
[DETERMINAÇÃO DO NÚMERO DE TENQUES EM SÉRIE]
> varitheta:=vari/Tmedio^2:N:=1/varitheta;
[ALGORITMO DE NEWTON RAPHSON PARA DETERMINAÇÃO DO GRAU DE DISPERSÃO]
> h:=x->2*x-2*x^2*(1-exp(-1/x))-vari/Tmedio^2:
> NR(h, 0.009 , 10, .000000001);
> NR(h, 0.9 , 100, .00000001);
> NR(h, 1.5 , 500, .00000001);
> NR(h, 0.09 , 100, .00000001);
> massa:=int(ybase,x=0..infinity);
> resp:=linalg[matrix](2,8,["atraso","apice","Tmedio","varianc","Vtrue","N","disp","erro",
% ,minimo1,apice,Tmedio,vari,Vtrue,N,disp,1*abs(1-massa)]):
[Apresentação dos Resultados na forma matricial]
> resp;
```

## **APÊNDICE VII**

*(Preparo e Caracterização das Misturas Oleosas)*

### **vii.1 - Metodologia de preparo da emulsão**

A Figura vii.1 apresenta uma foto do sistema utilizado para preparo das emulsões utilizadas durante os experimentos de recuperação de óleo a altas concentrações em sistema batelada. O sistema era constituído de um suporte (a), um agitador mecânico com controle de velocidade de giro (b), um becker de capacidade 2,5 Litros (c).

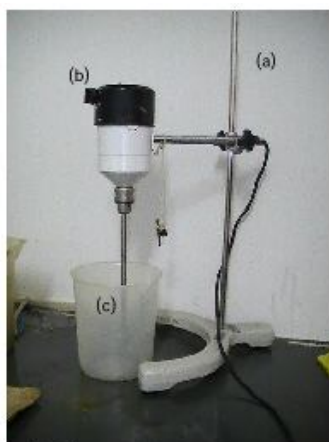


Figura vii.1 – Sistema utilizado para a preparação das emulsões

Em um becker de capacidade para 2,5 litros, o óleo era adicionado à água e agitado a 2500 RPM por durante 30 minutos. Após a agitação uma alíquota de 1 ml da emulsão resultante era coletada para os testes de estabilidade. O óleo de soja era adicionado a 1 litro de água e após a mistura ter sido agitada por 30 minutos, acrescentava-se água até o volume de emulsão proposto para o teste. A emulsão formada era homogeneizada e uma alíquota era acidificada com ácido clorídrico até um pH inferior a 2 e reservada, para os testes de estabilidade.

### **vii.2 - A determinação da estabilidade das emulsões preparadas**

Para a verificação da estabilidade das emulsões utilizadas nos testes de desempenho da coluna de bolhas no tratamento de misturas oleosas, foram consorciadas duas metodologias, conforme sugeridas por HUNTER *et al.* (2008): Medida de distribuição de diâmetros de gotículas (MDDG) e o teste de variação de quantidade de óleo sobrenadante (VVO).

Para os testes de MDDG, as distribuições de diâmetros de gotículas de óleo emulsionado foram obtidas por meio da técnica de difração de raios *laser*, utilizando o equipamento analisador de tamanho de partícula Malvern Mastersizer Microplus MAF 5001<sup>®</sup> ilustrado na Figura vii.2. O princípio de funcionamento deste equipamento está baseado na difração da luz laser. Segundo este princípio o ângulo de difração da luz laser é inversamente proporcional ao tamanho da partícula.

A análise foi realizada em um laboratório de Sistemas Particulados da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

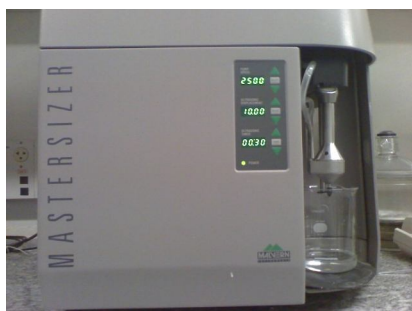


Figura vii.2 – Analisador Mastersizer utilizado para medida de distribuição de diâmetro de gotículas de óleo.

A velocidade da rotação foi de 2500 rpm, o suficiente para homogeneizar a amostra, e ao mesmo tempo evitar a formação excessiva de bolhas.

Realizava-se então a aquisição da distribuição de diâmetros do material particulado em suspensão, mediante o uso do *software* do equipamento analisador de tamanho de partícula. Ao término de cada análise, o *software* fornecia os dados de distribuição granulométrica na forma de um histograma, as frações volumétricas acumulativas e seus diâmetro médio de Sauter ( $d_s$ ) e maior diâmetro encontrado ( $d_{100\%}$ ).

Esses valores foram então comparados aos valores característicos encontrados tipicamente em emulsões estáveis.

Para o método VVO, uma amostra da emulsão preparada permanecia em repouso por 12 horas e o volume de sobrenadante era medido e comparado aos valores aceitáveis fornecidos pela literatura consultada.

### vii.3 - A quantificação do óleo recuperado e do óleo em emulsão

Determinação do volume de óleo recuperado - O óleo sobrenadante coletado que estava presente em duas fases (emulsão de água em óleo na porção superior e emulsão de óleo

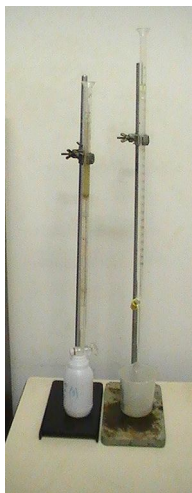


Figura vii.3 – Buretas utilizadas para a separação e quantificação do sobrenadante

em água na porção inferior) era transferido para uma bureta de capacidade 25 ml onde era quantificado o seu volume e separado da emulsão de óleo em água ainda presente. A emulsão de água em óleo era então aquecida em estufa por 3 horas até a total evaporação da água presente. O óleo resultante era então pesado e o valor obtido anotado para os cálculos de teor, recuperação e para o balanço de massa.

Determinação da concentração de óleo em emulsão: A concentração de óleo foi determinada por um analisador Horiba OCMA-220. O princípio de operação deste equipamento está baseado no fato de que quase todos os óleos absorvem energia do espectro infravermelho com comprimento de onda entre 3,4 e 3,5  $\mu\text{m}$ . A água também absorve energia nesta banda de luz infravermelha, mas alguns solventes, como por exemplo, os fluoroclorocarbonos, não absorvem. Deste modo o conteúdo de óleo presente na amostra pode ser determinado por um analisador infravermelho realizando-se uma extração, com algum solvente específico do óleo da amostra. O solvente utilizado para as análises de teor de óleo foi o Flon S316.

Nos ensaios de separação de óleo por flotação e por inversão de fases empregou-se como agente desestabilizante o polímero floculante não iônico álcool polivinílico  $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$ ,  $\text{PM} = 72.000$ , fabricado pela Vetec. Este produto, adquirido na forma granulada, foi previamente solubilizado em água destilada a  $50^\circ\text{C}$  formando uma solução “stock” com  $20.000 \text{ mg/L}$ .

## APÊNDICE VIII

*(Estudo da taxa de recuperação de óleo em função das concentrações de óleo e de ar e tempo de carregamento):*

O modelo empírico obtido a partir da múltipla regressão possibilita a simulação de algumas condições experimentais importantes para o estudo do comportamento cinético do sistema. Como sugerido por FOGLER, a análise da taxa, frente a mudança de valores de uma única variável será a técnica adotada no estudo das propriedades do sistema.

A partir da Equação 16 decodificada, do volume de óleo inicial e do tempo de batelada é possível ter-se uma estimativa razoável para a taxa de remoção de óleo para os seus respectivos valores das variáveis de controle TC, REL e VO. A Equação viii.1 é o modelo matemático que permite o cálculo da taxa através dos valores daquelas variáveis.

$$r_o = \frac{\Delta o}{\Delta t} = \frac{do}{dt} = \frac{Ec * VO}{Tb} = \frac{Ec * VO * \left[ 1 - \frac{1}{REL + 1} \right]}{Tb} \quad (\text{viii.1})$$

*As influências das variáveis: concentração de óleo no interior da coluna, quantidade total de ar utilizada e tempo de carregamento, sobre a taxa de recuperação de óleo.*

As equações que relacionam as variáveis adimensionais: concentração total de óleo (CI) e a quantidade total de bolhas (Cb) utilizada no processo em função das variáveis VO e REL são respectivamente as equações (viii.2) e (viii.3):

$$CI = Vo / 3,4 \quad (\text{viii.2})$$

$$Cb = \frac{0,086}{1 + REL} \quad (\text{viii.3})$$

\* O valor 0,086 é o  $\varepsilon_G$  de alimentação da mistura saturada.

Considerando uma taxa de perda de bolhas de ar durante a primeira etapa de cada teste do procedimento experimental, é de se esperar que quanto menor a duração desta etapa, maior a quantidade de bolhas disponíveis ao final dela.

Tornando fixos os valores das variáveis REL e TC, é possível estabelecer o modelo matemático que relaciona a variação da taxas de recuperação de óleo em função da concentração de óleo a uma dada concentração de bolhas.

Para baixo tempo de carregamento ( $TC=1,9$  min.)

Para isto estabeleceu-se um valor para a variável TC, em seu menor nível e a partir das equações viii.1, viii.2 e viii.3, foram obtidos valores para a taxa em função da concentração de óleo para três diferentes níveis de concentrações de bolhas. Estes dados estão ilustrados na Figura viii.1.

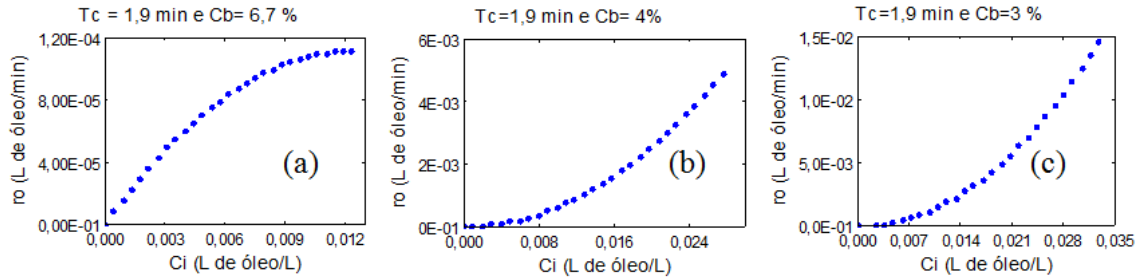


Figura viii.1– As taxas de recuperação de óleo em função da concentração interna de óleo para o tempo de carregamento de 1,9 min e Cb de 6,7% (a), 4% (b) e 3% (c)

É possível observar na figura a mudança na concavidade das curvas que relacionam estas variáveis. Quando as curvas (c) e (b) são comparadas nota-se também que a diminuição de Cb promove a um incremento no diferencial da taxa de recuperação de óleo (ro). Esta mudança de concavidade indica que provavelmente, em condições operacionais diferentes o processo global de inversão de fases é conduzido por mecanismos distintos.

As parametrizações das curvas representadas nas Figuras viii.1-a, viii.1-b e viii.1-c gerou o sistema de Equações viii.4, com os respectivos coeficientes de correlações quadráticos superiores a 0,99.

$$\begin{cases} ro = +0,018031Ci - 0,728242Ci^2 \\ ro = -0,003112Ci + 6,528587Ci^2 \\ ro = -0,025141Ci + 14,15654Ci^2 \end{cases} \quad (\text{viii.4})$$

Aparentemente, para todos os casos, as equações apresentadas podem ser obtidas pela associação de dois modelos cinéticos e que um deles é um modelo cinético de primeira ordem, este último, segundo a literatura consultada, típico dos processos de flotação. De maneira geral, nos processos de adsorção, o aumento da concentração do adsorbato reduz a disponibilidade dos sítios de adsorção, para este caso, o próprio adsorbato é o adsortivo, logo o aumento na concentração do adsorbato aumenta a disponibilidade do adsorvedor.



É possível agora estabelecer uma relação entre a variável  $C_b$  e os coeficientes do sistema de Equações viii.4.

“A” é a representação matricial do sistema, sendo que os valores apresentados na coluna 1 são os coeficientes dos termos lineares do sistema de equações ( $K1=f(C_b)$ ), os apresentados na coluna 2 são os coeficientes dos termos quadráticos do sistema ( $K2=f(C_b)$ ) e na coluna 3 estão os seus respectivos valores de  $C_b$  na unidade L de ar/L. É possível observar uma relação direta entre a concentração de bolhas e o coeficiente do termo linear e inversa entre o *hold up* e o termo quadrático da equação.

$$A = \begin{bmatrix} -0,03 & 14,16 & 0,030 \\ 0 & 6,53 & 0,041 \\ 0,02 & -0,73 & 0,067 \end{bmatrix}$$

Através da análise por regressão não linear foram obtidas as Equações viii.5 e viii.6 que relacionam os novos coeficientes com os valores de  $C_b$ . Os coeficientes de correlação quadráticos foram sempre superiores a 0,99.

$$K1 = 0,05 - 0,0023/C_b \quad (\text{viii.5})$$

$$K2 = -12,92 + 0,80820/C_b \quad (\text{viii.6})$$

Então a função matemática da taxa estabelecida ao tempo de carregamento de 1,9 min é dada pela Equação viii.7.

$$r_o = (0,05 - 0,0023/C_b) * C_i + (-12,92 + 0,8082/C_b) * C_i^2 \quad (\text{viii.7})$$

Considerando que o modelo matemático deve ser representativo do comportamento físico do sistema em qualquer condição operacional, o mesmo procedimento foi efetuado para o tempo de carregamento de 6,7 minutos.

*Para alto tempo de carregamento ( $TC=6,7$  min.)*

A Figura 4.52 é a representação gráfica que relaciona as taxas de recuperação de óleo em função da concentração interna de óleo para o tempo de carregamento de 6,7 minutos. As curvas (a), (b) e (c) representam as taxas para as concentrações de ar de 6,7%, 4,0% e 3,1%, respectivamente.

É possível observar que as curvas, assim como na Figura 4.40 apresentam um comportamento não linear em, com concavidade variável em função do nível de concentração de ar e que a mudança de concavidade é observada para uma menor concentração de bolhas quando comparados os diferentes tempos de carregamentos apresentados.

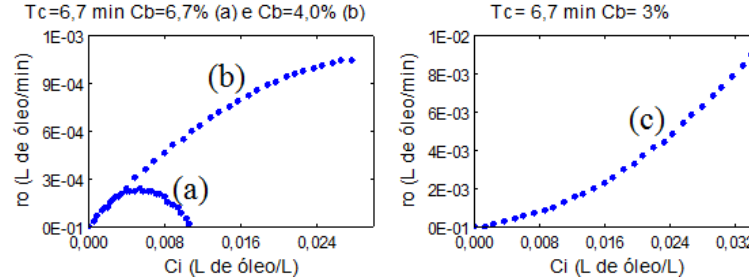


Figura viii.2 - As taxas de recuperação de óleo em função da concentração interna de óleo para o tempo de carregamento de 6,7 min e os valores de Cb de 6,7% (a), 4% (b) e 3% (c)

Procedendo-se segundo a metodologia descrita anteriormente, é possível obter a seguinte expressão matemática que descreve a taxa de remoção de óleo em função das variáveis Ci (concentração interna de óleo) e Cb ( $\varepsilon_G$  de ar do sistema).

$$ro = (0,09 - 0,0016 / Cb) * Ci + (-14,47 + 0,5724 / Cb) * Ci^2 \quad (\text{viii.8})$$

Para médio tempo de carregamento ( $TC=4,4$  min)

A mesma técnica foi aplicada para o tempo de carregamento de 4,4 minutos e a Equação viii.9 é o resultado obtido:

$$ro = (0,07 - 0,0019 / Cb) * Ci + (-13,46 + 0,6554 / Cb) * Ci^2 \quad (\text{viii.9})$$

Genericamente, a equação da taxa pode então ser escrita, a TC constante, na forma da Equação viii.10:

$$ro = (K_1 + K_2 / Cb) * Ci + (K_3 + K_4 / Cb) * Ci^2 \quad (\text{viii.10})$$

A partir do mesmo tratamento apresentado anteriormente, agora para os níveis -1,4, 0 e 1,4 da variável Tc, são obtidas as constantes apresentadas na matriz B. Nas colunas 1, 2, 3 e 4 estão respectivamente os coeficientes  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  e  $K_4$  da Equação viii.10. Na coluna 5 da matriz B estão os seus respectivos valores para a variável Tc.

$$B = \begin{bmatrix} 0,05 & -0,0023 & -12,92 & 0,8082 & 1,9 \\ 0,07 & -0,0019 & -13,46 & 0,6554 & 4,4 \\ 0,09 & -0,0016 & -14,47 & 0,5724 & 6,7 \end{bmatrix}$$

Com base nos dados da matriz B, é possível propor que os parâmetros  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  e  $K_4$  podem ser aproximados por uma função linear de  $T_c$ .

A Tabela viii.1 é a apresentação dos resultados dos tratamentos estatísticos para as constantes  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  e  $K_4$ . Os testes de hipóteses comprovam, com índice de rejeição inferior a 5%, que as constantes podem ser aproximadas por funções lineares de  $T_c$  e os respectivos coeficientes quadráticos foram superiores a 0,99. Na coluna 3 da tabela estão os coeficientes desta aproximação.

Tabela viii.1 – Resultado da estimação dos parâmetros das equações empíricas que relacionam as constantes  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $K_3$  e  $K_4$  com a variável  $T_c$ .

$K_1$				$K_2$		
Parm.	B	erro de B	P	B	erro de B	P
a	0,036	0,002	0,030	-0,002	0,000	0,008
b	0,008	0,000	0,029	0,000	0,000	0,033

$K_3$				$K_4$		
Parm.	B	erro de B	P	B	erro de B	P
a	-11,294	0,104	0,006	0,834	0,009	0,007
b	-0,479	0,022	0,029	-0,039	0,002	0,030

$$ro = ((0,0358 + 0,0078 * T_c) + (-0,0024 + 0,00012 * T_c) / Cb) * Ci + ((-11,2936 - 0,4785 * T_c) + (0,8342 - 0,0395 * T_c) / Cb) * Ci^2 \quad (\text{viii.11})$$

$$ro = ((K_a + K_b * T_c + (K_c + K_d * T_c) / Cb) * Ci + (K_e + K_f * T_c + (K_g + K_h * T_c) / Cb) * Ci^2) \quad (\text{viii.12})$$

Tabela viii.2 – Os parâmetros do modelo matemático que representa os valores da taxa de remoção de óleo em função das variáveis  $T_c$ ,  $Ci$  e  $Cb$ .

$K_a$	$K_b$	$K_c$	$K_d$	$K_e$	$K_f$	$K_g$	$K_h$
0,050	0,008	-0,003	0,00014	-12,288	-0,499	0,888	-0,040

A Figura viii.3 apresenta a relação entre os valores preditos pelo novo modelo e os valores observados (obtidos do modelo anterior).

Por ele é possível observar a boa correlação para o modelo desenvolvido e que os resíduos uniformemente distribuídos. Embora tendo um número grande de parâmetros, para um TC constante, este mesmo modelo apresenta 4 parâmetros. Nos casos em que  $C_b$  e TC são constantes, o modelo cinético apresenta um termo de primeira e outro de segunda ordem.

O modelo indica que quanto menor a quantidade de bolhas utilizadas no processo, maior a taxa de recuperação de óleo, ora, considerando que as quantidades de bolhas utilizadas durante a primeira etapa foram iguais, é possível inferir que, quanto menores as quantidades de bolhas utilizadas durante a segunda etapa, maiores as taxas de recuperação de óleo.

Então, por analogia, é possível deduzir que a explicação para o comportamento observado, para a taxa de recuperação de óleo, possa ser encontrada na análise da primeira etapa do experimento. Tal conclusão justifica a análise feita das influências das variáveis do PCC sobre a eficiência de separação do processo descrito.

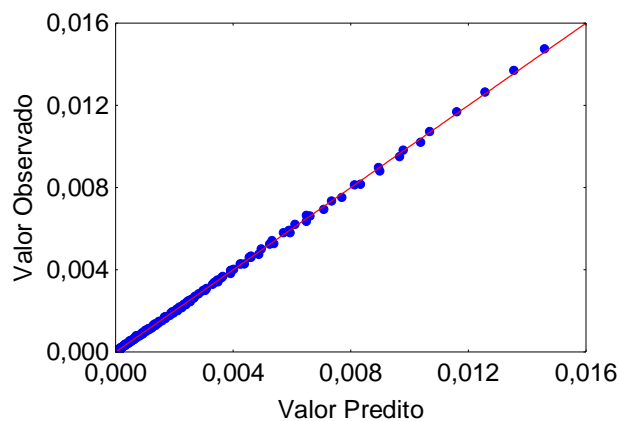


Figura viii.3 – Valores preditos para a taxa de recuperação de óleo por inversão de fases pelo modelo cinético e os valores obtidos pelo modelo estatístico.

A continuidade deste estudo sugere a análise da influência da propriedade do sistema “ $S_b$ ” (taxa superficial de bolhas) e a variável  $C_i$  sobre a taxa “ $r_o$ ”.

## **APÊNDICE IX**

### *(Estudo da Fluidodinâmica da Fase Líquida com a Coluna Operando em Regime Permanente Por Ar Disperso)*

Foi realizada uma triagem prévia das variáveis que poderiam fazer parte do experimento.

Na escolha do planejamento experimental foi considerado o tamanho da amostra (número de replicações) e a seleção da ordem adequada de rodadas para as tentativas experimentais. Foi analisado também se a formação de blocos ou outras restrições de aleatorização estão envolvidas, bem como a possibilidade da construção de modelos que se ajustem bem aos dados e que reduzam a probabilidade de erros nos testes de significância dos parâmetros (BARROS NETO, 1995; BOX, 1959).

Assim, para a realização dos experimentos, foi elaborado um planejamento experimental do tipo composto central (PCC), com três réplicas no ponto central e o valor extremo do planejamento ( $\alpha=1,15$ ) escolhido para a ortogonalidade da matriz de variância e co-variância.

Estabeleceu-se uma vazão de ar de  $60\pm 2$  litros/hora com base nas taxas superficiais propostas nos trabalhos de MASSINAEI (2009).

Foi estabelecida uma faixa de vazão da fase líquida ( $Q_L$ ) de  $20\pm 0,5$  litros/hora a  $80\pm 0,2$  litros/hora, com o intuito de se estabelecer tempos de retenções hidráulicos de 2,5 a 10,2 minutos, respectivamente.

Para os experimentos a vazão de reciclo (Rec.) esteve na faixa de  $22\pm 0,2$  a  $65\pm 0,3$  litros/hora, estabelecidos com base em testes preliminares.

Depois de elaborado o planejamento experimental, considerou-se o regime estacionário para as condições experimentais de cada etapa deste planejamento, com as vazões da fase líquida (alimentação e recirculação) mantidas pelo uso de bombas peristálticas e vazão de ar controlada por um pressostato e medida por um rotâmetro de corpo cônico, devidamente calibrado.

Foi então, emitido um sinal de perturbação, do tipo pico, através da injeção de um volume identificado de traçador, na região de alimentação (4), posicionada a 25 cm do topo da coluna. O traçador era constituído de solução de hidróxido de sódio, de concentração conhecida. Anotaram-se os dados de potencial hidrogeniônico da mistura efluente na base da coluna (7) em função do tempo.

Para a determinação da curva de concentração de traçador em função do tempo foram utilizadas as curvas de inferência dos pHmetros (pH vs. concentração). Essas medidas foram feitas a partir dos pHs de soluções alcalinas, preparadas com o mesmo hidróxido de sódio e tendo como solvente água, com as mesmas características químicas e temperatura do experimento.

As condições operacionais para as variáveis independentes estudadas, vazão da fase líquida ( $Q_L$ ) e vazão de reciclo (Rec.), bem como os resultados das respostas calculadas, são apresentados na Tabela ix.1.

As variáveis respostas foram,  $Y_1=(N)$  número de tanques em série e  $Y_2=(D/(uL))^{-1}$  inverso do grau de dispersão. A confiabilidade na medida do pH, como forma de determinação da concentração foi testada em sucessivos balanços de massa e os erros médios obtidos foram sempre inferiores a 5%.

Tabela ix.1 – Planejamento experimental e resultados obtidos.

$Q_L$ (L/h)	Rec. (L/h)	$Y_1$ (N)	$Y_2$ (uL/D)
24	22	1,47	1,28
76	22	3,08	3,75
24	62	1,49	1,33
76	62	1,66	1,69
50	19	2,19	2,61
50	65	1,34	0,98
20	42	1,53	1,42
80	42	2,05	2,40
50	42	1,44	1,22
50	42	1,43	1,19
50	42	1,41	1,15

Foi realizada uma análise de variância para a quantificação dos fatores significativos do sistema e do grau de interação entre eles. Os resíduos obtidos desta análise foram aleatórios, seguiram uma distribuição normal com média zero e variância constante (GUERRA, 1979; MONTGOMERY, 1991; MYERS, 1976).

O teste de hipótese para ambas as variáveis respostas foi feito para um grau de confiabilidade de 95% e o parâmetro “p” foi utilizado para a determinação do nível de significância de cada fator ( $X_1$ -Vazão de alimentação da fase líquida,  $X_2$ -Vazão de reciclo da fase líquida) e da interação entre eles. As adimensionalizações das variáveis independentes foram efetuadas a partir das seguintes equações:

$$X_1 = (Q_L - 50)/26 \quad (\text{ix.1})$$

$$X_2 = (\text{Rec.} - 42)/20 \quad (\text{ix.2})$$

Os testes de hipóteses para a análise dos fatores que interferem na resposta  $Y_1$  sugerem que todas as variáveis apresentam efeito significativo. A estimativa dos parâmetros relacionados à resposta  $Y_1$  (N, número de tanques em série) é apresentada na Tabela ix.2. Os respectivos resultados para a resposta  $Y_2$  (inverso do grau de dispersão) estão apresentados na Tabela ix.3.

Tabela ix.2 – Resultado da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta  $Y_1$ , em função das variáveis significativas.

	Ef.	Erro Padrão	P	Coef.
Média	1,43	0,07	0,00	1,44
$X_1$ ( $Q_L$ )	0,72	0,10	0,00	0,36
$X_1^2$	0,52	0,13	0,01	0,26
$X_2$ (Rec.)	-0,72	0,10	0,00	-0,36
$X_2^2$	0,48	0,13	0,02	0,24
$X_1.X_2$	-0,72	0,13	0,00	-0,36

A expressão que representa a relação da resposta  $Y_1$  (número de tanques em série) com as variáveis  $X_1$  ( $Q_L$ ) e  $X_2$  (Rec.) é dada pela Equação ix.3. O coeficiente de correlação quadrático ( $r^2$ ) obtido foi de 0,97.

$$Y_1 = 1,44 + 0,36.X_1 - 0,36.X_2 + 0,26.X_1^2 + 0,24.X_2^2 - 0,36.X_1.X_2 \quad (\text{ix.3})$$

É possível encontrar, a partir desta equação, as condições que minimizam a resposta  $Y_1$  (N). Os valores obtidos para esta condição ótima foram:  $X_1 = -0,37$  e  $X_2 = 0,46$ ; e o respectivo valor da resposta foi  $Y_1 = 1,29$ .

Os resultados dos testes de hipóteses para a variável resposta  $Y_2$  estão apresentados na Tabela ix.3 e também indicam que todas as variáveis foram significativas.

Tabela ix.3 – Resultado da estimação dos parâmetros da equação empírica para a resposta  $Y_2$  (uL/D), em função das variáveis significativas.

	Ef.	Erro Pad.	P	Coef.
Média.	1,22	0,12	0,00	1,22
$X_1(Q_L)$	1,19	0,17	0,00	0,59
$X_1^2$	0,93	0,23	0,01	0,46
$X_2$ (Rec.)	-1,17	0,17	0,00	-0,59
$X_2^2$	0,76	0,23	0,02	0,38
$X_1.X_2$	-1,05	0,22	0,00	-0,53

A expressão que representa a relação entre a resposta  $Y_2$  (inverso do grau de dispersão) e as variáveis  $X_1$  e  $X_2$  é dada pela Equação ix.4. 97% da variabilidade dos dados foram explicados por esta equação.

$$Y_2 = 1,22 + 0,59.X_1 - 0,59.X_2 + 0,46.X_1^2 + 0,38.X_2^2 - 0,53.X_1.X_2 \quad (\text{ix.4})$$

A minimização da resposta  $Y_2 = (uL/D)$  é obtida para  $X_1 = -0,33$  e  $X_2 = 0,54$ ; sendo o valor obtido para a resposta  $Y_2$ , nestas condições igual a 0,96. As Figuras ix.1 e ix.2 são as curvas de níveis das superfícies de resposta obtidas a partir das Equações ix.3 e ix.4, respectivamente.

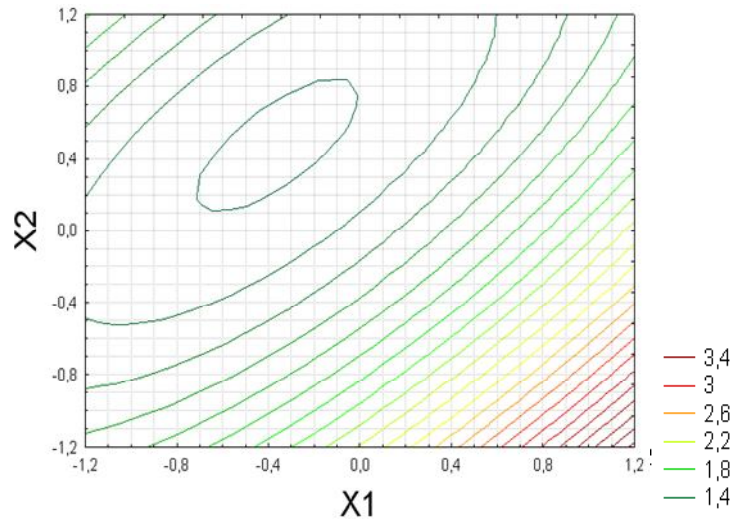


Figura ix.1 – Contorno da superfície ajustada sobre a resposta  $Y_1$  em função das variáveis  $X_1$  e  $X_2$ .

Observa-se nas Figuras ix.1 e ix.2, que as curvas de nível são muito semelhantes, indicando a equivalência entre a dependência entre as duas repostas e as variáveis independentes estudadas.

A Figura ix.1 indica a existência de uma região de mínimo para resposta  $Y_1$  (número de tanques em série). Esta região que minimiza  $Y_1$  está situada nos intervalos  $[-0,7; 0,0]$  para  $X_1$  e  $[0,0; 1,0]$  para  $X_2$ , que correspondem respectivamente aos seguintes intervalos na unidade original (l/h) das variáveis independentes estudadas (32 L/h; 50 L/h) para  $Q_L$  e ( 42 L/h; 62 L/h) para Rec. Esta condição de mínimo indica fisicamente que existe aí, uma condição de máxima capacidade de mistura.

Já a Figura ix.2 indica que a região de mínimo para a resposta  $Y_2$  (inverso do grau de dispersão) se localiza quando a variável codificada  $X_1$  assume valores entre  $[-0,6; 0,0]$  e  $X_2$



entre  $[0,1;0,9]$ . Estes níveis mínimos correspondem respectivamente à (34 l/h; 50 l/h) para  $Q_L$  e ( 44l/h; 60 l/h) para Rec.

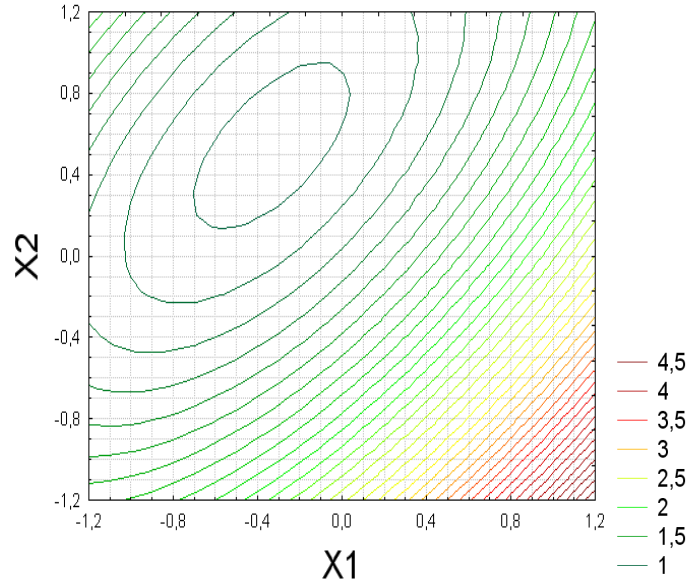


Figura ix.2 – Contornos da superfície ajustada sobre a resposta  $Y_2$  em função das variáveis  $X_1$  e  $X_2$ .

Pode ser observado, como era de se esperar, que as condições que minimizam as duas respostas são muito próximas. Indicando assim que estas condições conduzem a um máximo nível para o grau de dispersão.

Os contornos obtidos para as duas respostas também indicam que os valores que maximizam o número de tanques em série e o inverso do grau de dispersão são obtidos quando o nível da variável  $X_1$  ( $Q_L$ ) assume o seu valor máximo e a variável  $X_2$  (Rec.) está no seu valor mínimo dentro da faixa experimental estudada.

### 3.1 A Verificação dos Modelos

Com objetivo de verificar as capacidades de previsão dos modelos foram então realizadas duas novas rodadas de experimentos, envolvendo dois (02) pontos na primeira rodada e três (3) pontos na segunda rodada. Cada ponto foi obtido em cinco (05) réplicas, para as variáveis de controle  $X_1$  e  $X_2$ . Os pontos para a primeira rodada de verificação da validade das equações foram escolhidos no entorno da região de mínimo e para a segunda rodada, próximos aos extremos do intervalo experimental (MYERS, 1976).

A Tabela ix.4 apresenta na terceira e quarta linhas as coordenadas ou os valores das variáveis de controle codificadas  $X_1$  e  $X_2$ . As linhas 5 e 7 apresentam as médias obtidas das 5 réplicas experimentais para as variáveis respostas  $Y_1$  e  $Y_2$ , para cada um dos pontos. Nas linhas 6 e 8 se encontram os intervalos de confiança experimental para as referidas variáveis respostas. Nas linhas 9 e 10 estão os valores das variáveis respostas  $Y_1$  e  $Y_2$  obtidos pelas Equações ix.3 e ix.4, para as respectivas condições estudadas na primeira rodada de verificação.

Pela Tabela 4, observa-se que os valores de  $Y_1$  e  $Y_2$  obtidos a partir das Equações ix.3 e ix.4 estão dentro do intervalo de confiança de 95% dos dados experimentais de verificação dessas equações.

Tabela ix.4 – Resultados da primeira rodada de experimentos, correspondente à verificação das equações, próximo à região de mínimo.

Primeira Rodada		
Ponto	1	2
$X_1$	-0,60	-0,60
$X_2$	0,00	1,00
Média $Y_1$ exp.	1,35	1,41
IC 95% $Y_1$	1,29;1,41	1,40;1,42
Média $Y_2$ exp.	0,99	1,15
IC 95% $Y_2$	0,91;1,08	1,13;1,16
$Y_1$ Eq (ix.3)	1,31	1,41
$Y_2$ Eq. (ix.4)	1,03	1,14

A segunda rodada de experimentos foi realizada em uma região experimental, distante da área de mínimo e mais próxima dos extremos do intervalo experimental. Os resultados desta segunda rodada estão apresentados na Tabela ix.5.

Tabela ix.5 – Resultados da segunda rodada de experimentos, correspondente à verificação das equações em pontos próximos ao extremo do intervalo operacional.

Segunda Rodada			
Ponto	3	4	5
$X_1$	-1,0	-1,0	1,0
$X_2$	-1,0	1,0	1,0
Média $Y_1$ exp.	1,65	1,79	1,66
IC 95% $Y_1$	1,62;1,69	1,66;1,92	1,62;1,70
Média $Y_2$ exp.	1,68	1,94	1,69
IC 95% $Y_2$	1,60;1,75	1,69;2,19	1,60;1,77
$Y_1$ Eq (ix.3)	1,63	1,82	1,64
$Y_2$ Eq. (ix.4)	1,67	1,77	1,69

Os valores apresentados na Tabela ix.5 mostram que as duas equações conseguiram prever adequadamente os resultados experimentais, indicando que podem ser usadas para a

previsão das respectivas respostas e conseqüentemente para a quantificação do grau de dispersão e da capacidade de mistura da coluna aerada. Sendo assim, a partir dessas equações é possível encontrar os níveis de vazão de alimentação da fase líquida ( $Q_L$ ) e vazão de reciclo (Rec.) que maximizam o grau de dispersão. Os valores obtidos nesta análise foram os seguintes: 41,3 L/h para a alimentação e 52,8 L/h para o reciclo

## APÊNDICE X

(Estudo da Fluidodinâmica da Fase Líquida com a Coluna Operando em Regime Permanente  
Por Ar Dissolvido-testes preliminares)

### Primeiro Conjunto de Dados

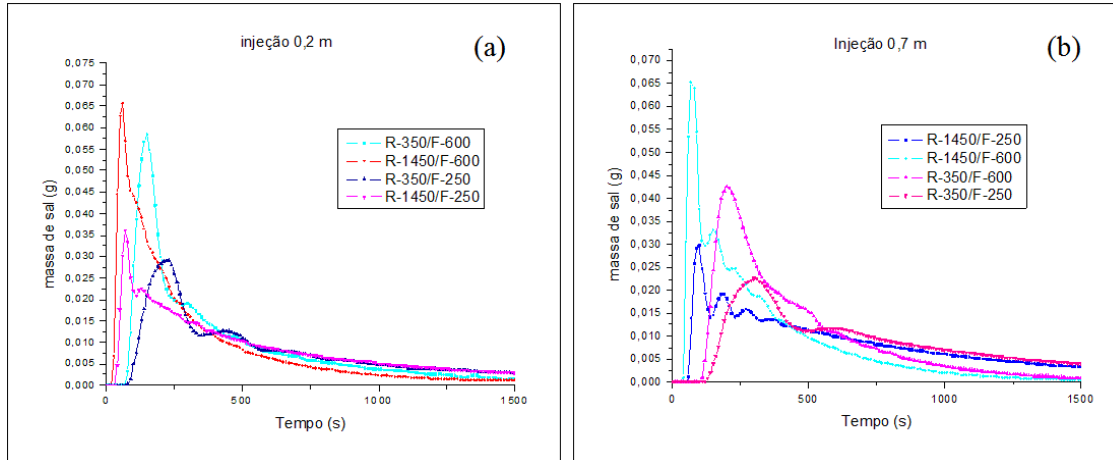


Figura x.1 – Curvas de estímulo-respostas para a entrada da recirculação na posição axial 0,23 m e para a posição axial 0,73 m para diferentes valores de vazões de recirculação (R-ml/min) e de retirada no underflow (F-ml/min).

Tabela x.1 – Os dados de posições de entrada da recirculação, vazão de recirculação, vazão de retirada no underflow e os parâmetros hidrodinâmicos atraso, máxima intensidade de velocidade média de escoamento vertical da fase líquida e a diferença entre moda e atraso obtidos nos testes preliminares caracterização da fluidodinâmica da fase líquida.

Teste	Posição axial de injeção do traçador (m)	Vazão de Recirculação (ml/min)	Vazão de retirada no underflow (ml/min)	Atraso (s)	Distância ao sensor (cm)	Máxima velocidade $J_L$ (cm/s)	Diferença entre moda e atraso (s)
1	0,73	1450	250	50	112	134	20
2	0,23	350	600	80	62	47	70
3	0,73	1450	600	30	112	224	40
4	0,73	350	600	90	112	75	110
5	0,73	350	250	160	112	42	140
6	0,23	1450	600	20	62	186	30
7	0,23	350	250	70	62	53	160
8	0,23	1450	250	40	62	93	60

## Segundo Conjunto de dados

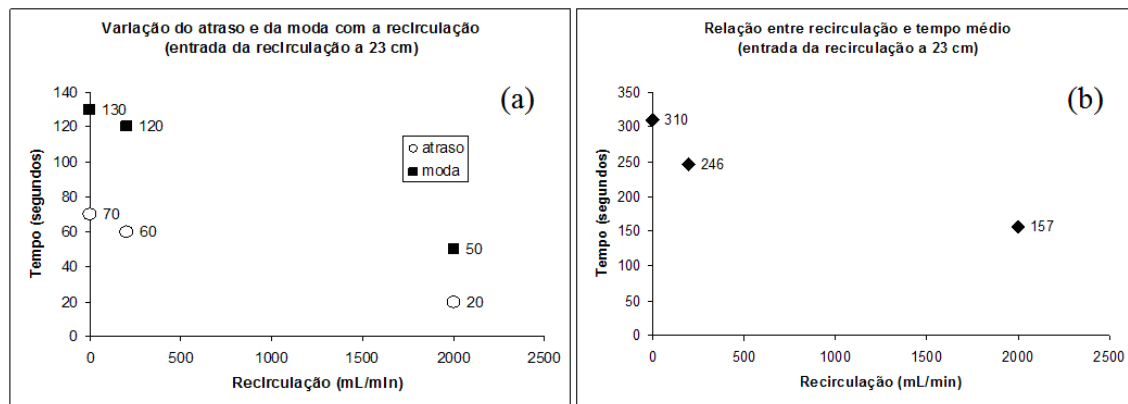


Figura x.2 – As variações dos valores atraso e moda (a) e tempo médio (b) com a variação da vazão de recirculação obtidos nos testes preliminares com a entrada da recirculação na posição axial 0,23 m e vazão de retirada no *underflow* de 1000 ml/min.



Tabela x.ii – Os dados de posição de entrada da recirculação, número e posições dos bocais, vazão de recirculação, vazão do underflow e os parâmetros fluidodinâmicos obtidos nos testes preliminares de estudo da fluidodinâmica da fase líquida.

	DTR1	DTR2	DTR3	DTR4	DTR1 (replica)	DTR5	DTR6	DTR2 (replica)	DTR7
underflow	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
RECIRCULAÇÃO	0	770	2000	2000	0	200	570	770	1155
POSIÇÃO INJ TRAÇ	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
BOCAIS DIFUSORES	2/0	2/0	2/0	2/0	2/0	2/0	2/0	2/0	2/0
PARÂMETROS	a=6.40 b=0.0031	a=11.98 b=0.0064	a:=105.39: b:=0.0051:	a:=6.85: b:=0.0068:	a=0.21 b=0.0154	a:=1.08:b:=0.0042:	a:=1.94:b:=0.0091:	a:=3.67:b:=0.0061:	a=0.47 b=0.8183
	c=0.105 d=135.57	c=0.168 d=56.01	c:=1.155:d:=39.78:	c:=0.081: d:=38.23:	c=0.003 d=118.38	c:=0.013:d:=82.20:	c:=0.021:d:=64.27:	c:=0.043:d:=32.06:	c=0.006 d=48.28
erro % - Balanço de massa	23,60	12,33	6,97	1,38	1,50	1,39	2,79	2,72	0,77
N	8,14	23,36	9,00	10,72	42,17	24,15	4,42	5,23	6,16
disp	0,07	0,02	0,06	0,025	0,01	0,021	0,130	0,11	0,089
Tmédio	514,65	273,83	239	236	687,56	479	285	249,82	255
Variança	32558	3.209	6208	5189	11210	9499	18311	11929	10576
Atraso	100	40	30	30	110	70	60	30	40
Âpice	200	90	70	70	320	200	120	90	70

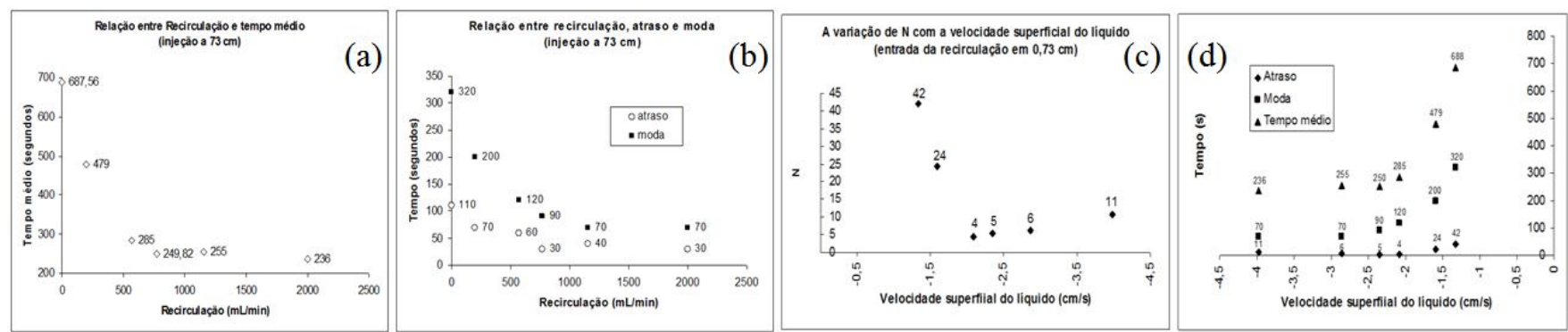


Figura x.iii – As relações ente a recirculação e o tempo médio (a), atraso e moda (b), e entre a velocidade superficial do líquido na posição axial 0,03 m e os parâmetros fluidodinâmicos N (c) e atraso, moda e tempo médio (d), obtidas durante os testes preliminares.

***ANEXOS***



## **ANEXO A**

*(Lei Federal Conama 20 de 18/06/1986, Art. 21)*

Art. 21 - Os efluentes de qualquer fonte poluidora somente poderão ser lançados, direta ou indiretamente, nos corpos de água desde que obedeçam às seguintes condições:

- a) pH: entre 5 a 9;
- b) temperatura: inferior a 40 °C, sendo que a elevação de temperatura do corpo receptor não deverá exceder a 3 °C;
- c) materiais sedimentáveis: até 1 ml/litro em teste de 1 hora em cone Imhoff. Para o lançamento em lagos e lagoas, cuja velocidade de circulação seja praticamente nula, os materiais sedimentáveis deverão estar virtualmente ausentes;
- d) regime de lançamento: com vazão máxima de até 1,5 vezes a vazão média do período de atividade diária do agente poluidor;
- e) óleos e graxas:
  - óleos minerais até 20 mg/l;
  - óleos vegetais e gorduras animais até 50 mg/l;
- f) ausência de materiais flutuantes;
- g) valores máximos admissíveis das seguintes substâncias:

Amônia: ..... 5,0 mg/l NH<sub>3</sub>

Arsênio total: ..... 0,5 mg/l As

Bário: ..... 5,0 mg/l Ba

Boro: ..... 5,0 mg/l B

Cádmio: ..... 0,2 mg/l Cd

Cianetos: ..... 0,2 mg/l CN

Chumbo: ..... 0,5 mg/l Pb

Cobre: ..... 1,0 mg/l Cu

Cromo hexavalente: ..... 0,5 mg/l Cr

Cromo trivalente: ..... 2,0 mg/l Cr

Estanho: ..... 4,0 mg/l Sn  
 Índice de Fenóis: ..... 0,5 mg/l C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>OH  
 Ferro solúvel: .....15,0 mg/l Fe  
 Fluoretos: .....10,0 mg/l F  
 Manganês solúvel: ..... 1,0 mg/l Mn  
 Mercúrio: ..... 0,01 mg/l Hg  
 Níquel: ..... 2,0 mg/l Ni  
 Prata: ..... 0,1 mg/l Ag  
 Selênio: ..... 0,05 mg/l Se  
 Sulfetos .....: ..... 1,0 mg/l S  
 Sulfitos: ..... 1,0 mg/l SO<sub>3</sub>  
 Zinco: ..... 5,0 mg/l Zn  
 Compostos organofosforados e carbamatos totais:..... 1,0 mg/l em Paration  
 Sulfeto de carbono: ..... 1,0 mg/l  
 Tricloroeteno: ..... 1,0 mg/l  
 Clorofórmio: ..... 1,0 mg/l  
 Tetracloroeto de carbono:..... 1,0 mg/l  
 Dicloroeteno:..... 1,0 mg/l  
 Compostos organoclorados não listados acima (pesticidas, ..... 0,05 mg/l  
 solventes, etc.)

Outras substâncias em concentrações que poderiam ser prejudiciais, de acordo com limites a serem fixados pelo CONAMA

## ANEXO B

(Representação esquemática das regiões de uma coluna de flotação- SANTANA, 2011)

O modelo de dimensionamento de uma coluna de flotação baseia-se na divisão do equipamento em duas zonas bastante distintas: a zona de recuperação (também chamada de zona de coleta), localizada entre a interface polpa/espuma e o sistema de aeração e a zona de limpeza (também chamada de zona de espuma), localizada entre a interface polpa/espuma e o transbordo. A Figura B.1 apresenta um desenho esquemático da coluna de flotação, destacando as duas regiões distintas que se formam dentro da coluna.

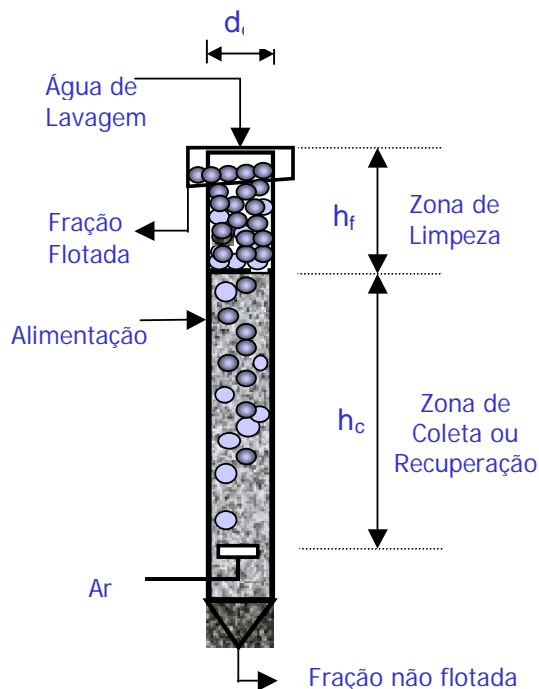


Figura B.1 - Representação esquemática da coluna de flotação (AQUINO *et al.*, 2004 apud SANTANA, 2011)

Na zona de recuperação, as partículas alimentadas entram em contato, em escoamento contracorrente, com as bolhas de ar geradas e distribuídas pelo aerador instalado na parte inferior do equipamento. As partículas hidrofóbicas aderidas às bolhas de ar são transportadas até a zona de limpeza ou espuma, enquanto as partículas hidrofílicas são retidas na fase líquida e retiradas pela base da coluna.