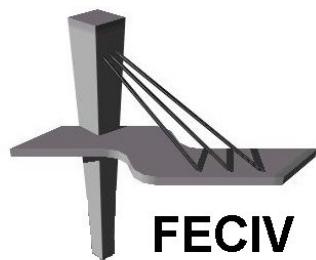


DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**EVOLUÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE
PARTÍCULAS NA FLOCULAÇÃO DE ÁGUA DE
BAIXA TURBIDEZ**

YURI CARDOSO MENDES

UBERLÂNDIA, 11 de setembro de 2017



FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL
Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA CIVIL

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL



Yuri Cardoso Mendes

**EVOLUÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE
PARTÍCULAS NA FLOCULAÇÃO DE ÁGUA DE BAIXA
TURBIDEZ**

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia Civil da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **Mestre em Engenharia Civil**.

Orientador: Prof. André Luiz de Oliveira

Uberlândia, 11 de setembro de 2017



ATA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL - PPGEC

ATA Nº: 197/2017

CANDIDATO: Yuri Cardoso Mendes

Nº. Matrícula: 11512ECV004

ORIENTADOR: Prof. Dr. André Luiz de Oliveira

TÍTULO: "Evolução da distribuição do tamanho de partículas na floculação de água com baixa turbidez".

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Engenharia Urbana, Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental

LINHA DE PESQUISA: Recursos Hídricos e Saneamento Ambiental

PROJETO DE PESQUISA: Tratamento convencional e avançado de Água de Abastecimento e Residuária

DATA DA DEFESA: 11 de setembro de 2017

LOCAL: Sala de Projeções Prof. Celso Franco de Gouvêa, bloco 1Y.

HORÁRIO INÍCIO/TÉRMINO: 9:00 - 11:00

Reuniu-se na **Sala de Projeções Prof. Celso Franco de Gouvêa, bloco 1Y - Campus Santa Mônica** da Universidade Federal de Uberlândia, a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do PPGEC, assim composta: Professores Doutores: **Marcio Ricardo Salla – FECIV/UFU; Rodrigo Braga Moruzzi – IGCE/UNESP e André Luiz de Oliveira – FECIV/UFU** orientador do candidato. Ressalta-se que o **Prof. Dr. Rodrigo Braga Moruzzi** participou da defesa por meio de vídeo conferência desde a cidade de Rio Claro/SP e os demais membros da banca e o aluno participaram in loco.

Iniciando os trabalhos o presidente da mesa **Prof. Dr. André Luiz de Oliveira** apresentou a Comissão Examinadora e concedeu ao discente a palavra para a exposição do trabalho. A seguir, o senhor presidente concedeu a palavra aos examinadores, que passaram a arguir o candidato. Ultimada a arguição, a Banca, em sessão secreta, atribuiu os conceitos finais. Em face do resultado obtido, a Banca Examinadora considerou o candidato APROVADO. Esta defesa de Dissertação de Mestrado Acadêmico é parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre. O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, a legislação pertinente e a regulamentação interna da UFU. Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos e foi lavrada a presente ata que após lida e aprovada foi assinada pela Banca Examinadora.

M. L. -

Professor Orientador: **Prof. Dr. André Luiz de Oliveira – FECIV/UFU**

R. B. M.

Membro externo: **Prof. Dr. Rodrigo Braga Moruzzi – IGCE/UNESP**

M. R. S.

Membro interno: **Prof. Dr. Marcio Ricardo Salla – FECIV/UFU**

Uberlândia, 11 de setembro de 2017.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha esposa Amanda Cristina Freire Costa Mendes por todo companheirismo e compreensão durante os anos do Mestrado nos quais nos consolidamos como família.

Aos meus filhos Gael Freire Mendes e Lia Freire Mendes por serem o principal combustível que me impulsiona a buscar sempre mais.

Aos meus pais Ivo Mendes Filho e Kátia Cardoso Mendes, ao meu irmão Ygor Cardoso Mendes e à minha família por nunca medirem esforços para me apoiar em todas as fases da minha vida.

Ao meu orientador Prof. Dr. André Luiz de Oliveira pela disponibilidade, pela parceria e, principalmente, pelos valiosos conhecimentos compartilhados durante a elaboração deste trabalho.

Aos companheiros de projeto Ricardo Andrade, Luan Gonçalves e Fernanda Maximiliane por toda vivência compartilhada neste período.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

À coordenação de Aperfeiçoamento do Ensino Superior (CAPES) pela concessão de bolsa de mestrado.

MENDES, Yuri Cardoso. Evolução da distribuição do tamanho de partículas na floculação de água de baixa turbidez. 75 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Uberlândia, 2017.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a evolução da distribuição de partículas (DTP) no processo de floculação de águas de baixa turbidez, da ordem de 6,5 uT, por meio da análise de imagens das partículas utilizando-se sulfato de alumínio, cloreto férrico e cloreto de polialumínio (PAC) como coagulantes sob diferentes gradientes de velocidade na mistura lenta. Esta avaliação foi feita por meio de análise de imagens e pode-se concluir que o processo de floculação, de fato, pode ser dividido em etapa de transição, quando os flocos crescem até atingir seu valor máximo, e etapa de estabilização, quando a distribuição de tamanho e o diâmetro equivalente dos flocos não variam de maneira significativa. Além disso, para os coagulantes cloreto férrico e PAC, a melhor eficiência na floculação foi observada para o gradiente de 60 s^{-1} , sugerindo que, em condições de baixa turbidez, é importante proporcionar uma maior oportunidade de colisões entre partículas para que os flocos cresçam de maneira mais efetiva, em especial para estes coagulantes cujos flocos parecem ter uma maior resistência à quebra que aqueles formados com sulfato de alumínio. Por fim, os coagulantes mostraram ter desempenho semelhante quando comparadas as intensidades de mistura mais favoráveis de cada um deles, com resultados ligeiramente melhores para o cloreto férrico e o PAC em relação ao diâmetro médio dos flocos.

Palavras-Chave: Floculação, distribuição do tamanho de partículas, cloreto férrico, sulfato de alumínio, cloreto de polialumínio, análise de imagens.

MENDES, Y. C. Evolution of particle size distribution in flocculation of low turbidity water. 75 p. College of Civil Engineering, Federal University of Uberlândia, 2017.

ABSTRACT

The aim of this work was evaluate the flocculation process in low turbidity waters of the order of 6.5 μT by analyzing the particle size distribution using aluminum sulfate, ferric chloride and polyaluminum chloride (PAC) as coagulants under different shear rate in slow mixing. This evaluation was done through image analysis and it can be concluded that the flocculation process can, in fact, be divided into a transition stage, when the flocs grow until reaching their maximum value, and stabilization stage, when the distribution size and the equivalent diameter of the flocs do not vary significantly. In addition, for ferric chloride and PAC coagulants, the best flocculation efficiency was observed for shear rate of 60 s^{-1} , suggesting that under conditions of low turbidity, it is important to provide a greater opportunity for particle collisions so that flocs to grow more effectively, especially for these coagulants whose flocs appear to have a higher resistance to breakage than those formed with aluminum sulfate. Finally, the coagulants showed similar performance when compared to the most favorable mixing intensities of each of them, with slightly better results for ferric chloride and PAC in relation to the average diameter of the flocs.

Key-word: flocculation, particle size distribution, aluminum sulfate, ferric chloride, polyaluminum chloride, image analysis.

SÍMBOLOS, ABBREVIATURAS E SIGLAS

SÍMBOLOS

A	- coeficiente da equação de potência
α	- parâmetro de forma da distribuição gama
A_f	- Área
$Al_2(SO_4)_3$	- Sulfato de Alumínio.
β_2	- coeficiente de inclinação da equação de potência
β_1	- parâmetro de escala da distribuição gama
D_{av}	- diâmetro equivalente avaliado
D_{eq}	- Diâmetro equivalente
D_f	- Diâmetro de Feret
dN	- concentração do número de partículas
dp	- diâmetro da partícula
$d(dp)$	- variação incremental dos diâmetros das partículas
D_r	- diâmetro real
e	- erro calculado
ε	- Dissipação de energia
$F(dp)$	- função que define da frequência do número de partículas
$FeCl_3$	- Cloreto Férrico
G	- Gradiente de velocidade
G_f	- Gradiente médio de flocação
T_f	- Tempo de flocação
ν	- Viscosidade Cinemática
Vo	- Valor médio observado
Vr	- Valor médio real
Vs	- Velocidade de sedimentação

ABREVIATURAS E SIGLAS

- DTP - Distribuição do tamanho de partículas
ETA - Estação de Tratamento de Água
PAC - Cloreto de Polialumínio (Polyaluminum chloride)

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Agregação de Partículas.....	6
Figura 2: Diagrama de coagulação típico do sulfato de alumínio	9
Figura 3: Formação e recrescimento de flocos	12
Figura 4: Esquema de aquisição de imagens de flocos iluminados por uma folha de luz...	16
Figura 5: Equipamento Jar Test.....	18
Figura 6: Exemplo de imagem dos flocos	19
Figura 7: Interface do <i>software</i> Image Tool	19
Figura 8: Conjunto de equipamentos para obtenção de imagens	22
Figura 9: Imagem da régua para realizar a calibração	23
Figura 10: Limiarização de uma imagem de partículas floculentas	24
Figura 11: Interferência do pixel na determinação da área do floco	25
Figura 12: Flocos esféricos com suas áreas subestimadas e superestimadas	27
Figura 13: Exemplo de gráfico que permite a obtenção do parâmetro β_2	30
Figura 14: Exemplo de ajuste da distribuição gama à DTP	31
Figura 15: Formação de Flocos no Ensaio <i>Jar Test</i>	32
Figura 16: Regressão linear que apresenta a quantidade de flocos por número de imagens com o coagulante cloreto férrico, $G = 20 \text{ s}^{-1}$	34
Figura 17: Número de flocos por número de imagens com o coagulante sulfato de alumínio e $G = 40 \text{ s}^{-1}$	35
Figura 18: Número de flocos por número de imagens para o PAC com $G = 20 \text{ s}^{-1}$	35
Figura 19: Variação do R^2 em função do gradiente de velocidade com o coagulante PAC	36
Figura 20: DTP na flocação com sulfato de alumínio, $G = 20 \text{ s}^{-1}$ dos minutos 1 a 6.....	40
Figura 21: DTP na flocação com sulfato de alumínio, $G = 20 \text{ s}^{-1}$ dos minutos 7 a 20.....	41
Figura 22: DTP na flocação com sulfato de alumínio, $G = 20 \text{ s}^{-1}$ dos minutos 30 a 60...	42
Figura 23: DTP com sulfato de alumínio para os gradientes de 20, 30, 40 e 50 s^{-1}	43
Figura 24: DTP com sulfato de alumínio para os gradientes de 60, 80, 100 e 120 s^{-1}	44
Figura 25: DTP com cloreto férrico em diferentes gradientes de velocidade	45
Figura 26: DTP com PAC para diferentes gradientes de velocidade	48
Figura 27: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com sulfato de alumínio como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1}).....	49

Figura 28: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com sulfato de alumínio como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1}).....	50
Figura 29: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com cloreto férrico como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})	51
Figura 30: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com cloreto férrico como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})	51
Figura 31: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})	53
Figura 32: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})	53
Figura 33: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com sulfato de alumínio como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})	55
Figura 34: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com Sulfato de alumínio como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})	55
Figura 35: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com cloreto férrico como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})	57
Figura 36: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com cloreto férrico como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})	57
Figura 37: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})	58
Figura 38: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})	59
Figura 39: Ajuste estatístico entre a DTP observada e a calculada pela função gama.....	60
Figura 40: Evolução dos parâmetros α e β_1 ajustados ao longo do tempo de floculação para o coagulante sulfato de alumínio	61
Figura 41: Evolução dos parâmetros α e β_1 ajustados ao longo do tempo de floculação para o coagulante cloreto férrico	62
Figura 42: Evolução dos parâmetros α e β_1 ajustados ao longo do tempo de floculação para o coagulante PAC	63
Figura 43: Evolução dos parâmetros α e β_2 ao longo da floculação	64
Figura 44: Avaliação do ajuste para o conjunto de dados	65

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Evolução cronológica dos trabalhos realizados pelo grupo de pesquisa envolvendo análise de imagem digital no estudo da floculação.....	3
Tabela 2: Distribuição das classes de tamanho dos flocos	29
Tabela 3: Erro referente ao diâmetro equivalente da área superestimada e subestimada....	33
Tabela 4: Resultados obtidos por diferentes operadores no tratamento de imagens iguais	37
Tabela 5: R^2 obtido entre a DTP observada e a calculada pela função de distribuição gama para todos os gradientes de velocidade e coagulantes investigados	60

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2: OBJETIVOS	4
2.1 OBJETIVO PRINCIPAL	4
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
3.1 SEPARAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO POR COAGULAÇÃO / FLOCULAÇÃO	5
3.2 CRESCIMENTO, RUPTURA E RECRESCIMENTO DOS FLOCOS	10
3.3 CARACTERÍSTICAS DOS FLOCOS	12
CAPÍTULO 4: MATERIAIS E MÉTODOS	17
4.1 MATERIAIS UTILIZADOS.....	17
4.2 EQUIPAMENTOS	18
4.3 PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES	20
4.4 DETERMINAÇÃO DA DOSAGEM ÓTIMA DO COAGULANTE	20
4.5 EXPERIMENTOS DE FLOCULAÇÃO.....	21
4.6 OBTENÇÃO DE IMAGENS.....	21
4.7 TRATAMENTO DAS IMAGENS	23
4.8 ERROS DO MÉTODO	24
4.8.1 ERRO EM FUNÇÃO DA RESOLUÇÃO DA CÂMERA	25
4.8.2 ERRO AMOSTRAL	27
4.8.3 ERRO DA DIFERENÇA DE OPERADORES NA BINARIZAÇÃO	27
4.9 CLASSIFICAÇÃO DOS FLOCOS POR TAMANHO	28
4.10 OBTENÇÃO DO PARÂMETRO β_2	29
4.11 ADEQUAÇÃO À FUNÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GAMA.....	30
CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÕES	32

5.1 DOSAGEM ÓTIMA DE COAGULANTE.....	32
5.2 ERROS DO MÉTODO	33
5.2.1 ERRO REFERENTE AO TAMANHO DO PIXEL	33
5.2.2 ERRO AMOSTRAL	34
5.2.3 ERRO EM FUNÇÃO DO OPERADOR.....	36
5.3 ANÁLISE DA DTP PELA FREQUÊNCIA RELATIVA DE FLOCOS EM CADA UMA DAS CLASSES.....	38
5.3.1 ANÁLISE DAS DTPs OBTIDAS UTILIZANDO-SE SULFATO DE ALUMÍNIO	38
5.3.2 ANÁLISES DAS DTPs OBTIDAS UTILIZANDO-SE CLORETO FÉRRICO...	44
5.1.3 ANÁLISE DAS DTPs OBTIDAS UTILIZANDO-SE PAC	46
5.4 AVALIAÇÃO DO DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO	49
5.4.1 DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO - SULFATO DE ALUMÍNIO	49
5.4.2 DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO - CLORETO FÉRRICO	50
5.4.3 DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO - PAC	52
5.5 AVALIAÇÃO DO PARÂMETRO β_2	54
5.5.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS SOBRE A DETERMINAÇÃO DO PARÂMETRO β_2	54
5.5.2 PARÂMETRO β_2 NA FLOCULAÇÃO COM SULFATO DE ALUMÍNIO.....	54
5.5.3 PARÂMETRO β_2 NA FLOCULAÇÃO COM CLORETO FÉRRICO	56
5.5.4 PARÂMETRO β_2 NA FLOCULAÇÃO COM PAC.....	57
5.6 AJUSTE DA FUNÇÃO GAMA À DTP	59
CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES	67
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	69

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Apesar da grande disponibilidade, a água encontrada na natureza não é considerada potável, pois pode conter substâncias ou microorganismos nocivos à saúde, portanto, antes de disponibilizá-la à população, deve passar por procedimentos de tratamento.

Dentre os processos existentes, o de ciclo completo é amplamente utilizado em Estações de Tratamento de Água (ETA). Neste processo a água bruta passa por processos de coagulação seguida de floculação, decantação, filtração e, por fim, desinfecção.

Estudos de cada uma das etapas do processo de tratamento devem ser constantemente atualizados visando garantir e melhorar a eficiência do tratamento, também em função de novas tecnologias e novos produtos químicos que surgem com frequência no mercado.

Há diversos métodos que permitem avaliar a eficiência do tratamento, sendo muito utilizada a reprodução das etapas do processo em experimentos com escala reduzida, através do equipamento de bancada *jar test*.

Dentre as etapas descritas para o tratamento de água, este trabalho tem foco na etapa da floculação, que é a fase em que as partículas presentes na água se agregam, aumentando seu tamanho, o que facilita a remoção destas partículas em etapas posteriores. A má formação de flocos pode prejudicar o tratamento, uma vez que se as partículas não

alcançarem determinadas características, em função da etapa sequente de tratamento, não serão removidas da fase líquida. Considerando-se ETA de ciclo completo, se as partículas não tiverem boas características de sedimentabilidade, podem não ser removidas no decantador e isto, consequentemente, sobrecarregará os filtros, reduzindo a carreira de filtração.

Durante a floculação as partículas estão sujeitas à constante variação de tamanho, se aglutinando, se quebrando e se rearranjando em ligações mais estáveis ao longo do processo, fazendo com que a todo instante haja, concomitantemente, flocos dos mais variados tamanhos na água que está sendo tratada.

Uma das maneiras de avaliar a eficiência da floculação envolve a análise da distribuição do tamanho de partículas (DTP) que indica a quantidade de flocos de cada tamanho presentes na água floculada. Muitos estudos têm sido desenvolvidos para avaliar a eficiência da floculação utilizando diferentes tecnologias que permitem mensurar as mais variadas características das partículas formadas. Dentre estas tecnologias, destaca-se a de análise de imagens, que consiste em obter fotografias que permitam avaliar as características dos flocos.

Este trabalho faz parte de uma linha de pesquisa maior que aborda o tema saneamento com foco em investigar as causas e efeitos das alterações de características dos agregados no desempenho da separação sólido-líquido. Os estudos da linha de pesquisa são aplicados ao estudo de tratamento de água para abastecimento e permeiam aspectos conceituais, fenomenológicos e experimentais.

Os trabalhos, quase em sua totalidade, apresentam semelhanças em sua metodologia no que diz respeito à obtenção de parâmetros de partículas primárias e floculentas, pois utilizam métodos não intrusivos baseados na análise de imagem digital.

A Tabela 1 lista, em ordem cronológica, os principais trabalhos do grupo de pesquisa que se relacionam com o tema desta dissertação. Os estudos do grupo se iniciaram em meados dos anos 2000 e envolveram diversos pesquisadores de vários níveis.

Tabela 1: Evolução cronológica dos trabalhos realizados pelo grupo de pesquisa envolvendo análise de imagem digital no estudo da floculação

Ano	Autores	Linha de Pesquisa	Trabalhos Publicados
2001 - 2004	Dr. Rodrigo Braga Moruzzi	Pesquisa em nível de Doutorado para o estudo de partículas e de microbolhas usando análise de imagem digital em estação de tratamento em escala piloto.	MORUZZI et al.(2004); MORUZZI, R. B. (2004); MORUZZI E REALI (2007); MORUZZI E REALI (2010).
2013-2014	Ms. Pamela Moreno	Pesquisa em nível de mestrado sobre aplicação da lama vermelha no tratamento de água e emprego de técnica dedicada de análise de imagem no desempenho da floculação.	MORENO, MORUZZI E CONCEIÇÃO (2013); MORENO (2015); MORENO et al. (2015); MORENO et al. (2016).
2014-2015	Dr. André Luiz de Oliveira	Pesquisa em nível de Pós Doutorado no estudo de partículas floculentas e monitoramento contínuo da floculação.	OLIVEIRA et al.(2014); OLIVEIRA et al.(2015a); OLIVEIRA et al. (2015b); OLIVEIRA et al. (2015c).
2013-2017	Pedro Augusto Grava da Silva	Pesquisa em nível de iniciação científica referente ao aprimoramento das técnicas de obtenção e tratamento de imagem digital, seguido de pesquisa em nível de mestrado sobre a resistência, reflocação e geometria não euclidiana visando o tratamento de água de abastecimento.	SILVA et al.(2015); SILVA (2016); SILVA, OLIVEIRA E MORUZZI (2016); SILVA E MORUZZI (2017);
2015-2017	Luan Serafim Mendes Gonçalvez	Pesquisa em nível de mestrado sobre evolução do diâmetro fractal de agregados formados na floculação de água de baixa turbidez utilizando técnicas de obtenção e tratamento de imagem digital.	GONÇALVEZ (2017)
2015-2017	Ricardo Henrique de Andrade Dutra	Pesquisa em nível de mestrado sobre obtenção de parâmetros cinéticos de floculação utilizando técnicas de obtenção de tratamento de imagem digital.	DUTRA (2017)

CAPÍTULO 2

OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO PRINCIPAL

O principal objetivo deste trabalho foi analisar a evolução da DTP durante o processo de flocação em águas de baixa turbidez, da ordem de 6,5 uT, utilizando-se os coagulantes sulfato de alumínio, cloreto férrico e cloreto de polialumínio (PAC).

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Dentre os objetivos específicos do trabalho tem-se:

- Encontrar o par de valores de pH e concentração de coagulantes correspondentes à dosagem ótima do sulfato de alumínio, do cloreto férrico e do PAC;
- Analisar a evolução do diâmetro médio equivalente das partículas ao longo do tempo;
- Verificar a ocorrência de um patamar de estabilização, a partir do qual os flocos não têm variações significativas em seu tamanho médio;
- Determinar, ao longo do tempo de flocação, a evolução do parâmetro β_2 , representativo da DTP;
- Verificar o ajuste da função de distribuição gama à DTP, avaliando o comportamento de seus parâmetros representativos α e β_1 .

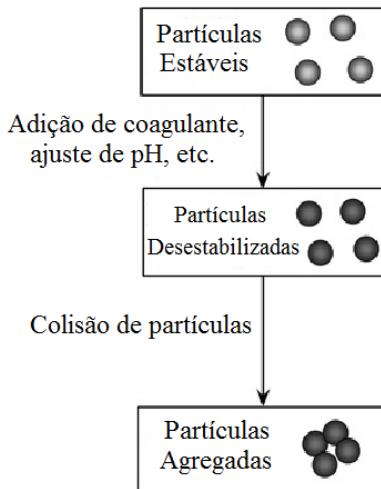
CAPÍTULO 3

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 SEPARAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO POR COAGULAÇÃO / FLOCULAÇÃO

Na maioria das Estações de Tratamento de Água (ETA) do Brasil é utilizado o processo de floculação como uma das etapas para promover a separação sólido-líquido em águas para abastecimento. De acordo com Spicer e Pratsinis (1996), Bouyer, Liné e Do-Quang (2004), Jarvis et al. (2005), Coufort et al. (2008) e Gregory (2009), este processo pode ser dividido em duas etapas, sendo a primeira a coagulação, caracterizada pela aplicação de um coagulante em uma condição de mistura intensa, com finalidade de desestabilizar as partículas, e a segunda a floculação, que consiste em promover colisões entre estas partículas desestabilizadas para que elas se agreguem, formando flocos de dimensões maiores. Um esquema deste processo é mostrado na Figura 1.

Figura 1 - Agregação de Partículas



Fonte: Adaptado de GREGORY, 2009.

A turbidez, que pode ser mensurada com facilidade e a baixo custo, é o parâmetro mais utilizado para monitorar a qualidade da água e avaliar os processos de tratamento mais efetivos. Geralmente, níveis mais baixos de turbidez indicam uma água de melhor qualidade (YAO; NAN; CHEN, 2014).

De acordo com Di Bernardo e Dantas (2005), a maioria das impurezas presentes na água apresenta carga superficial negativa, o que impede que elas se aproximemumas das outras e, dessa forma, os sólidos suspensos se mantêm estáveis. Daí surge a necessidade de se aplicar um agente coagulante para desestabilizar estas partículas e formar espécies hidrolisadas com carga positiva. Este processo é denominado coagulação.

Os sais de ferro, por exemplo, quando dissolvidos em água podem formar várias espécies hidrolisadas de diferentes cargas. Com carga positiva tem-se FeOH^{2+} , $\text{Fe}(\text{OH})_2^+$, $\text{Fe}_2(\text{OH})_2^{4+}$ e $\text{Fe}_3(\text{OH})_4^{5+}$, com carga negativa tem-se $\text{Fe}(\text{OH})_4^-$, e neutra tem-se $\text{Fe}(\text{OH})_3^0$ (CHING; TANAKA; ELIMELECH, 1994).

Segundo Li et al. (2006), há três diferentes mecanismos de coagulação, chamados neutralização de carga, varredura e formação de pontes. A neutralização de carga ocorre quando os sais metálicos, presentes na maioria dos coagulantes, hidrolisam rapidamente, formando várias espécies catiônicas que são absorvidas pelas cargas negativas das partículas, causando redução da carga. Em outro caso, quando os sais metálicos são adicionados na água em concentrações suficientemente altas para gerar precipitados de hidróxidos de metais amorfos, as partículas coloidais se enredam nestes precipitados, e assim têm-se a varredura. Além destes, a formação de pontes ocorre quando os segmentos

de uma cadeia polimérica absorvem uma ou mais partículas, ligando-as em conjunto. Pavanelli (2001) ainda cita um quarto mecanismo que é a compressão da camada difusa, em que são adicionados íons de carga contrária para desestabilizar as partículas.

Os sais de alumínio e de ferro são coagulantes amplamente utilizados em tratamento de água devido à sua eficácia em remover uma grande variedade de impurezas a um custo relativamente baixo. Dessa forma há um grande interesse em avaliar a eficiência dos diferentes tipos destes coagulantes na remoção de partículas da água (CHING; TANAKA; ELIMELECH, 1994; WANG et al., 2009). Além destes, alguns coagulantes poliméricos, como o cloreto de polialumínio (PAC) e o cloreto poliférrego (PFC), têm chamado bastante atenção dos pesquisadores e das companhias que administram as estações de tratamento. Há ainda o cloreto férrego polialumínio (PAFC), composto de sais de alumínio e de ferro, analisado por Cao et al. (2015), e os autores afirmam que o PAFC pode alcançar um melhor desempenho na coagulação.

De acordo com Xu et al. (2014) e Yu et al. (2015), o cloreto de polialumínio (PAC) tem apresentado uma melhor performance quando comparado com os coagulantes convencionais, embora os autores apontem que isto depende das características da água bruta.

Para garantir uma boa eficiência no tratamento de água, é importante determinar a dosagem ótima do coagulante, que é considerada a concentração de coagulante que apresenta melhor eficiência na remoção de partículas da água. Esta é uma etapa crucial do tratamento de água, uma vez que, de acordo com Boyer, Liné e Do-Quang (2004), uma dosagem excessiva de coagulante pode levar a altos custos de operação, enquanto baixas dosagens levam a um tratamento ineficiente, sem conseguir uma remoção adequada de partículas da água.

A dosagem ótima pode ser determinada através de uma série de experimentos de floculação, utilizando diferentes concentrações de coagulante e pH de coagulação, e será aquela de menor valor que conferirá à água a turbidez mais baixa (HE et al., 2011). Assim, como já consagrado na literatura, Xu et. al (2011), reportam que o pH interfere de maneira crítica na formação dos flocos e no mecanismo de coagulação predominante no processo. Além disso, o valor ótimo do pH para remoção de turbidez normalmente é diferente para cada tipo de coagulante. Portanto, a eficiência do processo de coagulação depende do coagulante utilizado, da dosagem deste coagulante, do pH de coagulação e da concentração e natureza das impurezas presentes na água bruta. Entre estes, o fator mais determinante no

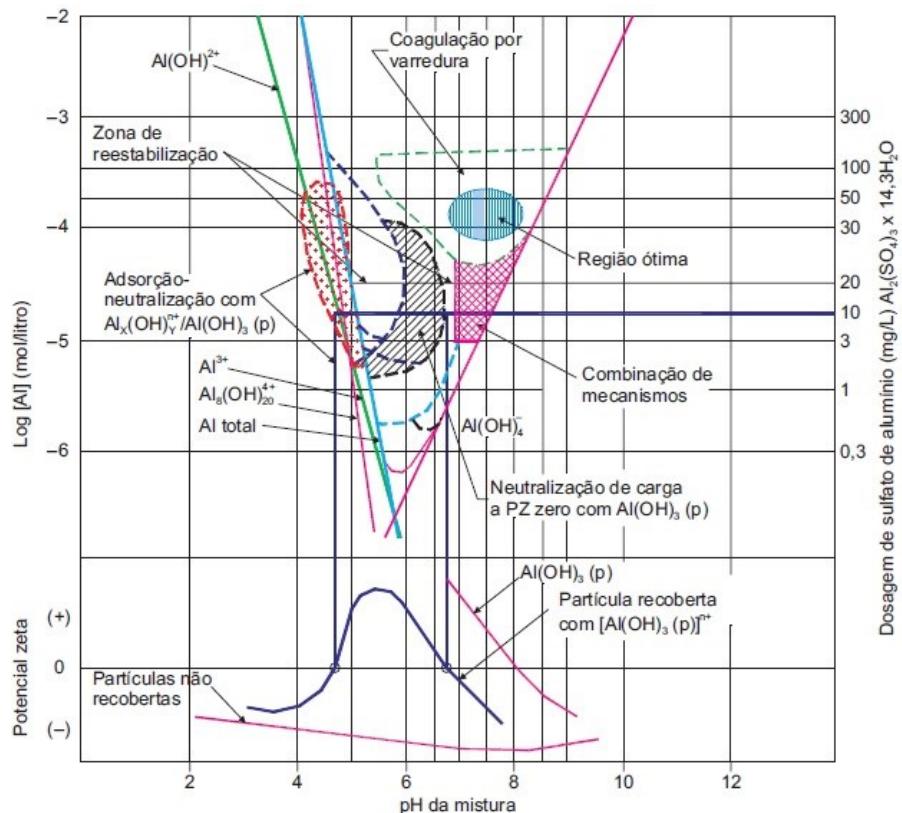
processo de coagulação é o pH, uma vez que afeta todo o equilíbrio da hidrólise resultante da adição do coagulante (DOMÍNGUEZ et al., 2005).

Segundo Ching, Tanaka e Elimelech (1994) e Domínguez et al. (2005), em condições de baixo pH e baixa dosagem de coagulante, o mecanismo predominante é a neutralização de carga, enquanto para maiores concentrações de coagulante e pH o mecanismo predominante é o da varredura.

Atualmente há estudos que investigam maneiras não convencionais de promover a coagulação. Yu et al. (2015), por exemplo, fizeram experimentos considerando o atraso em adicionar a suspensão de caulinita na água, ou seja, adicionando suspensão após adicionar o coagulante, e chegaram à conclusão de que este atraso pode prejudicar a habilidade de coagular as partículas dependendo do coagulante utilizado.

Amirtarajah e Mills (1982), citado por Di Bernardo e Dantas (2005), desenvolveram um típico diagrama de coagulação, mostrado na Figura 2, utilizando o sulfato de alumínio como coagulante. Nele é possível notar como o pH e a concentração de coagulante interferem no mecanismo de coagulação. Mas, de acordo com Di Bernardo e Dantas (2005), este diagrama corresponde a uma situação particular, pois as linhas que delimitam cada região se alteram com as características da água analisada.

Figura 2: Diagrama de coagulação típico do sulfato de alumínio



Fonte: Di Bernardo e Dantas (2005)

Pavanelli (2004) investigou os diagramas de coagulação do sulfato de alumínio e do cloreto férrico em águas de alta turbidez (100 uT) e encontrou a faixa ótima com pH de 6,5 a 7,45 para dosagens de 2,25 mg de Al^{3+}/L ou mais, para o sulfato de alumínio, e uma extensa faixa de pH de 6,10 a 7,30 para dosagens superiores a 4 mg de Fe^{3+}/L , para o cloreto férrico.

Segundo Spicer e Prastinis (1996) e Jarvis et al. (2005), após a coagulação, no processo de flocação em condições de mistura lenta, as partículas devem colidir e aderir umas com as outras, aumentando seu tamanho.

A maioria dos processos de flocação pode ser dividida em duas fases, a fase de transição, na qual o tamanho do floco aumenta até um valor máximo, e o estado estacionário, quando o tamanho do floco não varia de maneira significativa (HE et al., 2011).

De acordo com Couffort et al. (2008), o gradiente médio de velocidade (G) é o parâmetro mais significativo em projetos de unidades de coagulação e flocação para

quantificar a agitação e taxas de cisalhamento aplicados em um determinado fluido. Este valor de G pode ser calculado através da Equação 1:

$$G = \sqrt{\frac{\varepsilon}{\nu}} \quad \text{Equação (1)}$$

Sendo: ε a dissipação de energia, em L^2/T^3 ; e ν a viscosidade cinemática do fluido, em L^2/T .

Yang et al. (2013) afirmam que o estudo da cinética da floculação é de grande importância prática para a compreensão dos mecanismos de floculação e pode contribuir para aumentar a eficiência dos coagulantes e controlar os processos de floculação.

3.2 CRESCIMENTO, RUPTURA E RECRESCIMENTO DOS FLOCOS

Segundo Spicer e Prastinis (1996), Jarvis et al. (2005), Coufort et al. (2008) e Yu et al. (2012), durante a floculação a estrutura dos flocos muda constantemente, pois o procedimento de mistura da água responsável por garantir as colisões de partículas também gera tensões de cisalhamento, promovendo a ruptura dos flocos, que ficam mais suscetíveis à quebra à medida que aumentam seu tamanho. Portanto, a dimensão dos flocos é resultado do equilíbrio entre a formação e a ruptura de flocos. Esta condição de equilíbrio é o estado estacionário e a estrutura dos flocos, neste estado, depende das condições do processo de formação.

Geralmente são aceitas duas formas de ruptura de flocos: a erosão superficial e a fragmentação em larga escala. A erosão superficial está relacionada com a remoção de pequenas partículas causada por tensões na superfície do floco, enquanto a fragmentação está relacionada com fissuras que ocorrem no interior do floco (JARVIS, 2005).

De acordo com He et al. (2011), na fase de transição, taxas de cisalhamento maiores fazem com que os flocos cresçam mais rapidamente, devido à maior frequência de colisão de partículas. No estado estacionário também são observadas maiores variações de tamanho em condições de agitação mais intensas, pois propiciam mais quebras e recrescimento de flocos, enquanto ambientes menos turbulentos tendem a provocar pouco contato e pouca ruptura entre as partículas formadas, gerando uma pequena variação no tamanho dos flocos.

Uma propriedade que pode ter um impacto significativo em tratamento de água é a capacidade dos flocos de se reagregarem após a ruptura, pois, neste processo, podem ser formados flocos mais compactos, e, portanto, mais resistentes à quebra. Porém, na maioria dos experimentos utilizando coagulantes convencionais, observa-se que o tamanho inicial do flocos não é alcançado após a quebra, embora tenham apresentados diferentes graus de recrescimento, dependendo do coagulante utilizado (JARVIS; JEFFERSON; PARSONS, 2005; XU et al., 2014).

Jarvis, Jefferson e Parsons (2005) analisaram a estrutura de flocos de matéria orgânica natural antes da quebra e depois da recrescimento utilizando diferentes tipos de coagulantes e concluíram que os maiores flocos são obtidos antes da quebra e que coagulantes poliméricos geram flocos mais resistentes. Os autores ainda afirmam que flocos formados por neutralização de carga se regeneram completamente após a ruptura.

Jarvis, Jefferson e Parsons (2005) sugerem, também, que flocos se tornam mais compactos após expostos a altas taxas de cisalhamento, pois suas ligações fracas se quebram e o flocos se rearranja em uma estrutura mais estável.

Yu et al. (2012) avaliaram os efeitos de diferentes estratégias de dosagem de coagulante no crescimento e recrescimento dos flocos, investigando a formação com aplicação de uma mesma quantidade de coagulante de maneira pontual e contínua e, após a quebra, a recrescimento dos flocos com uma nova adição de coagulantes nesta etapa, também de maneira pontual e contínua.

Os mesmos autores observaram que, em relação à formação, os flocos formados pela aplicação contínua de coagulante, apesar de demorar mais para iniciar o crescimento, atingiram dimensões maiores que aqueles formados com aplicação pontual. Já na etapa de recrescimento, que ocorre após a ruptura dos flocos, há um recrescimento maior com uma nova dosagem de coagulante nesta etapa, independentemente de ser aplicada de maneira pontual ou contínua, porém os flocos não atingem as dimensões apresentadas antes da quebra.

Segundo He et al. (2011), poucos estudos têm sido realizados para avaliar o comportamento da floculação sob baixos gradientes de velocidade ($G < 20 \text{ s}^{-1}$). Em virtude disso, os autores analisaram a evolução temporal do tamanho e estrutura dos flocos gerados com valores de G entre 3 e 16 s^{-1} e concluíram que, nestas condições, os menores valores de G analisados geraram flocos mais frágeis, o que sugere que as estruturas mais compactas e resistentes são formadas após a ruptura e rearranjo dos flocos.

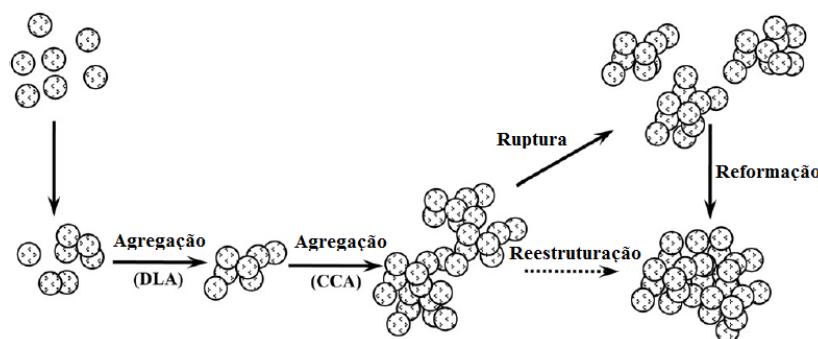
3.3 CARACTERÍSTICAS DOS FLOCOS

No processo de floculação, as condições iniciais da água a ser tratada e as condições de mistura utilizadas conferem, aos flocos, diferentes características, incluindo tamanho, resistência e estrutura fractal. Estes parâmetros são considerados fundamentais para determinar a eficiência do tratamento de água. Agregados pequenos ou de estruturas frágeis tendem a se sedimentar mais lentamente, dificultando sua remoção (XU et al., 2014).

Amirtharajah e O’Melia (1990 apud CHING; TANAKA; ELIMELECH, 1994) afirmam que as propriedades dos agregados formados são influenciados principalmente pela dosagem de coagulante, pH da solução e intensidade da mistura.

De acordo com Patrick e Pratsinis (1996) e He et al. (2011), inicialmente, na floculação, partículas desestabilizadas entram em contato, gerando pequenos agrupamentos de partículas. Posteriormente, estes pequenos agrupamentos também se agregam, formando flocos de grandes dimensões, porosos e com grandes ramificações. Estes flocos são mais suscetíveis à ruptura, portanto, eles se quebram e se rearranjam em flocos mais resistentes e compactos, como mostra o esquema na Figura 3.

Figura 3: Formação e recrescimento de flocos



Fonte: Adaptado de HE et al., 2011

Segundo He et al. (2011), o tamanho do fisco, que tem superfície irregular, pode ser calculado nos termos de seu diâmetro equivalente, através da Equação (2).

$$D_{eq} = (4A_f/\pi)^{1/2} \quad \text{Equação (2)}$$

Sendo: D_{eq} o diâmetro equivalente, em L; e A_f a área projetada do flocos, em L^2 .

Yao, Nan e Chen (2014) afirmam que águas com turbidez elevada propiciam mais oportunidades de colisão de partículas, contribuindo para formação de flocos maiores, no entanto estes flocos são mais suscetíveis à ruptura, devido a sua estrutura frágil. Já águas de baixa turbidez contêm menos partículas, o que resulta em um número menor de colisões, aumentando a dificuldade de formar grandes flocos, dificultando a remoção de partículas por sedimentação, entretanto, flocos mais resistentes.

Partículas de diferentes tamanhos tem contribuições diferentes nos valores de turbidez, que refletem, principalmente, o número de grandes partículas (maiores que 5 μm) presentes na água. Devido ao complexo comportamento das pequenas partículas (menores que 5 μm) na água, é difícil relacioná-las com a turbidez (YAO; NAN; CHEN, 2014).

De acordo com Yao, Nan e Chen (2014), medições diretas e monitoramento da distribuição do tamanho de partículas são procedimentos muito importantes em processos de separação sólido/líquido, pois partículas de vários tamanhos são encontradas na água bruta, mas coloides (0,01 a 0,1 μm) e pequenos sólidos (10 a 100 μm) são as principais partículas a serem removidas.

Shen e Maa (2016) afirmam que a DTP é um fator crítico para determinação da velocidade de deposição de sedimentos coesivos e é a chave para abordar o processo de floculação, por isso várias técnicas têm sido desenvolvidas para determiná-la, tanto em laboratório quanto campo. A DTP pode ser definida em função da quantidade, massa, diâmetro, área superficial e volume das partículas, sendo que, em tratamento de água, o mais comum é utilizar um contador de tamanho de partículas e agrupá-las por faixa de tamanho (MORENO, 2015).

Coufort et al. (2008) analisaram a relação entre a DTP e a hidrodinâmica e apontaram que a ruptura dos flocos está relacionada com a dissipação de energia cinética e com a viscosidade, independente do tipo de rotor, porém a aglomeração de flocos está relacionada com a frequência de colisão entre partículas, e isto depende da eficiência de mistura de cada tipo de rotor.

Segundo Crittenden et al. (2005) a distribuição da frequência do número de partículas $F(d)$ pode ser expressa como a concentração do número de partículas, dN , no que diz respeito à fração incremental no tamanho, $d(dp)$. Esta relação expressa pela Equação (3).

$$F(dp) = \frac{dN}{d(dp)} \quad \text{Equação (3)}$$

Onde $F(dp)$ é a função que define a frequência de distribuição de partículas, dN é a concentração do número de partículas em termos da variação incremental dos diâmetros das partículas e $d(dp)$ é a variação incremental dos diâmetros das partículas.

Os mesmos autores afirmam que a frequência da distribuição de partículas diminui à medida que se aumenta o diâmetro da partícula, ou seja, quanto maior o diâmetro da partícula, com menos frequência ela ocorre no processo de floculação, e esta relação normalmente segue a equação de distribuição em forma de potência expressa na Equação (4).

$$\frac{dN}{d(dp)} = A(dp)^{-\beta_2} \approx \frac{\Delta N}{\Delta dp} \quad \text{Equação (4)}$$

Sendo A o coeficiente da equação de potência, dp o diâmetro da partícula e β_2 o coeficiente de inclinação da equação de potência.

É possível aplicar Log de ambos os lados da Equação (4) com intuito de linearizá-la, transformando-a na Equação (5).

$$\log \left[\frac{dN}{d(dp)} \right] = -\beta_2 \log(dp) + \log A \quad \text{Equação (5)}$$

O valor negativo do β_2 indica que se trata de uma reta decrescente, ou seja, com predomínio de partículas menores. Este predomínio é mais acentuado para maiores valores, de β_2 , em módulo, que indica um maior coeficiente angular, e menos acentuados para valores menores.

De acordo com Tse et al. (2011), métodos de análise se tornam mais robustos quando os dados experimentais se adequam a um tipo de distribuição conhecido, e a distribuição gama se torna uma opção interessante neste sentido, por ser flexível e se adequar a muitos tipos de distribuições com um número pequeno de parâmetros ajustáveis.

A função de densidade de probabilidade gama pode ser expressa pela Equação (6) sendo que as variáveis χ , α , β_1 devem ser maiores que 0.

$$f(\chi, \alpha, \beta_1) = \frac{1}{\beta_1^\alpha \Gamma(\alpha)} \chi^{\alpha-1} e^{-\frac{\chi}{\beta_1}} \quad \text{Equação (6)}$$

Onde: χ é a variável de interesse, α o parâmetro de forma e β_1 o parâmetro de escala e $\Gamma(\alpha)$ a função gama, que é definida pela Equação (7).

$$\Gamma(\alpha) = \int_0^\infty t^{\alpha-1} e^{-t} dt \quad \text{Equação (7)}$$

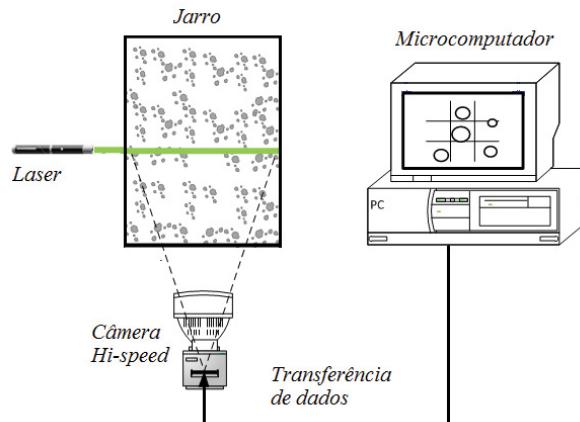
Para posterior análise dos agregados com utilização de alguma função de distribuição, os dados relativos à evolução dos agregados devem ser obtidos de forma otimizada. Neste sentido, considerando-se que a agregação de partículas é um processo muito importante no tratamento de água e pode ter efeitos significativos em operações de separação sólido-líquido é necessário utilizar técnicas de monitoramento que permitam mensurar o tamanho dos flocos ou outras propriedades relacionadas com a velocidade de sedimentação ou com a filtração (GREGORY, 2009).

No caso da DTP, vários métodos de medição têm sido empregados. Dentre eles pode-se citar a dispersão de luz por meio de laser, ultrassom, análise óptica de imagem, medição mecânica direta e análise digital de imagens (JUNKER, 2006).

Segundo Marques Filho e Vieira Neto (1999), pode-se descrever uma imagem monocromática matematicamente por uma função $f(x,y)$ de sua intensidade luminosa. Nesta função, cada ponto das coordenadas espaciais x e y é representado por um pixel, menor elemento de uma imagem digital, e a cada pixel é atribuído um nível de cinza, proporcional ao brilho da imagem naquele ponto.

A primeira etapa da análise de imagens é a aquisição da imagem que consiste em converter uma cena real em uma imagem digital. Um método de aquisição, voltado para investigação do processo de floculação, que tem sido utilizado por vários pesquisadores, como Bouyer et al. (2005), Moruzzi et al. (2016) e Ren et al. (2017), consiste em produzir um plano de luz atravessando o jarro para visualização destacada dos flocos e captura da imagem por meio de câmera digital. A Figura 4 ilustra este método de aquisição que, segundo Bouyer et al. (2005) tem a vantagem de ser não intrusivo e não destrutivo, se comparado com outras técnicas como microscopia ou granulometria a laser.

Figura 4: Esquema de aquisição de imagens de flocos iluminados por uma folha de luz



Fonte: MORUZZI et al. (2016)

Após a aquisição, a imagem deve ser processada, o que, de acordo com Marques Filho e Vieira Neto (1999), normalmente envolve procedimentos expressos sob forma de algoritmos implementados via *software*. Entre estes procedimentos, tem-se a limiarização, ou binarização, que consiste em diferenciar os elementos na imagem em objeto ou fundo. Segundo os autores, a maneira mais simples de fazer a limiarização consiste em converter os pixels com tom de cinza maior ou igual a determinado valor de limiar em brancos e os demais em pretos. Desta forma é possível contabilizar e mensurar os objetos de interesse presentes na imagem que, no caso deste trabalho, são as partículas floculentas.

CAPÍTULO 4

MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS UTILIZADOS

A água de estudo foi preparada com solução de caulinita adicionada à água proveniente da rede de distribuição com turbidez menor que 0,5 uT. Portanto para conferir a turbidez desejada a esta água utilizou-se caulinita natural que, segundo Shen e Maa (2016), é amplamente utilizado em experimentos de laboratório para representar sedimentos coesivos e é um dos quatro minerais mais abundantes na argila natural.

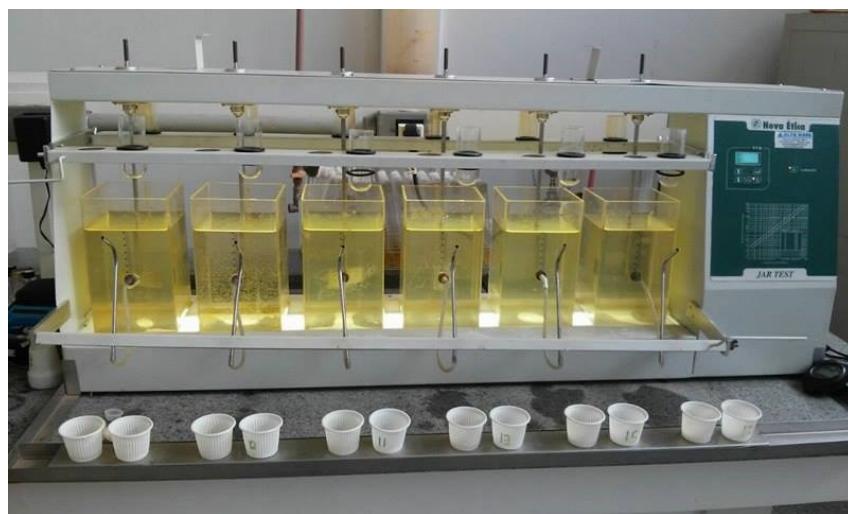
Para simulação da floculação, em equipamento de bancada Jar Test, três diferentes coagulantes foram utilizados, sendo eles o sulfato de alumínio ($Al_2(SO_4)_3$), cloreto férrico ($FeCl_3$) e cloreto de polialumínio (PAC).

Os produtos utilizados para regular o pH da água foram o ácido clorídrico (HCl), com concentração de 0,1 mol/L, como acidificante, e o alcalinizante hidróxido de sódio (NaOH) com concentração de 0,1 mol/L.

4.2 EQUIPAMENTOS

A medição de turbidez foi feita por meio de um turbidímetro PoliControl AP2000. Para leitura dos valores de pH utilizou-se um pHmetro Even PHS-3E. Os ensaios foram realizados em um equipamento *Jar Test* mostrado na Figura 5. A água utilizada nos ensaios era armazenada e preparada em reservatório de polietileno de 250 L.

Figura 5: Equipamento Jar Test



Fonte: Autor

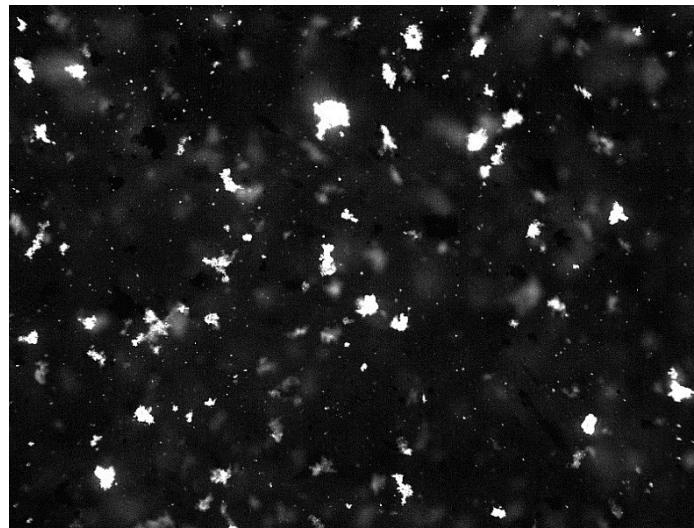
Para estabelecimento do plano de luz foi utilizado PMLF Laser 303 da marca Zhong Heng de 35000 MW de potência. O laser foi adaptado para permitir sua ligação apenas no momento de aquisição das imagens. Outra adaptação foi a inserção de uma lente na saída da laser para possibilitar o plano de luz de cerca de 1 mm de espessura.

As imagens foram obtidas no modo monocromático por meio de uma câmera digital Nikon D5500, com resolução de 24 megapixels, apoiada em um tripé. Com a finalidade de evitar uma possível movimentação da câmera a cada acionamento do botão de captura de imagens, os comandos para obtenção de fotografias foram enviados a partir de um computador portátil.

Para realizar o processamento das imagens obtidas foi utilizado o *software* Image Tool. Este *software* é capaz de contabilizar e mensurar as características dos flocos desejadas, como área e diâmetro equivalente, por meio das imagens fornecidas, desde que seja fornecida uma escala para a imagem e um limiar de binarização. As Figuras 6 e 7

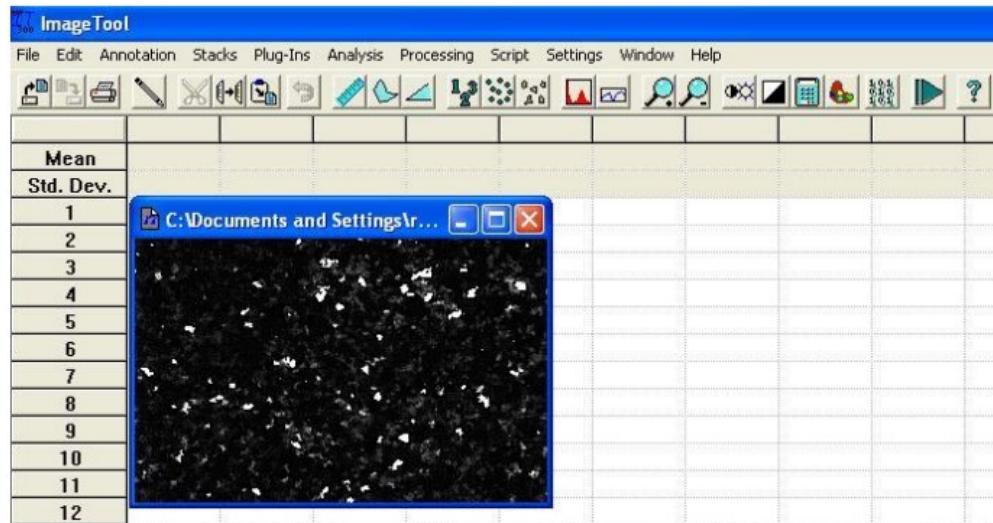
mostram, respectivamente, um exemplo de imagem de flocos a ser tratada pelo Image Tool e a interface do software.

Figura 6: Exemplo de imagem dos flocos



Fonte: Autor

Figura 7: Interface do software Image Tool



Fonte: Autor

4.3 PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES

A água de estudo foi preparada em laboratório a partir de solução de caulinita com base na metodologia proposta em Pádua (1994) e Yukselen e Gregory (2004). A solução de caulinita foi preparada diluindo caulinita natural em água destilada, em seguida, mantendo esta solução em um agitador magnético por 8 horas e, posteriormente, mantida em repouso por 12 horas. Por fim foi coletado o sobrenadante desta solução a ser utilizado para preparação da água de estudo. A água de estudo foi preparada adicionando-se a solução de caulinita até que a turbidez alcançasse o valor aproximado de 6,5 uT.

As soluções dos coagulantes sulfato de alumínio, cloreto férrico e PAC foram preparadas com as concentrações de 46,708 g/L, 5,81 g/L e 24,0 g/L, respectivamente. Estas dosagens das soluções foram preparadas de modo que cada ml adicionado no jarro de 2 L deixe a mistura com uma concentração de 1 mg/L de sal, facilitando a determinação das concentrações dos sais na mistura final.

4.4 DETERMINAÇÃO DA DOSAGEM ÓTIMA DO COAGULANTE

Em processos de flocação é importante determinar, primeiramente, a concentração adequada de coagulante e a faixa de pH que mais favorece a formação de flocos. Tipos de coagulantes diferentes apresentam maior eficiência em diferentes concentrações e faixas de pH, por isso realizou-se vários ensaios *Jar Test* para determinar a dosagem ótima de coagulante e a faixa de pH escolhidas para desenvolvimento do estudo com cada um dos coagulantes utilizados.

Para obtenção do diagrama foram considerados no *Jar Test* gradiente médio de mistura rápida de 1000 s^{-1} e tempo de mistura de 10 s, gradiente médio de velocidade de flocação de 20 s^{-1} e tempo de flocação de 20 minutos. As velocidades de sedimentação consideradas foram de 5,0 cm/min e 2,5 cm/min.

Para preencher o diagrama de coagulação, para cada concentração de coagulante analisada, foram feitos ensaios com o pH de coagulação no intervalo de 4,0 e 9,0, obtendo pelo menos doze valores de pH dentro deste intervalo.

A concentração adequada de coagulante na mistura para melhor eficiência da floculação é diferente para cada coagulante utilizado. Portanto o intervalo e a faixa de dosagem analisados de cada coagulante foram diferentes. A concentração do sulfato de alumínio estudada variou a cada 0,25 mg/L de Al^{3+} até atingir a concentração de 5,0 mg/L de Al^{3+} . Para o cloreto férrico a faixa de dosagem analisada foi de 0,5 mg/L até 10 mg/L de Fe^{3+} , com intervalos de 0,5 mg/L de Fe^{3+} , e do PAC a variação foi a cada 1,0 mg/L de PAC, no intervalo de 1,0 mg/L até 12 mg/L de PAC. Totalizando, nesta etapa de determinação do diagrama de coagulação foram analisados mais de 120 pontos (pH de coagulação x dosagem de coagulante) para cada coagulante.

4.5 EXPERIMENTOS DE FLOCULAÇÃO

Para fazer a avaliação da distribuição do tamanho dos flocos ao longo do tempo foram conduzidos experimentos de floculação com os diferentes coagulantes estudados e com diferentes gradientes de velocidade na mistura.

Nestes experimentos, primeiramente foram adicionados, à água bruta, o produto regulador de pH e a quantidade de coagulante correspondente à dosagem ótima, determinadas por meio do diagrama de coagulação.

Estabelecidas as condições ótimas, conforme ponto do diagrama escolhido o *Jar test* era acionado para promover a mistura rápida com um $G = 1000 \text{ s}^{-1}$ durante 10 s. Em seguida a velocidade do rotor foi reduzida para promover a mistura lenta, que foi mantida por 60 minutos. Foram conduzidos ensaios variando-se as intensidades de mistura lenta, analisados os gradientes médios de velocidade de floculação 20, 30, 40, 50, 60, 80, 100 e 120 s^{-1} para cada um dos coagulantes sulfato de alumínio, cloreto férrico e PAC.

4.6 OBTENÇÃO DE IMAGENS

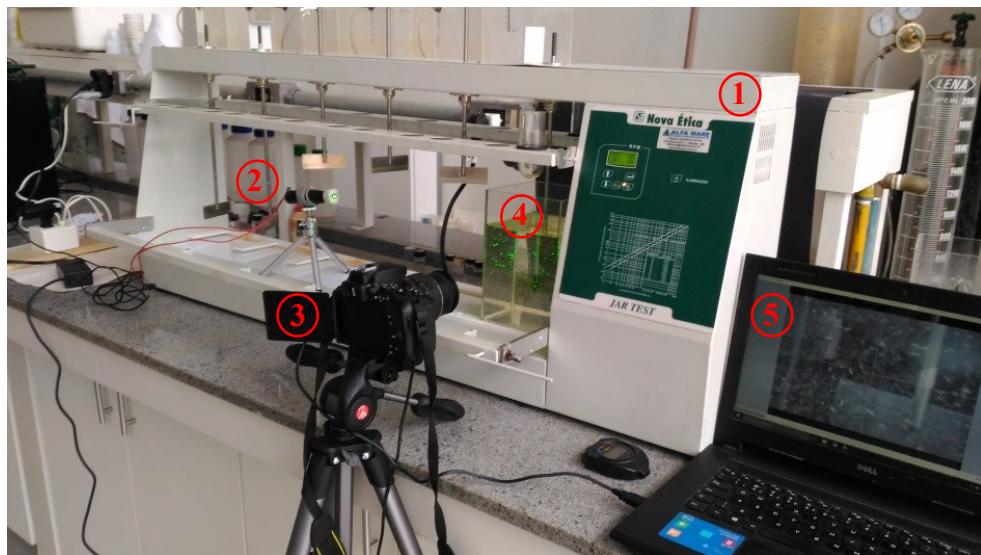
As imagens foram obtidas a partir do plano de luz estabelecido, nos tempos de floculação de 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50 e 60 minutos. Em cada um destes tempos foram obtidas 40 imagens, ou seja, considerando-se que foram avaliados 8 gradientes médios de velocidade de floculação, foram obtidas 5120 imagens para cada coagulante estudado.

O plano de luz foi posicionado de forma paralela e bem próximo à parede do jarro ortogonal à câmera, reduzindo a chance de flocos se posicionarem entre o plano de luz e a câmera, o que aumentaria o erro do método. O ajuste do foco era manualmente antes do início de cada experimento, para garantir que o foco estivesse posicionado no plano de luz. Para impedir o aparecimento de “rastros” nas imagens a velocidade de captura da câmera foi ajustada para sua maior capacidade, ou seja 1/4000 s. Os comandos para obtenção de fotografias eram enviados a partir de um computador portátil.

As imagens dos flocos foram capturadas ao longo de todo o processo de floculação, para que fosse possível acompanhar a evolução da distribuição do tamanho das partículas ao longo do experimento. Antes de cada captura o laser era ligado, posteriormente a câmera era acionada, e na sequencia o laser era desligado.

A Figura 8 mostra o aparato experimental.

Figura 8: Conjunto de equipamentos para obtenção de imagens



1 – *Jar test*; 2 – Laser adaptado; 3 – Câmera para aquisição de imagens;

4 – Jarro com água floculada; 5 – Computador portátil.

Fonte: Autor

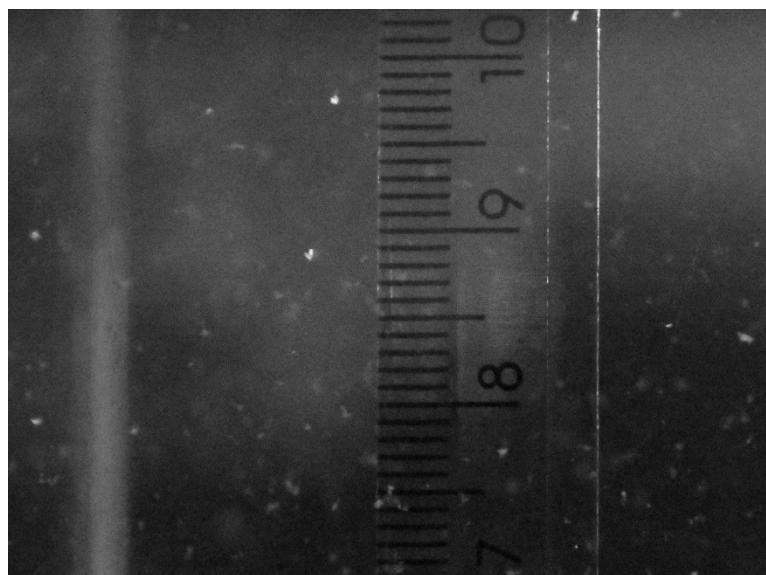
A câmera utilizada, considerando-se sua máxima resolução de 24 megapixel tem capacidade de capturar até 4 fotografias por segundo, neste sentido, eram capturadas 40 imagens nos dez segundos finais de cada tempo de floculação estudado. O total de imagens obtidas para cada coagulante, conforme supracitado, foi de 5120 imagens.

4.7 TRATAMENTO DAS IMAGENS

As imagens foram analisadas com a utilização do *software* Image Tool. Antes do processamento das imagens estas eram recortadas de forma a permanecer na imagem final apenas a área de maior nitidez observada na imagem original. Todas as imagens foram reestruturadas da mesma maneira.

A calibração do equipamento feita a partir de fotografia de uma régua graduada posicionanda no plano de luz gerado pelo laser (Figura 9).

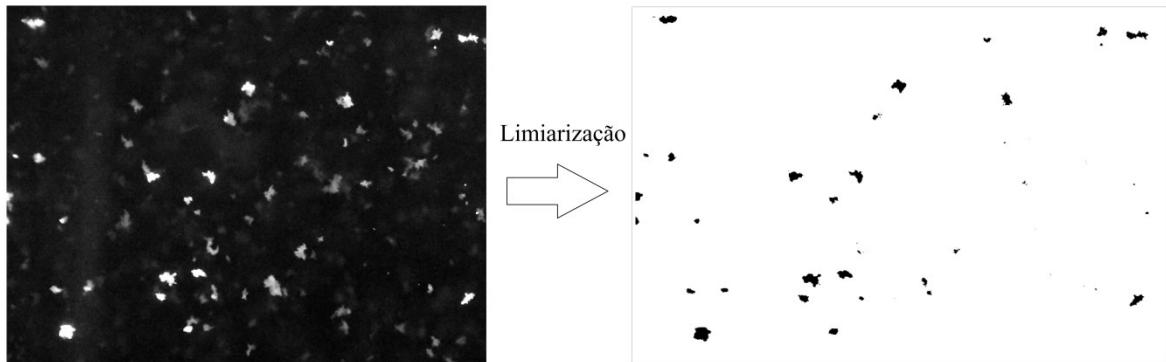
Figura 9: Imagem da régua para realizar a calibração



Fonte: Autor

A limiarização (threshold) das imagens consistiu em definir, manualmente, um limiar de binarização evidenciando os flocos do plano de luz na cor preta. A Figura 10 mostra uma imagem antes e depois de passar pelo processo de limiarização.

Figura 10: Limiarização de uma imagem de partículas floculentas



Fonte: Autor

Com os flocos da imagem claramente identificáveis e com a dimensão calibrada o *software* forneceu as informações sobre eles, como a quantidade, área, dimensões máxima e mínima e o diâmetro equivalente de cada um dos flocos identificados, além de outros parâmetros que não são objeto deste estudo.

O diâmetro equivalente é calculado pelo *software* de acordo com a Equação (2), transformando a área do floco em uma área circular e obtendo o diâmetro deste círculo, que também pode ser chamado de diâmetro de Feret (D_f).

4.8 ERROS DO MÉTODO

Normalmente estudos que se baseiam em experimentos laboratoriais apresentam erros inerentes à tecnologia ou metodologia utilizada. No caso neste estudo não foi diferente, e alguns erros foram analisados para verificar o quanto eles interferiram na confiabilidade dos resultados.

De acordo com Allen (2003), erros em análises de tamanho de partículas podem ocorrer devido a limitações do equipamento utilizado, utilização de procedimentos inadequados, erros do operador e amostragem incorreta.

Neste trabalho foram analisados os erros referentes à resolução da câmera, o erro amostral e o erro em função da mudança de operador no processo de tratamento das imagens.

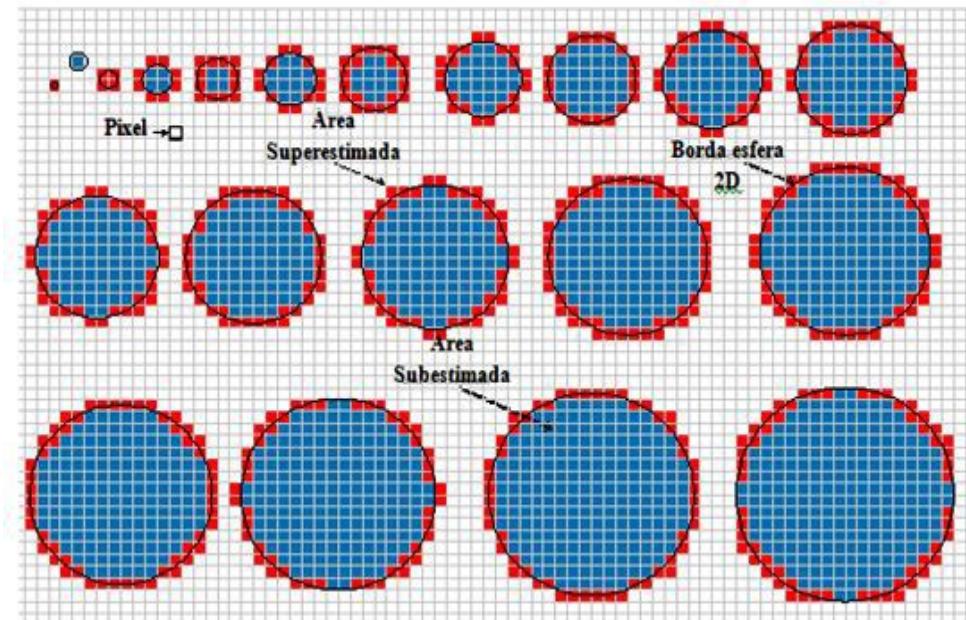
4.8.1 ERRO EM FUNÇÃO DA RESOLUÇÃO DA CÂMERA

A imagem obtida pela câmera é composta de pixels, que são os menores elementos da imagem sobre os quais é possível atribuir cor. Ou seja, se uma partícula com área menor que um pixel estiver no plano de luz no momento da captura, na imagem digital, caso ela seja contabilizada na imagem, terá área igual à de um pixel. Este raciocínio também pode ser estendido a partículas de área maior, mas que tem suas bordas contornadas por estes elementos, o que ocasiona uma diferença entre a dimensão real do floco e a dimensão do floco na imagem. Esta diferença tende a ser menor à medida que a resolução da câmera é maior. Por isso a importância de se obter imagens com a mais alta resolução disponível.

Flocos menores também tendem a apresentar um erro proporcionalmente maior, em função deste parâmetro, uma vez que um pixel representa uma parcela significativa de suas dimensões.

A Figura 11 mostra como esta zona de fronteira do floco pode modificar a dimensão dos flocos, utilizando como exemplo partículas esféricas. Em azul tem-se a área do floco contabilizada com pixels inteiros e em vermelho tem-se a região das bordas do floco, que podem ou não ser consideradas no cálculo da área. Caso estes pixels de borda sejam considerados, tem-se uma área do floco superestimada, enquanto se não forem contabilizados, tem-se uma área subestimada.

Figura 11: Interferência do pixel na determinação da área do floco



Fonte: Moreno (2014)

Para determinar o quanto significativa é a diferença entre a dimensão real e a calculada para cada flocos é necessário, primeiramente, determinar qual a dimensão do pixel na resolução utilizada.

Esta determinação foi feita com auxílio do *software* AutoCad 2016, inserindo, no programa, uma imagem capturada pela câmera em que aparecia uma régua posicionada no plano de luz. Esta imagem teve seu tamanho ajustado de modo que cada unidade de medida correspondesse a um pixel. Utilizando a graduação da régua foi possível fazer a relação entre as unidades de medida convencionais, neste caso milímetros, e o tamanho do pixel.

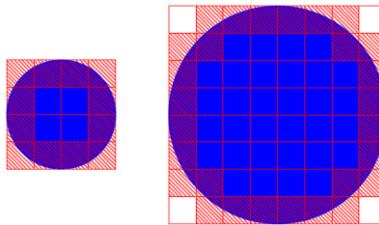
Depois de determinado a dimensão unitária do pixel, calculou-se o erro em função da área superestimada e subestimada. Isso foi feito representando partículas esféricas de diâmetro de 1, 2, 4, 8, 16 e 32 pixels e inserindo quadrados com a unidade de pixel sobre estas partículas hipotéticas. Para o cálculo da área superestimada, todos os pixels situados nas bordas foram considerados como parte da área do flocos, enquanto para a área subestimada estas áreas foram desconsideradas. Por fim comparou-se os diâmetros equivalentes das áreas superestimadas e subestimadas com o diâmetro real, calculando o erro através da Equação (6).

$$e = \frac{D_{av} - D_r}{D_r} * 100 \quad \text{Equação (6)}$$

Sendo e o erro em porcentagem, D_{av} o diâmetro equivalente avaliado (superestimado ou subestimado) em mm, e D_r o diâmetro real em mm.

A Figura 12 mostra como foram calculados as áreas superestimadas e subestimadas. Em azul têm-se os flocos esféricos em sua dimensão real, e os quadrados de contornos vermelhos representam os pixels. Os quadrados hachurados representam os pixels situados nas bordas dos flocos, que são considerados no cálculo da área superestimada e desconsiderados no cálculo da área subestimada.

Figura 12: Flocos esféricos com suas áreas subestimadas e superestimadas



Fonte: Autor

4.8.2 ERRO AMOSTRAL

Durante o experimento de flocação os flocos formados se movimentam por todas as direções dentro do jarro em que o experimento é conduzido. Porém em cada captura, apenas uma parcela destes flocos cruzam o plano de luz no momento exato e são contabilizados e analisados no estudo. Portanto é importante saber se esta amostra representa de maneira adequada os demais flocos presentes no jarro, tanto em quantidade, quanto em relação às dimensões.

Esta análise amostral foi feita com as 40 imagens obtidas no tempo de 40 minutos, no qual se espera que as partículas já estejam estabilizadas, ou seja, não apresentam variações significativas de tamanho com o passar do tempo, para cada gradiente de velocidade e cada um dos coagulantes que são de interesse da pesquisa.

As imagens foram analisadas em grupos de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 e 40 imagens, observando a quantidade e diâmetro médio de flocos por imagem e o erro foi calculado conforme a Equação (7).

$$e = \left(\frac{V_o - V_r}{V_r} \right) * 100 \quad \text{Equação (7)}$$

Sendo e o erro observado em porcentagem, V_o o valor médio observado, de quantidade ou diâmetro, para cada grupo de imagens (5, 10, 15, 20, 25, 30 e 35) e V_r o valor médio, de quantidade ou diâmetro, das 40 imagens analisadas.

4.8.3 ERRO DA DIFERENÇA DE OPERADORES NA BINARIZAÇÃO

Uma das etapas necessárias para o tratamento de imagem no *Image Tool* é a binarização da imagem, que é feita de maneira manual. Isto ocasiona uma diferença dos dados obtidos por diferentes operadores do software.

Para mensurar esta influência do operador no resultado final dos dados obtidos, fez-se com que três diferentes operadores fizessem o tratamento de 5 imagens iguais de cada coagulante. Depois os resultados obtidos em relação à quantidade média de flocos obtidos por imagem e ao diâmetro médio observado foram comparados. O erro em função do operador foi estimado conforme a Equação 8.

$$e = \frac{Vo - Vm}{Vm} * 100 \quad \text{Equação (8)}$$

Sendo e o erro em porcentagem, Vo o valor obtido pelo observador, de quantidade ou diâmetro médio dos flocos, e Vm a média dos valores obtidos pelos três pesquisadores.

4.9 CLASSIFICAÇÃO DOS FLOCOS POR TAMANHO

Com o fim do processo de tratamento de todas as imagens obtidas no experimento, os flocos das imagens coletadas em cada um dos tempos analisados foram divididos em classes de tamanho em função de seu diâmetro de Feret (D_f).

Optou-se por dividir os flocos em 15 classes, ficando na classe 1 os flocos de menor D_f , e a classe 15 os de maior D_f . Criou-se ainda uma décima sexta classe que abrangeu os flocos maiores que os da classe 15, mas que ocorriam com pouca frequência. A amplitude de cada classe foi de 0,0816618 mm, e a primeira classe foi iniciada com o diâmetro mínimo observado em todas as imagens, que foi de 0,01343 mm. A Tabela 1 mostra como ficaram distribuídas as classes de tamanho dos flocos em função do diâmetro de Feret, em milímetros.

Tabela 2: Distribuição das classes de tamanho dos flocos

Classe	Limite inf.	Limite sup.
1	0,01343	0,095091778
2	0,095091778	0,176753556
3	0,176753556	0,258415333
4	0,258415333	0,340077111
5	0,340077111	0,421738889
6	0,421738889	0,503400667
7	0,503400667	0,585062444
8	0,585062444	0,666724222
9	0,666724222	0,748386
10	0,748386	0,830047778
11	0,830047778	0,911709556
12	0,911709556	0,993371333
13	0,993371333	1,075033111
14	1,075033111	1,156694889
15	1,156694889	1,238356667
16	1,238356667	-

Fonte: Autor

Esta divisão dos flocos em classes também possibilitava o levantamento da frequência relativa, ou seja, da proporção de flocos situados em cada uma das classes. Permitindo, desta forma, uma análise da distribuição das partículas pelo tamanho.

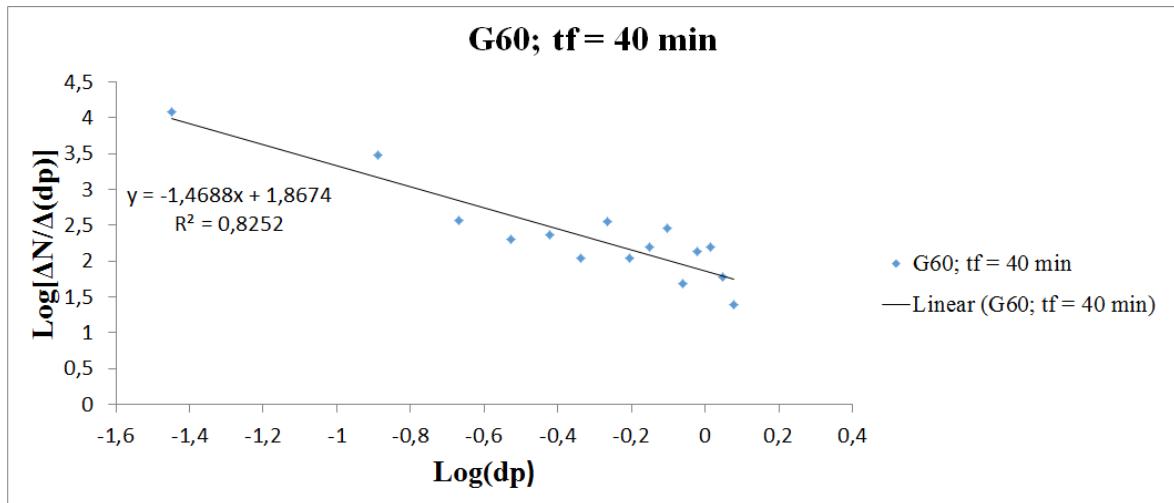
4.10 OBTEÇÃO DO PARÂMETRO β_2

O parâmetro β_2 é tido como representativo para a DTP e pode ser estimado por ser o coeficiente angular da reta descrita pela Equação (5), apresentada no capítulo 3.4.2.

Após o tratamento das imagens digitais, tem-se a quantidade de flocos contabilizados em cada uma das 15 classes de tamanho estabelecidas neste estudo. O ΔN é determinado pela diferença entre a quantidade de flocos contabilizados na classe $n - 1$ e n . O dp é a média geométrica entre os diâmetros inferior e superior da classe, Δdp é a variação desta média geométrica da classe $n - 1$ para a classe n .

Com estes valores é possível construir um gráfico de $\log\left[\frac{\Delta N}{\Delta(dp)}\right]$ x $\log(dp)$ e, com auxílio das ferramentas do *software* MS Excel 2010, adicionar uma linha de tendência linear, cujo coeficiente angular será o β_2 , como pode ser visto na Figura 13.

Figura 13: Exemplo de gráfico que permite a obtenção do parâmetro β_2



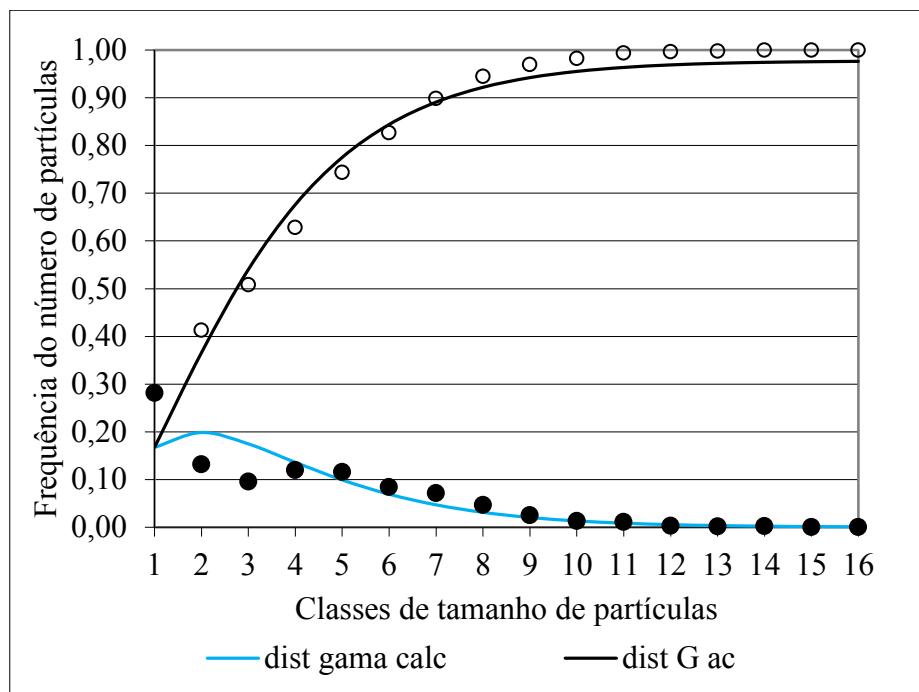
Fonte: Autor

4.11 ADEQUAÇÃO À FUNÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO GAMA

Os dados obtidos pela análise de imagens fornecem a proporção da quantidade de flocos em cada uma das classes de tamanho estabelecidas. É possível, então, adaptar esta distribuição de tamanho de partículas à distribuição gama.

Neste sentido, utilizando como valor de χ a classe de tamanho, a função da distribuição gama descrita na Equação (6) fornece a proporção de flocos em cada classe, permitindo fazer comparações entre os valores calculados pela distribuição e os valores observados pela análise de imagens, desde que valores arbitrários sejam assumidos para os parâmetros α e β_1 . Desta forma a curva fica mal encaixada, sendo necessário fazer uma adaptação destes parâmetros para uma melhor adequação entre as curvas medidas e observadas. Esta adequação foi realizada utilizando o método dos mínimos quadrados, com auxílio da ferramenta *Solver* do software *MS Excel*. A Figura 14 mostra um gráfico em que a distribuição gama e a distribuição gama acumulada foram ajustadas à DTP e DTP acumulada, respectivamente.

Figura 14: Exemplo de ajuste da distribuição gama à DTP



Fonte: Autor

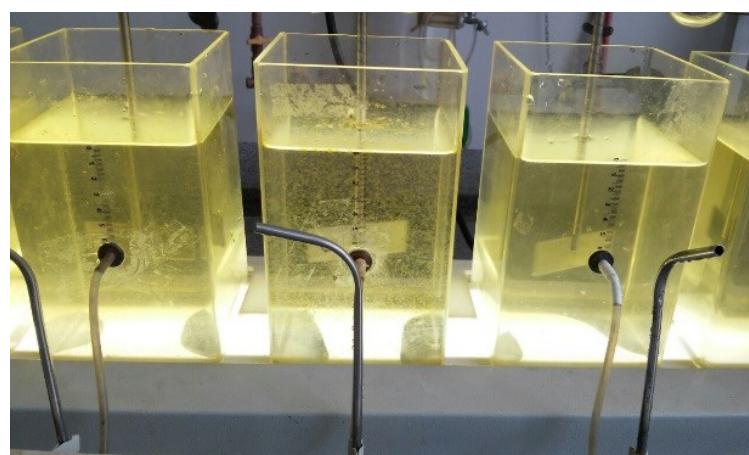
CAPÍTULO 5

RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 DOSAGEM ÓTIMA DE COAGULANTE

Os ensaios evidenciaram a importância de regular o pH da mistura para promover uma coagulação adequada, o que pode ser visto na Figura 15, que apresenta três jarros do Jar Test após transcorrido o tempo de floculação utilizando-se cloreto férrico como coagulante. No jarro posicionado no centro nota-se uma maior formação de flocos que nos adjacentes, embora a concentração de coagulante seja a mesma.

Figura 15: Formação de Flocos no Ensaio *Jar Test*



Fonte: Autor

As dosagens ótimas para os três coagulantes experimentados foi alcançada com os valores de pH de 6,5, 6,15 e 6,2 e as concentrações de 2,5 mg de Al^{3+}/L , 5,2 mg de Fe^{3+}/L e 70 mg de PAC/L para o sulfato de alumínio, cloreto férrico e PAC, respectivamente.

5.2 ERROS DO MÉTODO

5.2.1 ERRO REFERENTE AO TAMANHO DO PIXEL

O tamanho do pixel encontrado para a resolução de 24 megapixels foi de 0,012024 mm, com área de 0,000114 mm². O erro em relação à resolução da imagem foi calculado e constatou-se que quanto maior a dimensão do flocos, menor será a diferença, proporcionalmente, entre área real e a estimada. A Tabela 2 apresenta os erros encontrados em função da diferença entre o diâmetro equivalente e o real.

Tabela 3: Erro referente ao diâmetro equivalente da área superestimada e subestimada

Diâmetro real (pixels)	Diâmetro real (mm)	Área real (mm ²)	Área superestimada (mm ²)	Área subestimada (mm ²)	Diâmetro equivalente com base na área superestimada (mm)	Diâmetro equivalente com base na área subestimada (mm)	Erro do diâmetro superestimado (%)	Erro do diâmetro subestimado (%)
1	0,012023	0,000114	0,000145	0	0,013564	0	12,82	100,00
2	0,024045	0,000454	0,000578	0	0,027128	0	12,82	100,00
4	0,048090	0,001816	0,002312	0,000578	0,054256	0,027128	12,82	43,59
8	0,096181	0,007266	0,008670	0,004624	0,105067	0,076730	9,24	20,22
16	0,192362	0,029062	0,031790	0,023698	0,201187	0,173704	4,59	9,70
32	0,384724	0,116249	0,123692	0,105774	0,396850	0,366982	3,15	4,61

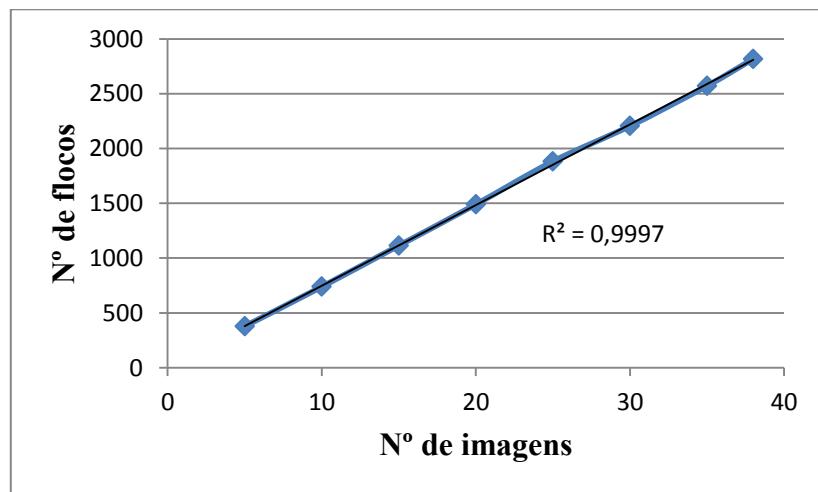
Fonte: Autor

Os erros apresentados na Tabela 2 correspondem às maiores diferenças possíveis entre os diâmetros equivalentes estimados e os reais. Na prática estes erros tendem a ser mais ponderados, até em função dos flocos raramente se apresentarem em forma esférica. Mesmo assim, flocos com diâmetro equivalente de 0,024045 mm (tamanho referente ao diâmetro de 2 pixels) podem apresentar erros muito significativos, de até 100% de área subestimada, e, por esta razão, foram excluídos da análise neste estudo. Portanto somente foram considerados os flocos de diâmetro equivalente maior que 0,024045 mm.

5.2.2 ERRO AMOSTRAL

Após o tratamento, sendo conhecida a quantidade de flocos presentes em cada uma das imagens analisadas, fez-se uma regressão linear para averiguar se haviam variações significativas na quantidade média de flocos por imagem, analisando grupos de imagens obtidas em mesmas condições de tempo de flocação, coagulante e gradiente de mistura lenta. A Figura 16 mostra uma dessas regressões lineares feita com as imagens obtidas utilizando o cloreto férrico como coagulante, com gradiente de velocidade da mistura lenta de 20 s^{-1} , e ela mostra uma boa representatividade amostral, com um coeficiente de determinação de 99,97% para uma média de 74 flocos por imagem. Os demais gradientes para este coagulante levaram a resultados semelhantes, sendo que o menor coeficiente de determinação foi observado nas imagens do gradiente de velocidade de 80 s^{-1} , com R^2 de 99,84%.

Figura 16: Regressão linear que apresenta a quantidade de flocos por número de imagens com o coagulante cloreto férrico, $G = 20\text{ s}^{-1}$

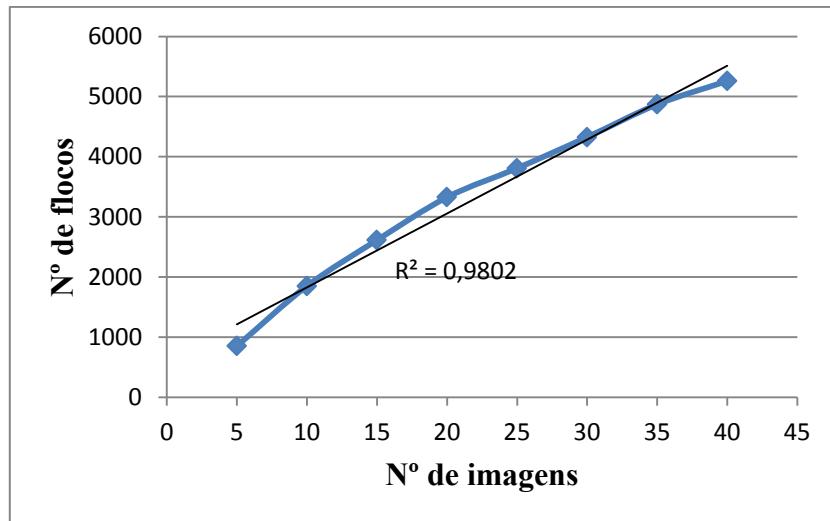


Fonte: Autor

Nas imagens analisadas utilizando sulfato de alumínio como coagulante, o maior erro em relação à quantidade de flocos foi observado para o gradiente de velocidade de 40s^{-1} , com um coeficiente de determinação de 98,02%, como mostra a Figura 17, sendo

que para todos os outros gradientes analisados o R^2 foi superior a 99,85%, o que representa uma distribuição homogênea de flocos nas diferentes imagens.

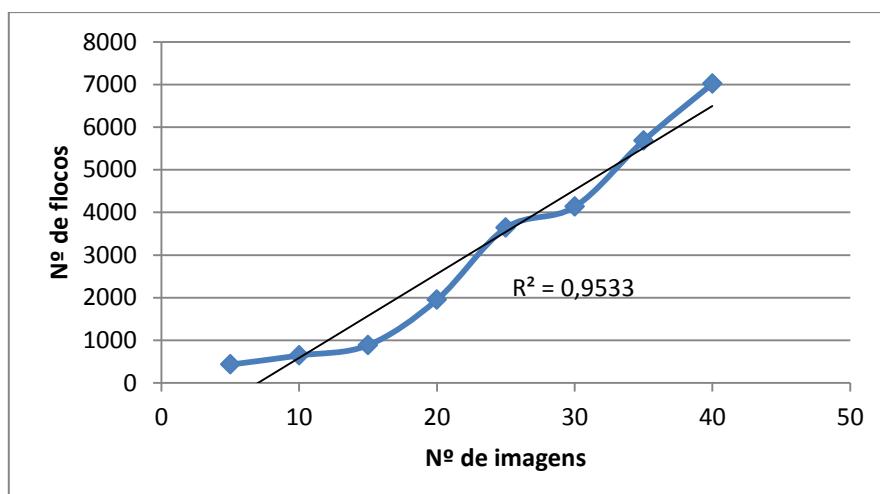
Figura 17: Número de flocos por número de imagens com o coagulante sulfato de alumínio e $G = 40 \text{ s}^{-1}$



Fonte: Autor

Os resultados observados utilizando o PAC como coagulante foram os que apresentaram a maior discrepância entre a quantidade de flocos presentes em cada grupo de imagens, em especial nos gradientes de velocidade mais baixos. A Figura 18 mostra a regressão linear feita para o $G = 20 \text{ s}^{-1}$, e apresenta um R^2 de 95,33%.

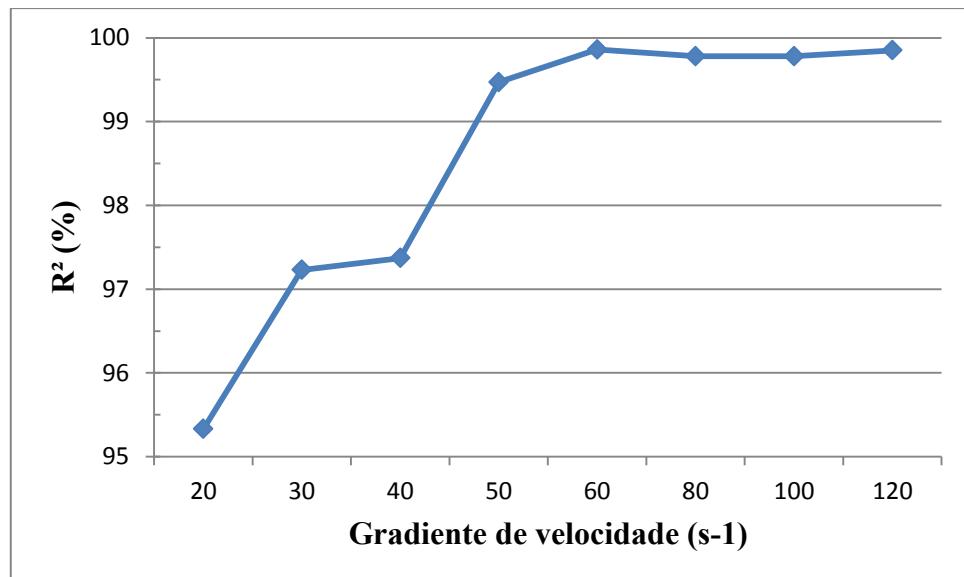
Figura 18: Número de flocos por número de imagens para o PAC com $G = 20 \text{ s}^{-1}$



Fonte: Autor

Nas imagens analisadas da floculação utilizando o PAC como coagulante foi possível observar que o coeficiente de determinação foi maior em gradientes de velocidade maiores, como é mostrado na Figura 19.

Figura 19: Variação do R^2 em função do gradiente de velocidade com o coagulante PAC



Fonte: Autor

Uma possível explicação para este erro mais acentuado notado na água coagulada com o PAC, em especial para os gradientes de velocidade mais baixos, é que este coagulante produz flocos maiores que os outros dois estudados. Como a água é de baixa turbidez, estes grandes flocos não ocorrem com grande frequência e nem ficam bem distribuídos por todo o volume do jarro, cruzando o plano de luz no momento exato da captura apenas eventualmente. Desta forma o aparecimento ou não destes flocos geram uma diferença significativa de um grupo de imagens para outro. Já com gradientes de velocidade mais elevados, estes flocos maiores tendem a se romper, ocasionando uma melhor distribuição dos flocos pelo jarro, e reduzindo a diferença da quantidade de partículas capturadas de uma imagem para outra.

5.2.3 ERRO EM FUNÇÃO DO OPERADOR

O limiar de binarização é definido manualmente no software Image Tool e isto pode provocar diferenças nos resultados obtidos por diferentes operadores que manuseiem o *software*, mesmo para imagens iguais.

A Tabela 3 mostra os resultados de diâmetro equivalente e quantidade de flocos obtidos por três operadores tratando as mesmas cinco imagens de cada um dos coagulantes em estudo. A primeira coluna mostra os limiares de binarização escolhidos e as demais apresentam os resultados obtidos em função de cada limiar e os erros calculados em relação à média.

Tabela 4: Resultados obtidos por diferentes operadores no tratamento de imagens iguais

	Limiar definido	Deq médio (μm)	Nº Flocos	Nº Flocos/foto	Erro Nº de flocos (%)	Erro Deq (%)
FeCl₃	158	213,28	357	71,4	4,49	1,79
	172	222,64	309	61,8	9,56	2,52
	150	215,58	359	71,8	5,07	0,73
Sulfato Al.	168	110,86	978	195,6	2,75	8,92
	170	109,54	987	197,4	1,86	7,62
	185	84,95	1052	210,4	4,61	16,54
PAC	186	74,62	213	42,6	12,35	0,14
	176	93,99	171	34,2	29,63	25,78
	201	55,57	345	69	41,98	25,64

Fonte: Autor

Os resultados expressos na Tabela 3 mostram que diferenças no limiar de binarização podem causar diferenças significativas nos dados obtidos no processo de tratamento das imagens. Com o cloreto férrico e sulfato de alumínio nota-se que a diferença obtida entre os operadores e o erro calculado não foi tão elevado, mostrando uma confiabilidade razoável nos resultados obtidos por qualquer um dos operadores que participaram do estudo. No entanto, nas imagens tratadas dos flocos obtidos com o PAC, foram observadas diferenças significativas, com um dos operadores encontrando mais que o dobro de flocos nas imagens do que um dos outros e com uma grande variação no diâmetro equivalente médio.

É importante salientar que nesta etapa de cálculo de erro foram consideradas todas as partículas encontradas, inclusive aquelas com diâmetro equivalente inferior a 2 pixels, que foram excluídas do estudo da DTP, o que pode ter contribuído para o elevado erro

encontrado no tratamento. Estas partículas de fato apareceram em grande número nas imagens do PAC, uma vez que o operador que encontrou o maior número de partículas também obteve o menor diâmetro equivalente, o que parece indicar que estas partículas contabilizadas a mais se encontram, em sua maioria, nessa faixa de tamanho.

Outras opções que possivelmente reduziriam a influência do operador no tratamento envolvem fazer a obtenção das imagens em local não iluminado, o que contribuiria para uma determinação de contornos mais nítida dos flocos que estão no plano de luz, e a utilização de algum outro software de tratamento de imagens que seja capaz de fazer esta binarização de maneira automática.

5.3 ANÁLISE DA DTP PELA FREQUÊNCIA RELATIVA DE FLOCOS EM CADA UMA DAS CLASSESS

Neste tópico foram feitas análises da evolução da distribuição do tamanho de partículas ao longo do tempo em função da proporção de flocos presentes em cada uma das classes de tamanho, para cada um dos diferentes gradientes de velocidade estudados. Por fim foram comparados os resultados obtidos para os diferentes coagulantes que fizeram parte do estudo.

Apenas para o sulfato de alumínio são ilustradas as curvas de DTP para todos os tempos de floculação estudados considerando-se apenas o $G = 20 \text{ s}^{-1}$. Para os demais coagulantes, inclusive o sulfato de alumínio, são ilustradas as curvas de DTP para o $T_f = 60$ minutos para todos os gradientes médios de velocidade de floculação.

A faixa de tamanho que compreende cada classe numerada é apresentada na Tabela 1.

5.3.1 ANÁLISE DAS DTPs OBTIDAS UTILIZANDO-SE SULFATO DE ALUMÍNIO

Para todos os gradientes estudados há uma tendência de formação de flocos nos primeiros minutos, formando as partículas de maiores tamanhos nesta etapa. Após este momento, a proporção destes flocos maiores diminui, sugerindo que boa parte deles passa

por processos de ruptura, se distribuindo por classes de tamanho menores. Por fim, após a quebra dos maiores flocos, é possível observar uma tendência de estabilização da DTP.

Com o experimento de floculação com o $G = 20 \text{ s}^{-1}$, nos primeiros 5 minutos grande parte dos flocos formados estavam distribuídos nas classes 1, 2 e 3 (até 0,2584 mm de diâmetro equivalente). A partir do minuto 6, até o minuto 10, nota-se o crescimento dos flocos, distribuindo-se por todas as 15 classes. Do minuto 15 em diante nota-se a redução da quantidade de flocos de classe 11 ou mais ($D_{eq} > 0,83 \text{ mm}$) e apenas pequenas variações na DTP, indicando quebra de flocos e ocorrência do patamar de estabilização. Esta análise foi feita com base nos gráficos mostrados nas figuras 20, 21 e 22 que apresentam as DTPs obtidas das imagens tratadas de cada tempo.

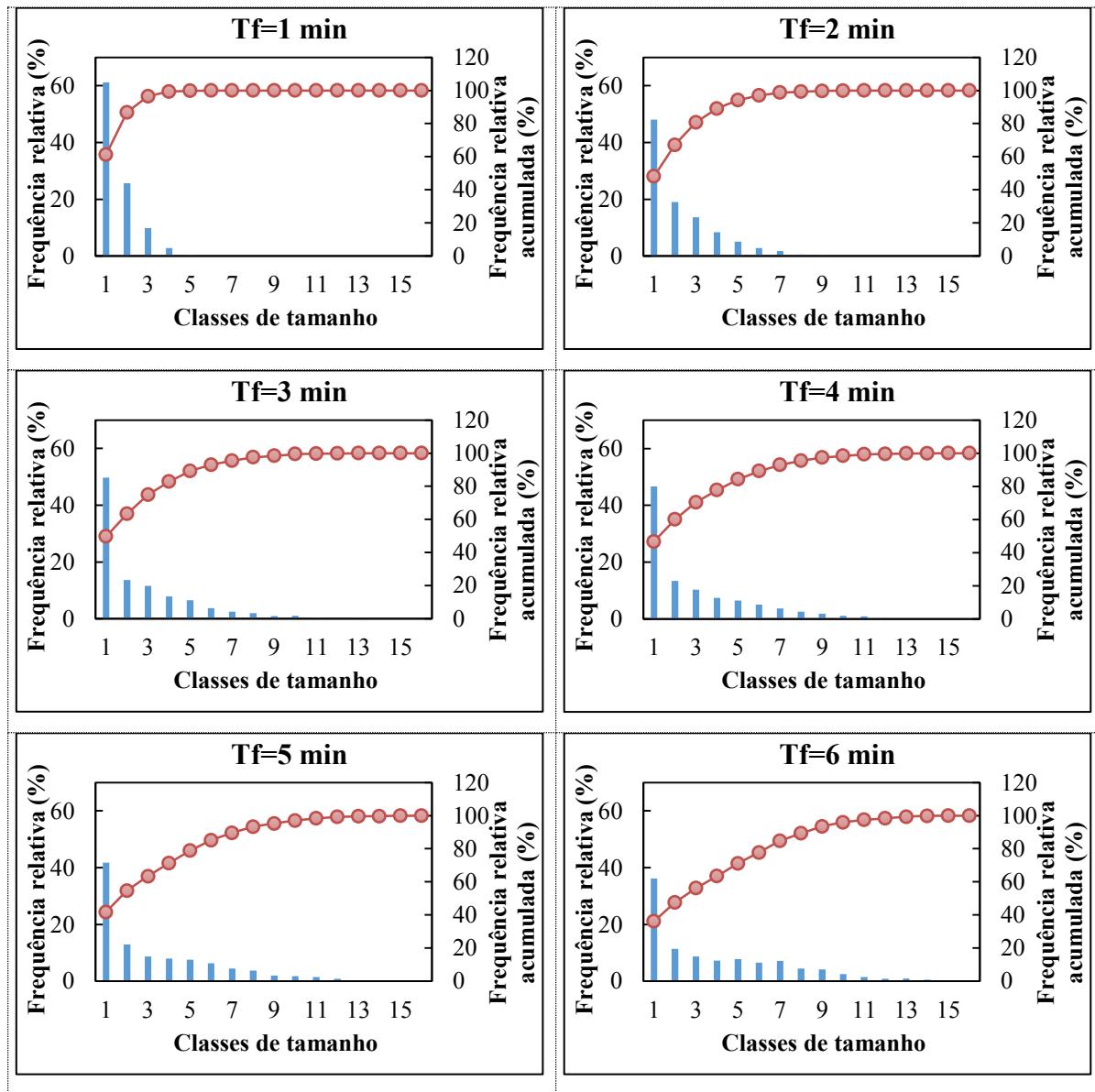
Figura 20: DTP na floculação com sulfato de alumínio, $G = 20 \text{ s}^{-1}$ dos minutos 1 a 6

Figura 21: DTP na floculação com sulfato de alumínio, $G = 20 \text{ s}^{-1}$ dos minutos 7 a 20

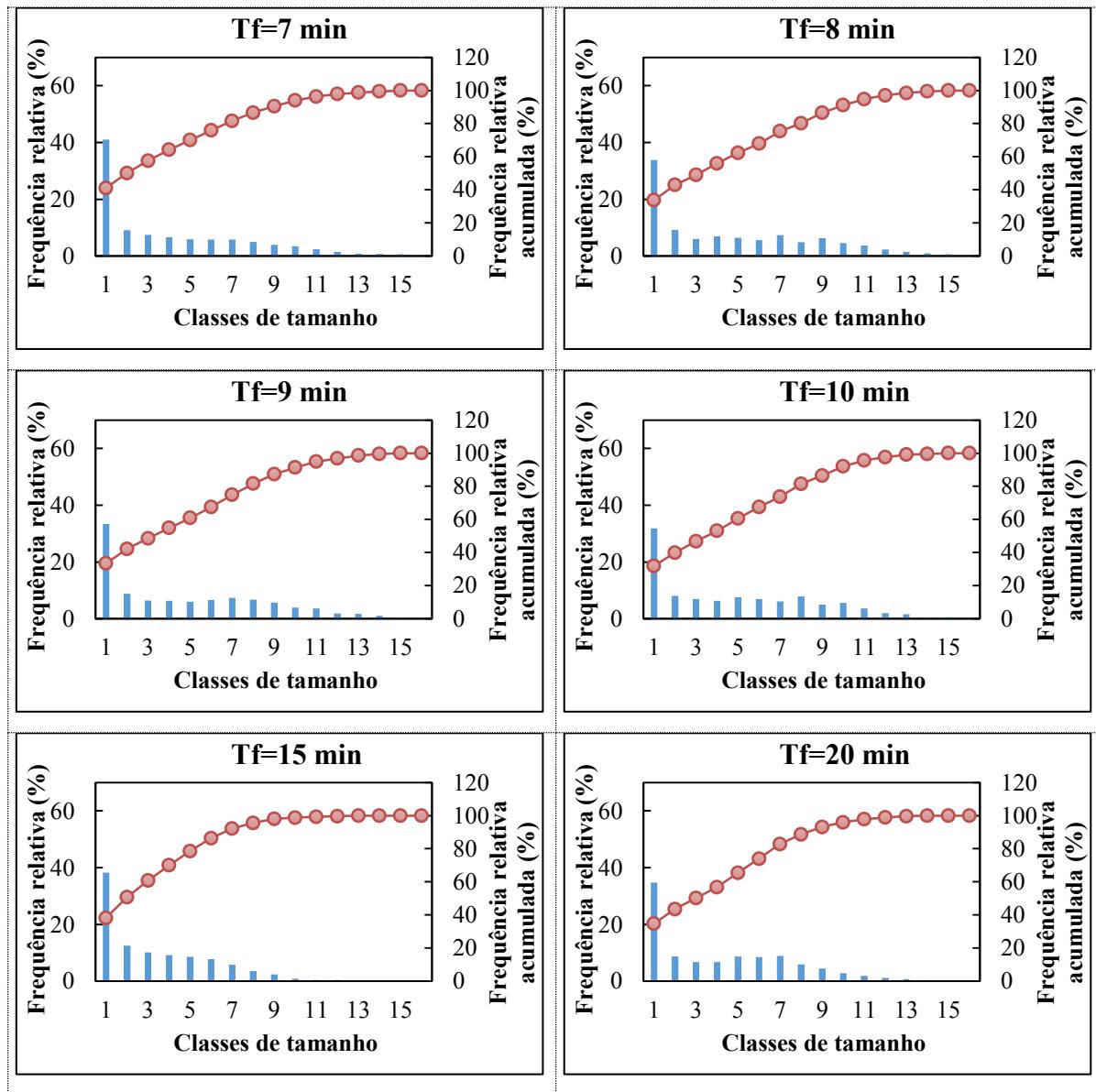
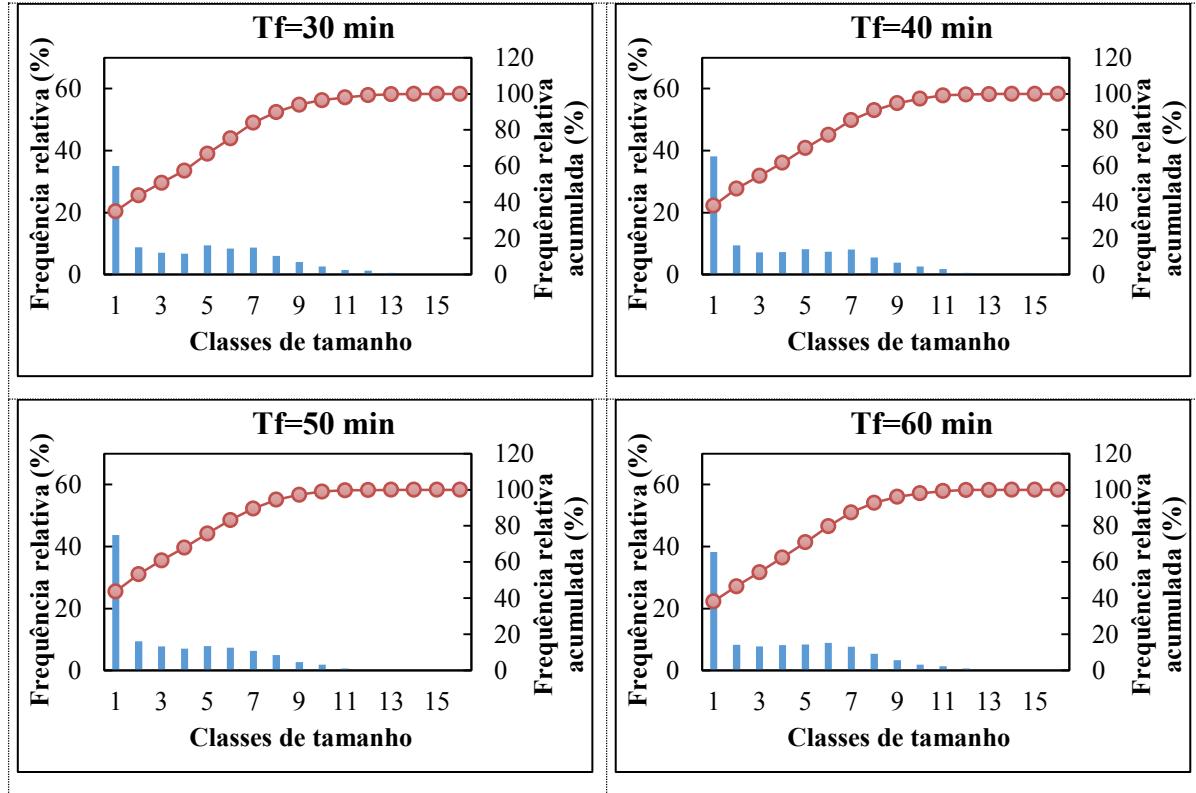


Figura 22: DTP na floculação com sulfato de alumínio, $G = 20 \text{ s}^{-1}$ dos minutos 30 a 60

Nos demais gradientes de velocidade foram observadas situações semelhantes, com etapas razoavelmente bem definidas de crescimento, ruptura e estabilização dos flocos. Também foi possível perceber que há uma tendência do patamar de estabilização ser alcançado mais rapidamente em gradientes médios de velocidade mais elevados. Com o $G = 40 \text{ s}^{-1}$, por exemplo, o estado estacionário foi alcançado aos 10 minutos, enquanto para o $G = 100 \text{ s}^{-1}$ a partir de 3 minutos não ocorreram variações significativas na DTP.

As Figuras 23 e 24 mostram as DTP para cada gradiente de velocidade ao final do experimento, quando o estado estacionário já está bem estabelecido. Nota-se claramente que gradientes mais elevados levam a proporções maiores de flocos nas primeiras classes, o que sugere que a quebra de flocos é mais significante com o aumento da intensidade da mistura.

Para exemplificar, o gradiente de 20 s^{-1} , que foi o que proporcionou uma maior distribuição entre as classes de tamanho, gerou flocos de até 1,0 mm de diâmetro

equivalente, enquanto que com o de 50 s^{-1} os maiores flocos observados estavam na classe 6, com diâmetro de até 0,5 mm.

Resultados semelhantes foram observados por Spicer e Pratsinis (1995), que analisaram a flocação com sulfato de alumínio e concluíram que taxas de cisalhamento maiores levam ao alcance da estabilização mais rapidamente e aumentam a quebra de flocos limitando seu crescimento e reduzindo a faixa de alcance da DTP.

Figura 23: DTP com sulfato de alumínio para os gradientes de 20, 30, 40 e 50 s^{-1}

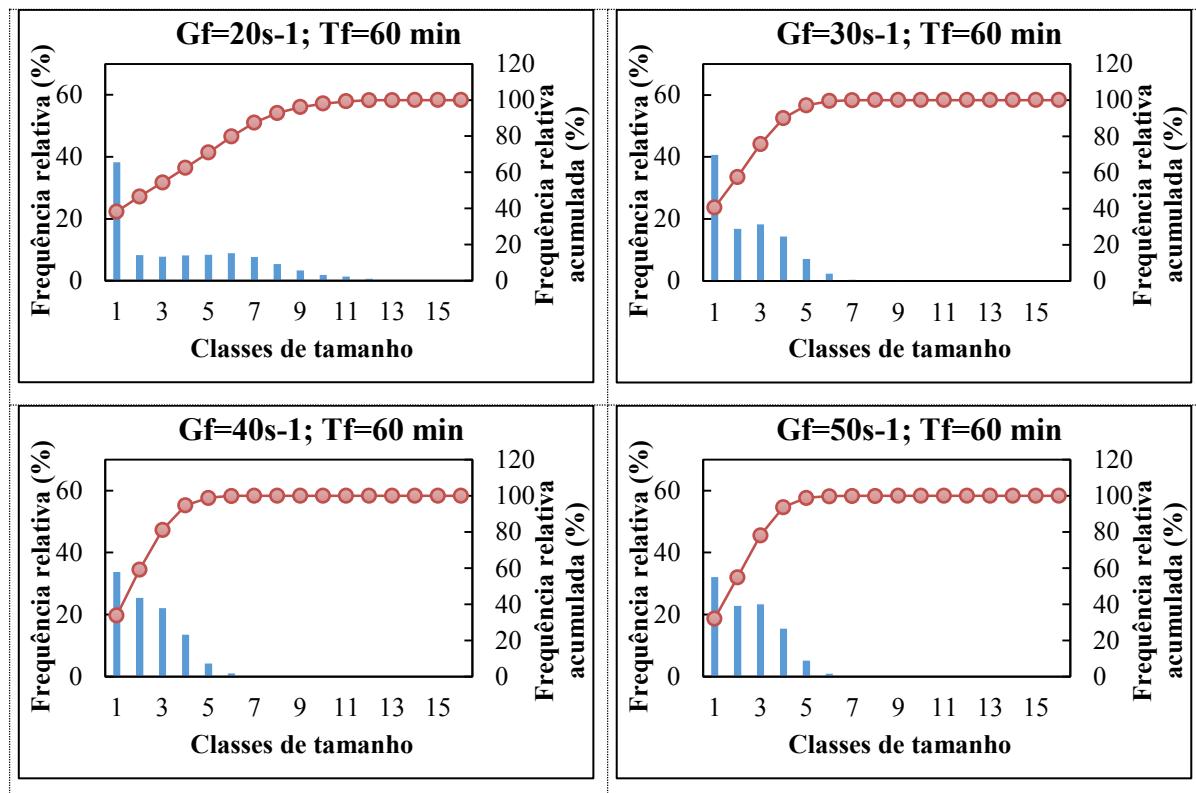
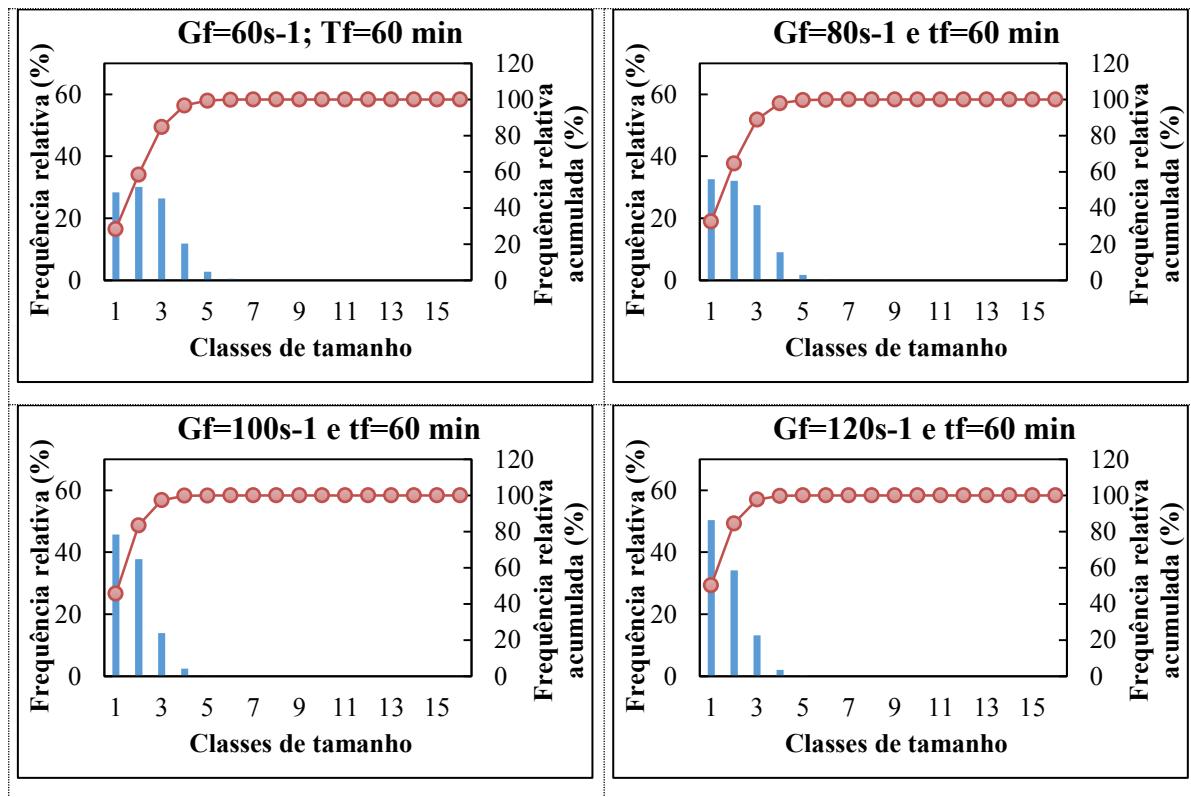


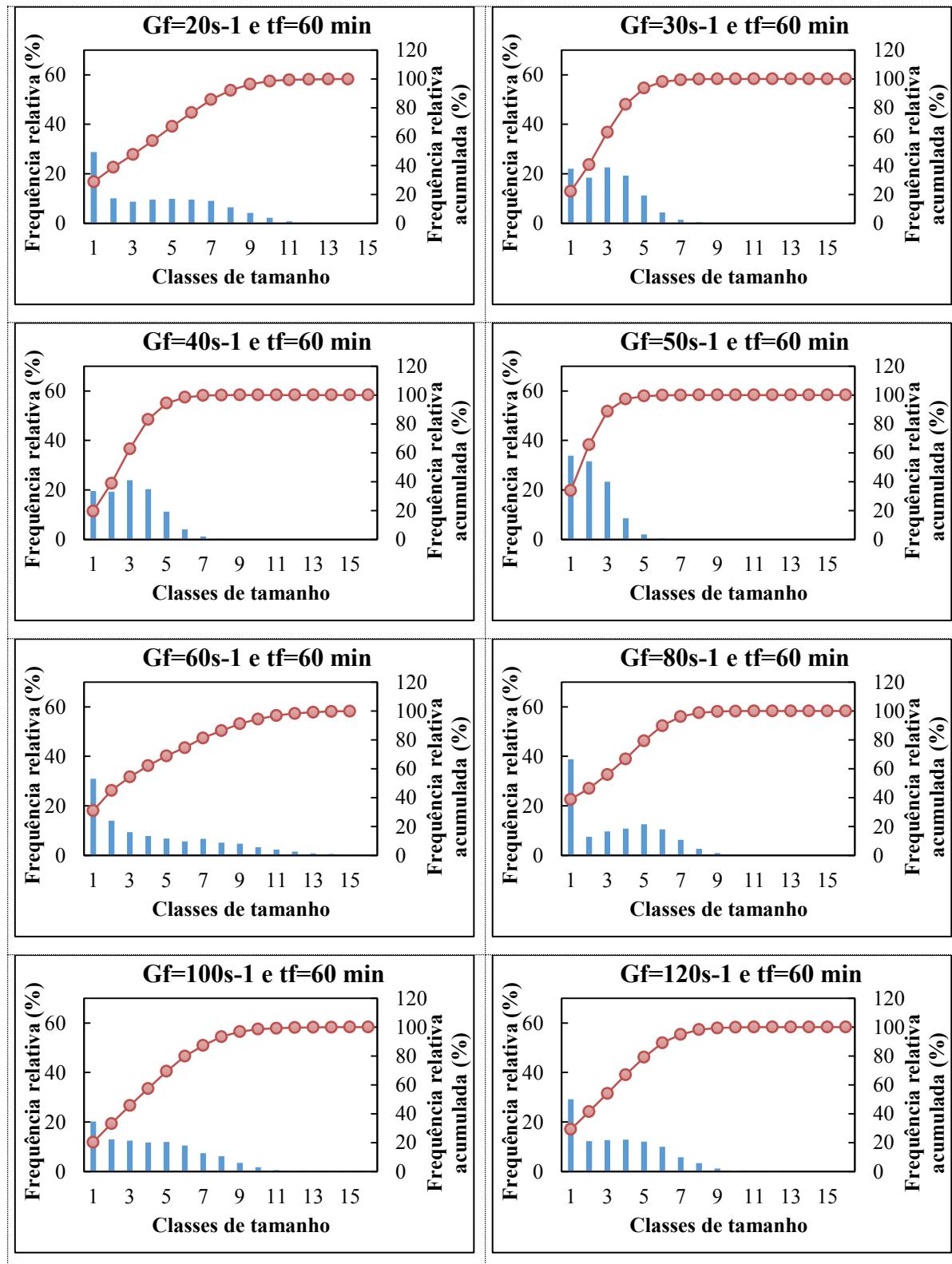
Figura 24: DTP com sulfato de alumínio para os gradientes de 60, 80, 100 e 120 s^{-1} 

5.3.2 ANÁLISES DAS DTPs OBTIDAS UTILIZANDO-SE CLORETO FÉRRICO

Com a utilização do cloreto férreo também foi constatado o patamar de estabilização. Assume-se estável quando ocorrem pequenas variações nas proporções de flocos em cada uma das classes a partir de certo momento, dependente do gradiente de velocidade.

Analizando-se separadamente, nos experimentos com os gradientes de velocidade de 20, 30 e 40 s^{-1} , conforme ilustra Figura 25, notou-se que as etapas de crescimento, ruptura e recrescimento ocorreram mais rapidamente em gradientes mais altos, alcançando o estado estacionário antes de 10 minutos de floculação, e que partículas maiores foram obtidas nos gradientes mais baixos. No $G = 50 s^{-1}$ a estabilização foi verificada apenas a partir dos 15 minutos.

Figura 25: DTP com cloreto férlico em diferentes gradientes de velocidade



As DTPs para os gradientes de velocidade de 60, 80, 100 e 120 s^{-1} indicaram alcance do patamar de estabilização, em geral, até os nove primeiros minutos de flocação e, diferentemente do que se esperava, com maior distribuição entre as classes de tamanho do que as vistas com intensidades de mistura mais baixas, com exceção ao de 20 s^{-1} , o que pode sugerir que flocos formados com cloreto férrico tenham mais resistência à quebra que aqueles formados com sulfato de alumínio, ou maior capacidade de recrescimento. Outra possível justificativa é que gradientes mais elevados propiciam mais contatos entre partículas, que ocorrem com menos frequência em águas de baixa turbidez, e a agregação por colisão parece predominar sobre a quebra de flocos. A Figura 25 também ilustra a DTP para os diferentes gradientes de velocidade estudados aos 60 minutos, quando os flocos já estão no estado estacionário há algum tempo, e se constata que os gradientes de 20 e 60 s^{-1} produziram flocos distribuídos por todas as classes de tamanho, o que sugere que são os mais eficientes para formação de flocos entre os gradientes estudados. Por questões inerentes ao processo situações não esperadas como as descritas podem ocorrer.

5.1.3 ANÁLISE DAS DTPs OBTIDAS UTILIZANDO-SE PAC

Nos experimentos de flocação conduzidos com o PAC foi possível notar que com o gradiente de velocidade de 20 s^{-1} houve formação de flocos de todas classes de tamanho, mas com uma proporção muito grande deles (cerca de 80 a 90%) na classe 1, com diâmetro inferior a 0,1 mm. Os demais ensaios mostraram que com gradientes de velocidade mais altos há uma tendência de redução da proporção de flocos na 1^a classe, chegando a proporções de 25 a 30% no gradiente de 100 s^{-1} . Com $G = 120\text{ s}^{-1}$ a proporção de flocos de classe 1 voltou a aumentar para cerca de 35%, o que sugere que condições de mistura mais intensas que esta geram ainda mais flocos de classe 1, em função da tendência de quebra pelas altas tensões cisalhantes.

Também observa-se que para gradientes de velocidade de até 60 s^{-1} ocorreu distribuição de flocos por todas as classes de tamanho, inclusive maiores que 1,238 mm, que é o limite superior da classe 15, enquanto gradientes mais altos que este levaram a um

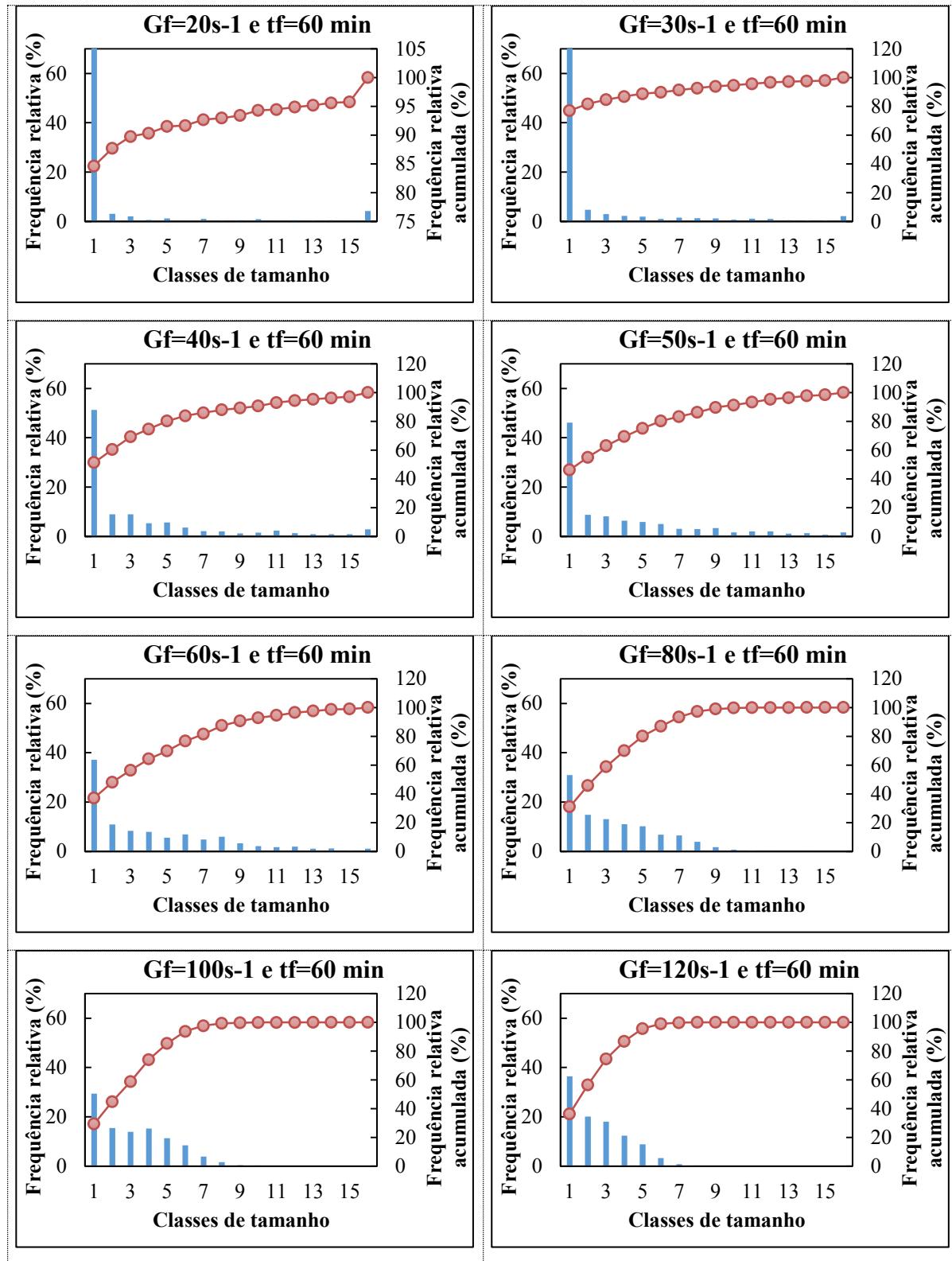
deslocamento da DTP para a esquerda, indicando uma concentração de flocos em classes cada vez mais baixas. Para o G de 80 s^{-1} os flocos ficaram distribuídos principalmente entre as 9 primeiras classes (até 0,748 mm), e para o de 120 s^{-1} ocorreram proporções significativas de flocos de até 0,585 mm (classe 7).

Estes resultados parecem indicar que, em águas de baixa turbidez tratadas com PAC, a floculação com gradientes de velocidade menores que 40 s^{-1} não proporciona colisões suficientes para formação de quantidades consideráveis de grandes flocos, enquanto condições de mistura muito intensas podem ser igualmente ineficientes neste sentido, por promover ruptura dos grandes flocos ora formados.

Para os gradientes de 20, 30, 40 e 50 s^{-1} , foram observadas etapas claramente identificáveis de crescimento de flocos, ruptura e recrescimento e, por fim, alcance do patamar de estabilização. Em gradientes mais altos o estado estacionário também foi alcançado após o período de crescimento de flocos, mas não foram identificadas, pela análise da DTP, etapas claras de prevalência da ruptura e recrescimento.

A Figura 26 mostra a DTP obtida em ensaios com o PAC, já no estado estacionário, para os diferentes gradientes de velocidade estudados.

Figura 26: DTP com PAC para diferentes gradientes de velocidade



Fonte: Autor

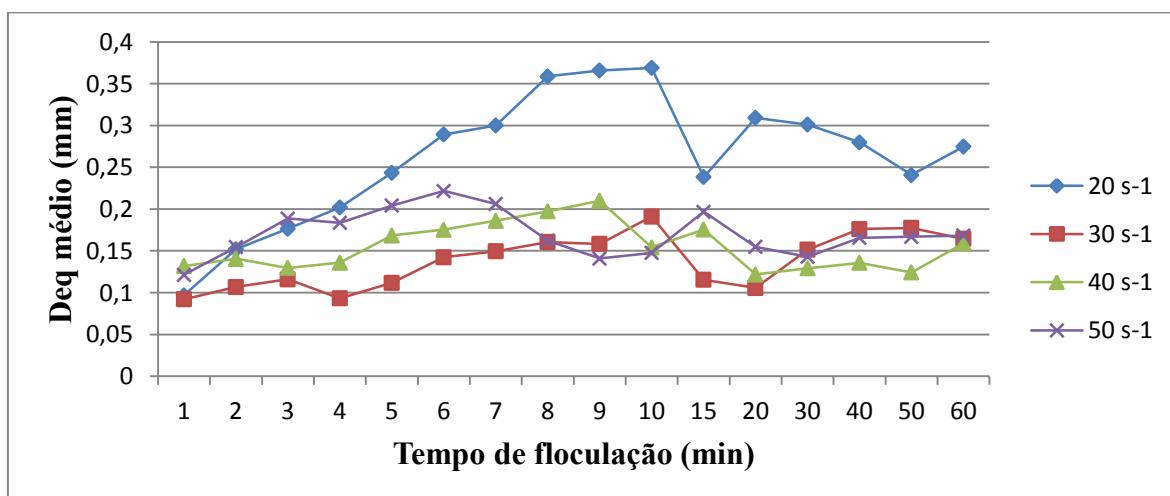
5.4 AVALIAÇÃO DO DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO

Neste item são mostrados os resultados de acompanhamento da evolução dos diâmetros médios dos flocos para todos os gradientes médios de velocidade na floculação para cada um dos coagulantes testados.

5.4.1 DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO - SULFATO DE ALUMÍNIO

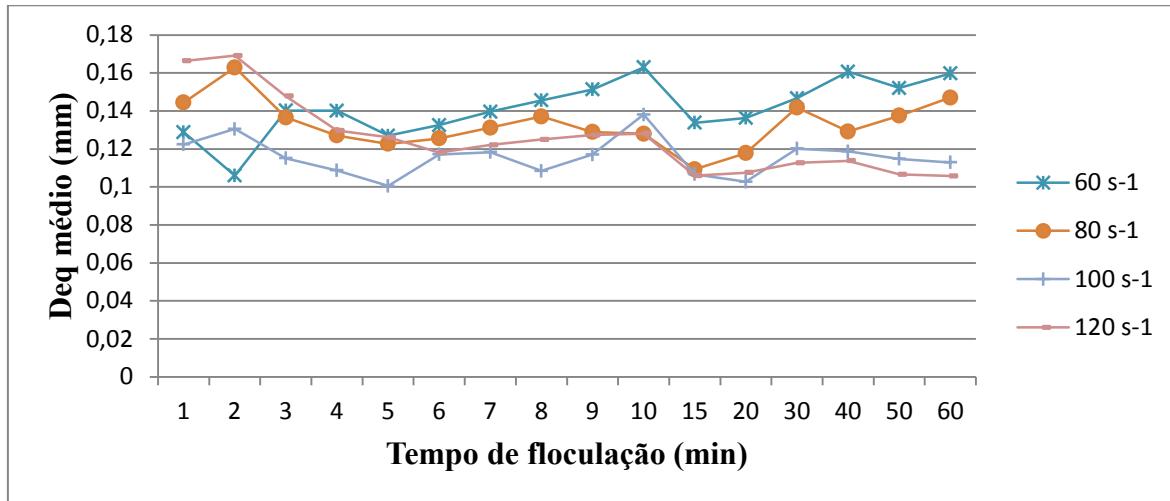
A análise da variação do diâmetro médio equivalente ao longo do tempo, sob diferentes intensidades de mistura, utilizando o sulfato de alumínio como coagulante indica que o gradiente de 20 s^{-1} é o que favorece a formação dos maiores flocos, e nota-se a obtenção de flocos cada vez menores para gradientes mais elevados. Resultado coerente com o que foi observado na análise da DTP. As figuras 27 e 28 representam, graficamente, a variação do D_{eq} para os gradientes de 20, 30, 40 e 50 s^{-1} e 60, 80, 100 e 120 s^{-1} , respectivamente, ao longo do processo de floculação. Algumas discrepâncias em relação ao comportamento esperado são observadas, entretanto, inerentes ao tipo de experimento.

Figura 27: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com sulfato de alumínio como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})



Fonte: Autor

Figura 28: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com sulfato de alumínio como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})



Fonte: Autor

De maneira geral, para todos os gradientes de velocidade é possível observar primeiramente uma leve tendência de aumento dos flocos, predominância da quebra e posterior alcance do patamar de estabilização.

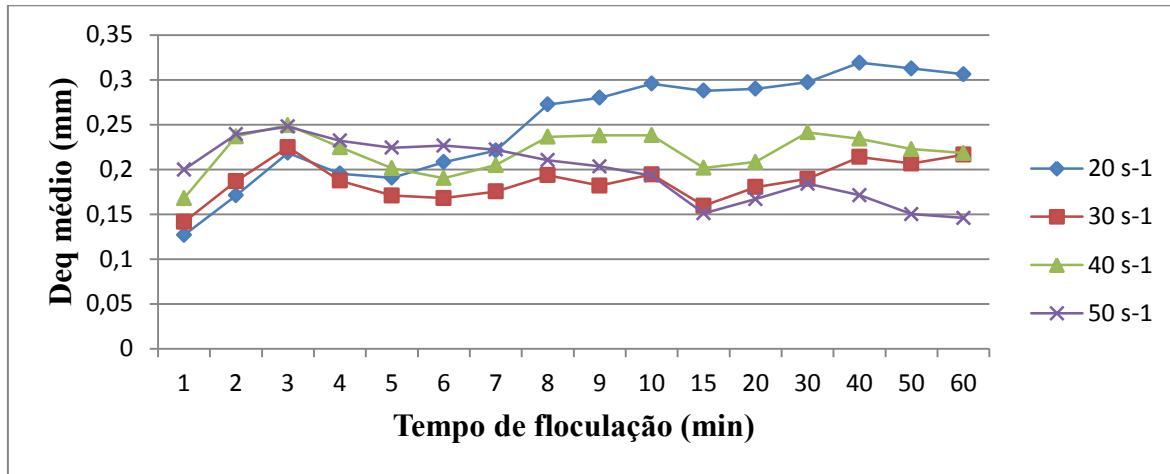
Para a maioria dos gradientes observa-se recrescimento de flocos, com um leve crescimento do D_{eq} mas não chegando a valores alcançados antes da quebra.

Nos gradientes de velocidade mais elevados (de 80, 100 e 120 s^{-1}) o período de formação de flocos ocorre rapidamente, cujos diâmetros médios se mantêm praticamente estáveis para a maioria dos gradientes médios de velocidade.

5.4.2 DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO - CLORETO FÉRRICO

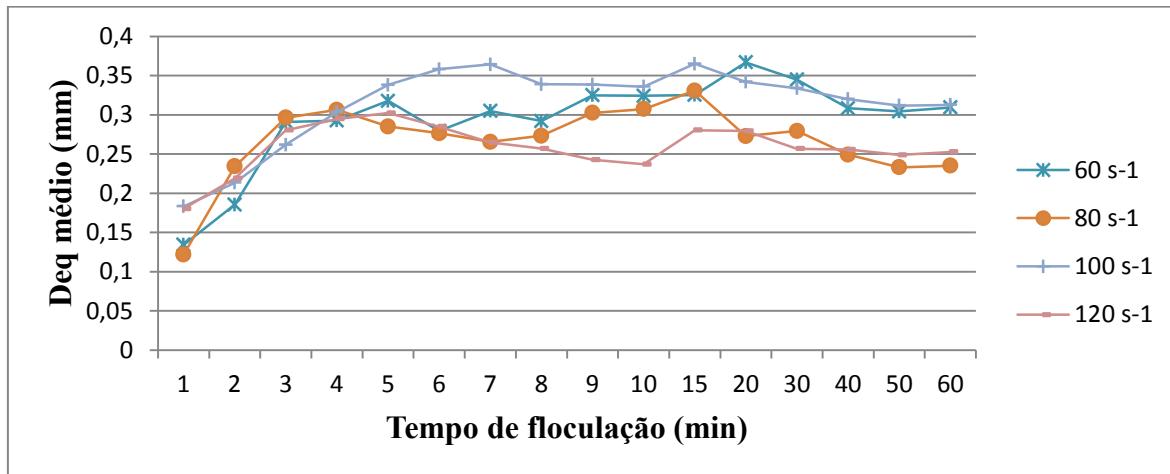
As figuras 29 e 30 mostram a evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do processo de flocação, utilizando o coagulante cloreto férreo, para cada um dos gradientes de velocidade estudados. Nelas se observa que os maiores diâmetros médios foram encontrados para os gradientes de 20, 60 e 100 s^{-1} , o que está de acordo com o que foi visto na análise da DTP.

Figura 29: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com cloreto férreo como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})



Fonte: Autor

Figura 30: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com cloreto férreo como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})



Fonte: Autor

Neste caso, no gradiente de 20 s^{-1} o D_{eq} cresce gradativamente durante a floculação e se estabiliza próximo de seu valor máximo, enquanto nos de 60 e 100 s^{-1} , após o diâmetro médio alcançar seus maiores valores entre os 15 e 20 minutos do processo de floculação, ele se estabiliza em valores um pouco mais baixos. Para a maioria dos gradientes médios de velocidade houveram etapas relativamente bem definidas de crescimento de flocos, com predominância da agregação, seguidos de uma leve diminuição dos flocos com predominância da ruptura e, posteriormente equilíbrio entre agregação e ruptura, ou seja,

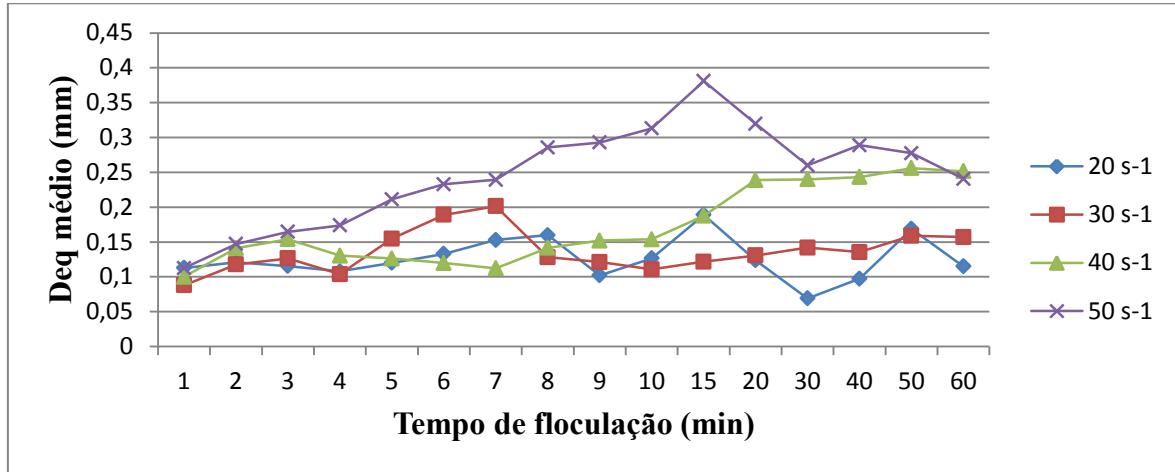
alcance do patamar de estabilização. No $G = 40 \text{ s}^{-1}$, por exemplo, houve crescimento mais acentuado de flocos até os 3 minutos seguido do alcance da estabilização. Ressalta-se que o patamar de estabilização é rapidamente alcançado e, geralmente mais rápido é o alcance para maiores gradientes.

5.4.3 DIÂMETRO EQUIVALENTE MÉDIO - PAC

Os resultados obtidos para evolução do diâmetro médio ao longo do tempo na floculação conduzida com o PAC são mostrados nas figuras 31 e 32. Observou-se que os maiores flocos foram obtidos nos gradientes de velocidade intermediários do experimento, de 40 a 80 s^{-1} , sendo o de 60 s^{-1} aquele que resultou no maior valor de D_{eq} . Isto sugere que gradientes abaixo desta faixa não propiciam colisões suficientes entre partículas para permitir seu crescimento de maneira eficiente, enquanto gradientes mais altos, mesmo com uma maior taxa de colisão, geram altas tensões cisalhantes na mistura, fazendo com que o D_{eq} diminua em função das quebras de flocos. Presume-se também, que em função das inúmeras variáveis intrínsecas ao processo, o comportamento das curvas de evolução do diâmetros médios para o $G = 50 \text{ s}^{-1}$ e $G = 60 \text{ s}^{-1}$ sejam anomalias em função da ocorrência de eventos não mensuráveis pelo método.

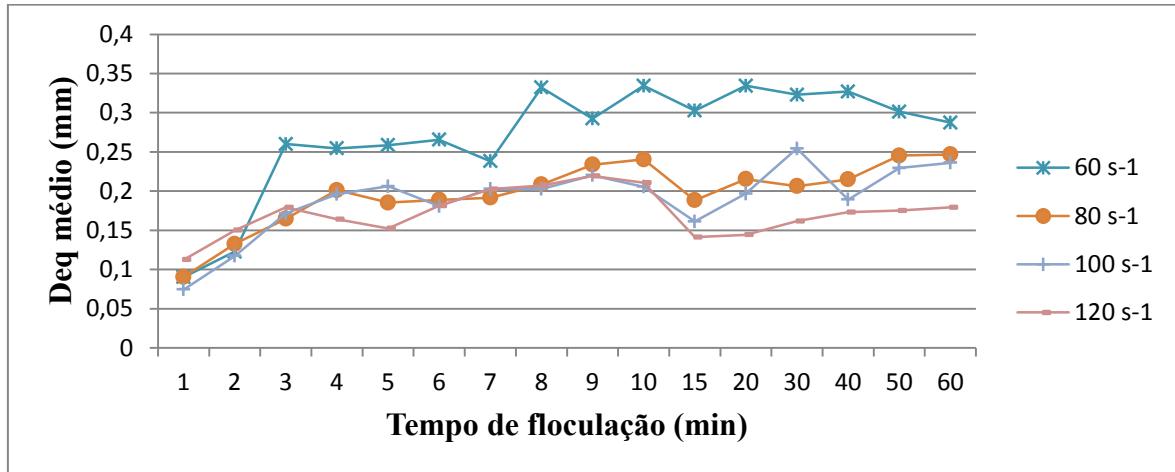
Nan e He (2012) também investigaram o processo de floculação utilizando o PAC como coagulante e chegaram a resultados semelhantes, com os maiores diâmetros médios dos flocos sendo observados em gradientes próximos de 60 s^{-1} , concluindo que a formação de flocos parece predominar sobre a ruptura neste caso antes do alcance da estabilização.

Figura 31: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})



Fonte: Autor

Figura 32: Evolução do diâmetro equivalente médio ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})



Fonte: Autor

Como ocorre com os demais coagulantes, com o PAC também nota-se o alcance do patamar de estabilização, em geral até os 20 minutos do processo de floculação. Antes disso, nota-se um primeiro momento de crescimento de flocos e, sem ter uma etapa bem definida de quebra de flocos, há a estabilização tardia, o que pode sugerir que a quebra e recrescimento ocorrem de maneira simultânea na floculação prevalecendo por mais tempo o efeito da agregação.

5.5 AVALIAÇÃO DO PARÂMETRO β_2

De acordo com Oliveira et al. (2015), é possível reproduzir a concentração de partículas por faixa de tamanho utilizando o parâmetro β_2 , embora ele seja mais representativo quando os resultados experimentais apresentam comportamento monotônico. Neste estudo o β_2 será utilizado para avaliar o alcance do patamar de estabilização e como um parâmetro auxiliar na análise da DTP.

5.5.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS SOBRE A DETERMINAÇÃO DO PARÂMETRO β_2

Como já abordado no capítulo 3.4.2, o parâmetro β_2 é representativo da DTP, porém, pelo fato assumir um único valor, relativo a um coeficiente angular de uma reta, parte-se do princípio que uma classe de tamanho qualquer sempre terá uma frequência maior de flocos que qualquer outra classe de tamanho superior, o que não foi observado em todos os resultados experimentais. Quando ocorre de uma classe ter uma quantidade maior de flocos que a anterior, o ΔN assume um valor negativo, impossibilitando a obtenção de um valor real para a expressão $\log \left[\frac{\Delta N}{\Delta(d_p)} \right]$. Então, para tentar minimizar a influência deste erro na construção na linha de tendência, optou-se por considerar o valor de ΔN em sua forma absoluta.

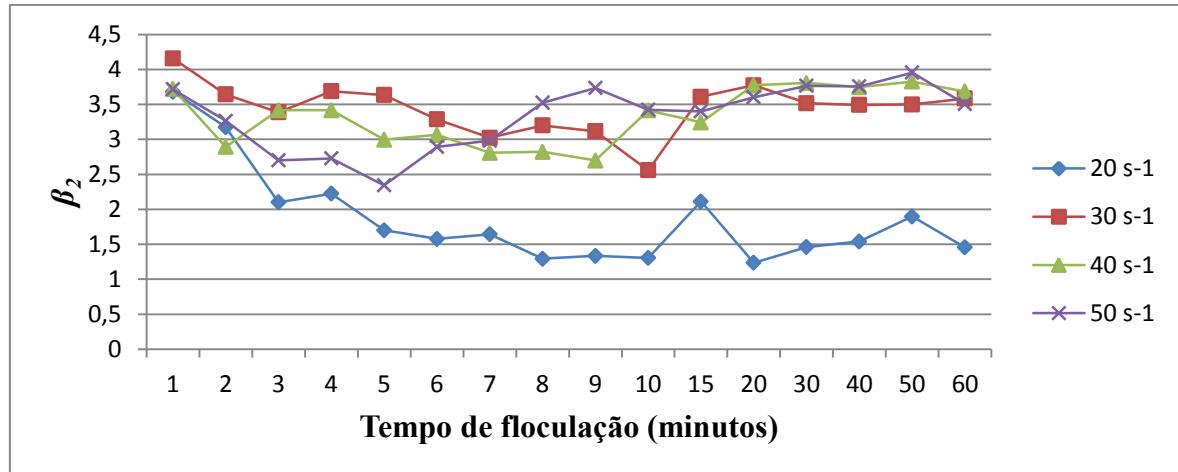
5.5.2 PARÂMETRO β_2 NA FLOCULAÇÃO COM SULFATO DE ALUMÍNIO

As figuras 33 e 34 ilustram a evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo para os gradientes de velocidade de 20, 30, 40 e 50 s^{-1} e 60, 80, 100 e 120 s^{-1} , respectivamente, utilizando sulfato de alumínio como coagulante.

É possível observar que os menores valores de β_2 foram obtidos com o gradiente de 20 s^{-1} , alcançando a estabilização em valores próximos a 1,5, indicando que os maiores flocos de sulfato de alumínio foram obtidos nesta condição de mistura, o que é coerente

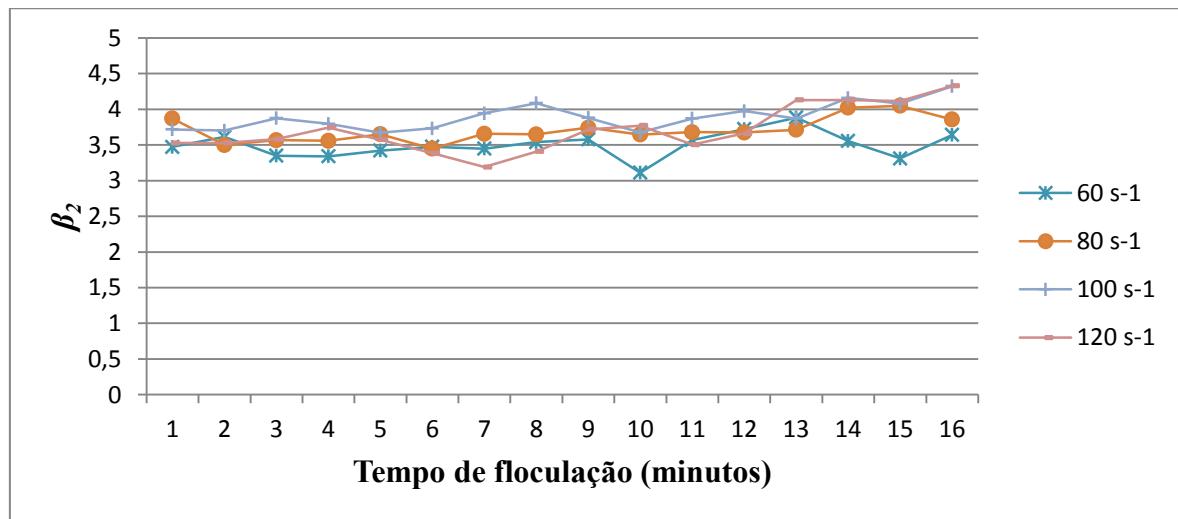
com os resultados observados nas análises da DTP e da evolução do diâmetro equivalente médio.

Figura 33: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com sulfato de alumínio como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})



Fonte: Autor

Figura 34: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com Sulfato de alumínio como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})



Fonte: Autor

Nota-se também, principalmente a partir da Figura 33, que existem etapas de prevalência do crescimento dos flocos, evidenciada pela diminuição do valor do β_2 , e de equilíbrio, quando os valores de β_2 aumentam ligeiramente e permanecem praticamente

constantes. Na Figura 33, que mostra a evolução do parâmetro em gradientes mais elevados, os valores de β_2 são mais elevados que os valores da Figura 32, praticamente estáveis ao longo de todo processo, sugerindo um período de formação e crescimento extremamente rápido e um predomínio muito grande de partículas menores, coerente com os elevados gradientes médios de velocidade aplicados.

5.5.3 PARÂMETRO β_2 NA FLOCULAÇÃO COM CLORETO FÉRRICO

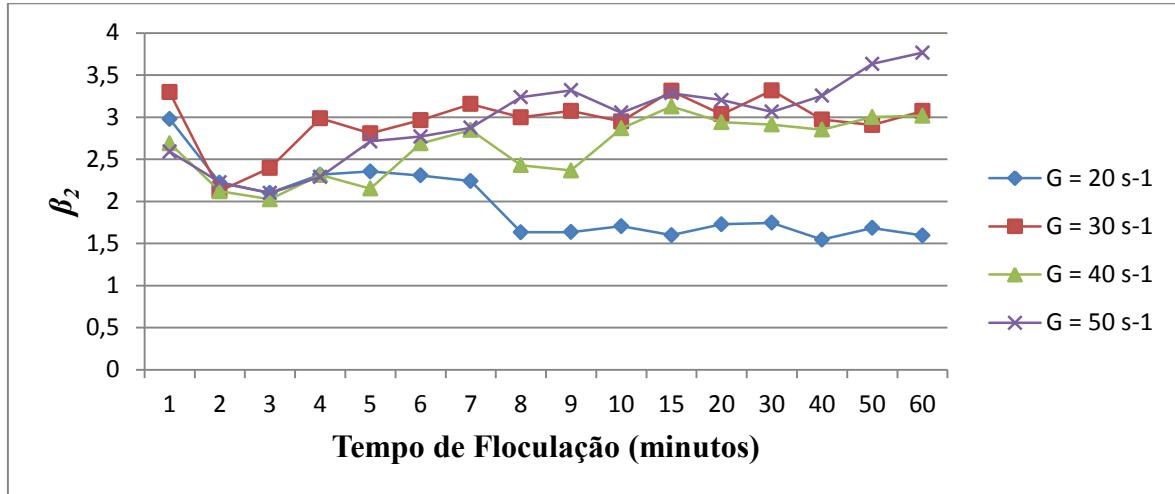
Os resultados da evolução do parâmetro β_2 nos experimentos de flocação com o cloreto férrico também mostram forte relação com o que foi observado na análise da DTP, o que indica que, de fato, é um parâmetro representativo.

Os gradientes de velocidade que conduziram aos menores valores de β_2 , e, consequentemente, à formação de maiores quantidades de flocos de grandes dimensões, foram os de 20, 60 e 100 s^{-1} , alcançando o patamar de estabilização com valores próximos a 1,5, como mostram as figuras 35 e 36.

A avaliação da evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo também evidencia uma primeira etapa de prevalência de crescimento de flocos, notado pela redução do valor de β nos minutos iniciais da flocação, o que foi observado para todos os gradientes de velocidade e posterior aumento do seu valor e estabilidade, a partir do deslocamento do equilíbrio em direção às partículas de menor tamanho. Portanto, é observada uma clara tendência de estabilização do β_2 à medida em que evolui o tempo de flocação. De modo geral, esta estabilização foi alcançada com o tempo de flocação de até 8 minutos.

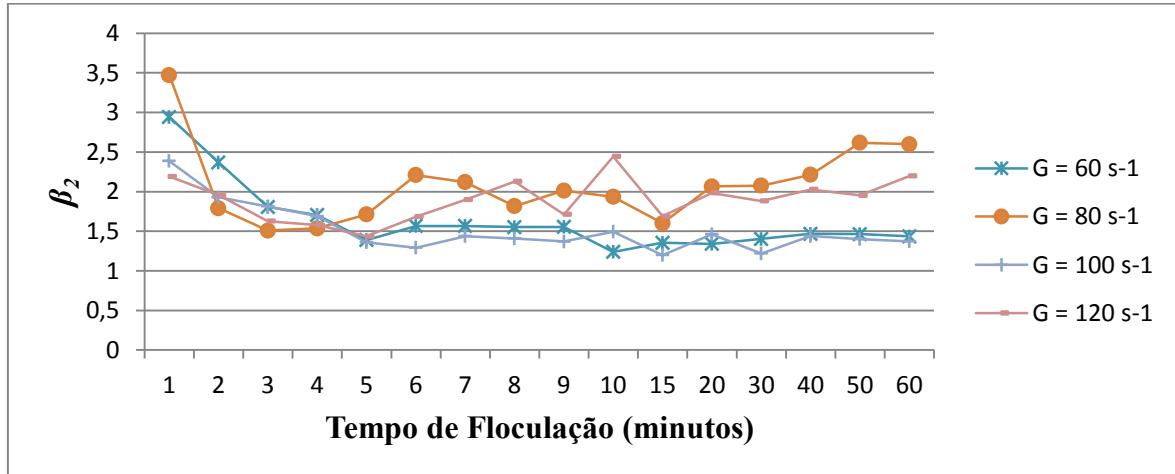
Os valores de β_2 guardam certa coerência com os valores obtidos para os diâmetros médios, entretanto existem comportamentos dos diâmetros médios não explicados por este parâmetro. As discrepâncias observadas podem estar relacionadas ao fato de a DTP não apresentar comportamento monotônico e unimodal, situação em que o parâmetro β_2 é bem mais representativo.

Figura 35: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com cloreto férreo como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s^{-1})



Fonte: Autor

Figura 36: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com cloreto férreo como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})



Fonte: Autor

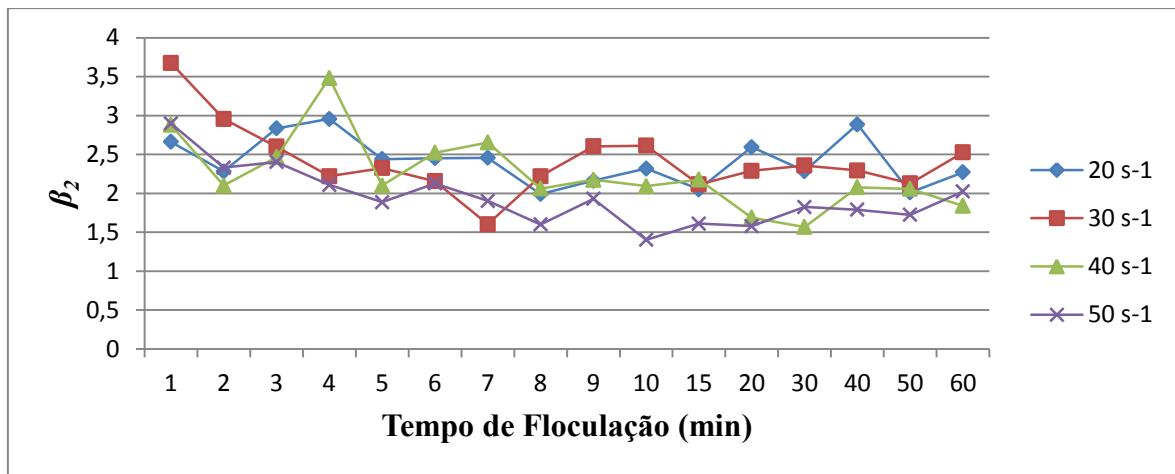
5.5.4 PARÂMETRO β_2 NA FLOCULAÇÃO COM PAC

O parâmetro β_2 para a floculação com o PAC indica que os maiores flocos foram obtidos com o gradiente de velocidade de 60 s^{-1} , alcançando valores próximos a 1,5 no patamar de estabilização, chegando a 1 no minuto 40. Os gradientes de 40 e 50 s^{-1} também

levaram a bons resultados (β_2 próximo a 1,8), como mostram as Figuras 37 e 38. Estes resultados também guardam certa coerência com os resultados observados para a evolução dos diâmetros médios e sugerem, portanto, que este parâmetro representa bem a DTP.

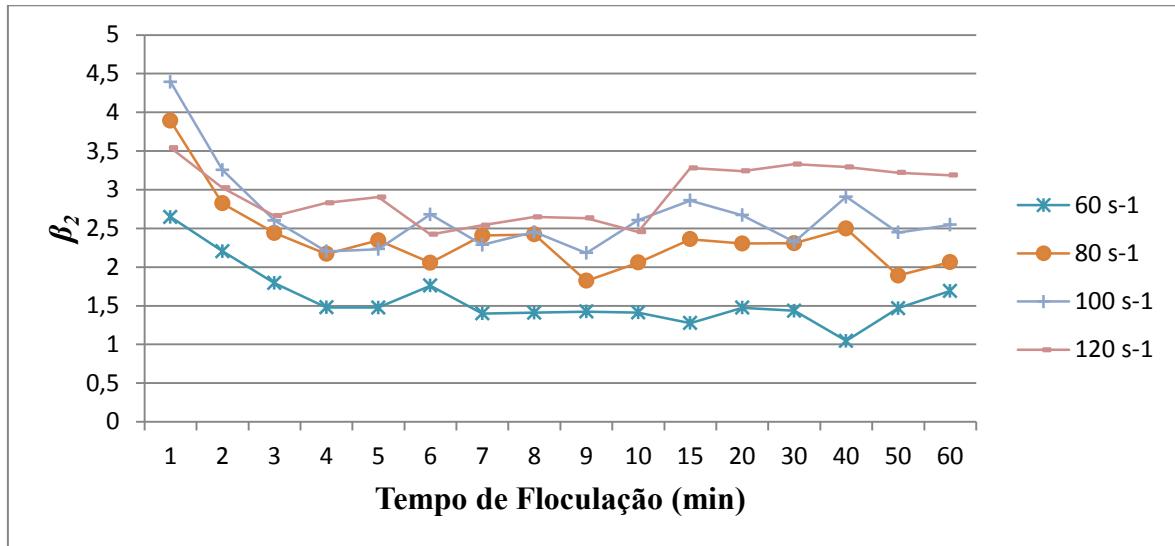
Assim como para os outros coagulantes, a evolução do parâmetro β_2 também indica a existência de um patamar de estabilização, sendo alcançado, em geral, até os 8 minutos de floculação, e no início do processo fica clara a existência de um período de prevalência da agregação, com crescimento de flocos, evidenciado pela redução nos valores calculados do parâmetro β_2 nos primeiros minutos.

Figura 37: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 20, 30, 40 e 50 s⁻¹)



Fonte: Autor

Figura 38: Evolução do parâmetro β_2 ao longo do tempo com PAC como coagulante (G de 60, 80, 100 e 120 s^{-1})



Fonte: Autor

5.6 AJUSTE DA FUNÇÃO GAMA À DTP

Neste item são ilustrados os valores de ajuste da função de distribuição gama à DTP para todos os coagulantes e gradientes de velocidade investigados, neste sentido, foram obtidos os valores dos parâmetros α e β_1 , representativos.

Foram criados gráficos para estimar o coeficiente de determinação entre a DTP acumulada observada e a calculada pela função de distribuição gama com intuito de mensurar o quanto a função gama se ajusta à DTP. A Figura 39 mostra dois destes gráficos, relativos ao G de 20 s^{-1} para os coagulantes sulfato de alumínio e cloreto férrico.

Nota-se, para todas as situações investigadas, o excelente ajuste da função gama às DTPs como mostra a Tabela 4. Como ilustrado, de modo geral, a função de distribuição gama se ajusta muito bem à DTP, sendo observados coeficientes de determinação superiores a 0,9 para quase todos os gradientes e coagulantes.

As Figuras 40, 41 e 42 mostram a evolução dos valores dos parâmetros α e β_1 com o avanço do tempo de floculação para os coagulantes sulfato de alumínio, cloreto férrico e PAC, respectivamente, e, comparando com a análise da DTP discutida em capítulos anteriores, fica claro que o α apresenta valores mais baixos à medida que a proporção de flocos maiores aumenta, situação semelhante ao que ocorre com o parâmetro β_2 discutido

no capítulo 5.5. Já o β_1 apresenta comportamento inverso ao α , alcançando valores mais altos quando as proporções de flocos de classes mais elevadas aumentam. De fato, este comportamento é coerente uma vez que α representa o parâmetro de forma da função e valores menores indicam um maior espalhamento ao longo do eixo das abscissas, enquanto β_1 representa o parâmetro de escala, com valores mais altos indicando menor amplitude da função, neste caso, representando distribuições mais homogêneas entre as classes de tamanho.

Figura 39: Ajuste estatístico entre a DTP observada e a calculada pela função gama

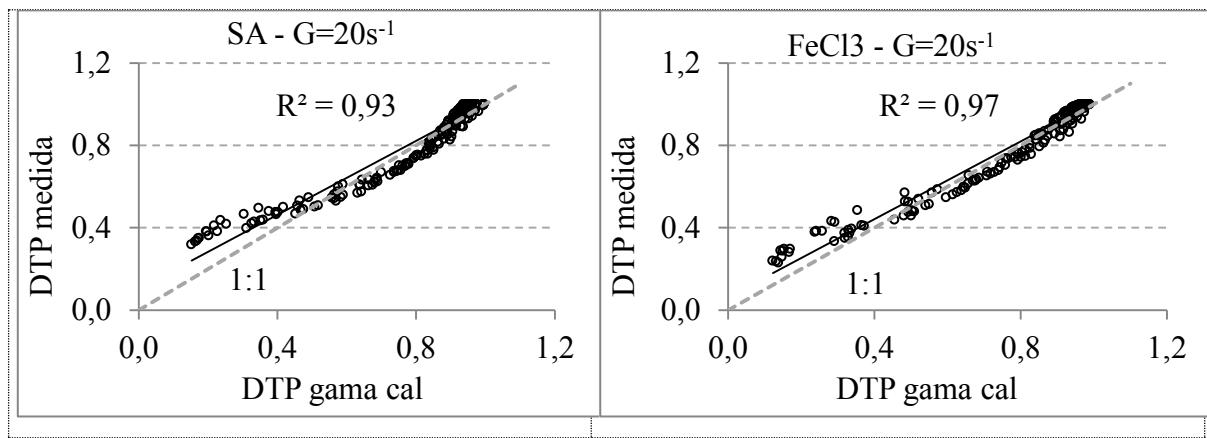


Tabela 5: R² obtido entre a DTP observada e a calculada pela função de distribuição gama para todos os gradientes de velocidade e coagulantes investigados

G (s ⁻¹)	Coagulante		
	Al ₂ (SO ₄) ₃	FeCl ₃	PAC
20	0,93	0,97	0,67
30	0,97	0,99	0,65
40	0,99	0,99	0,78
50	0,99	0,99	0,9
60	0,99	0,96	0,91
80	0,99	0,97	0,97
100	0,99	0,97	0,98
120	0,99	0,97	0,98

Figura 40: Evolução dos parâmetros α e β_1 ajustados ao longo do tempo de floculação para o coagulante sulfato de alumínio

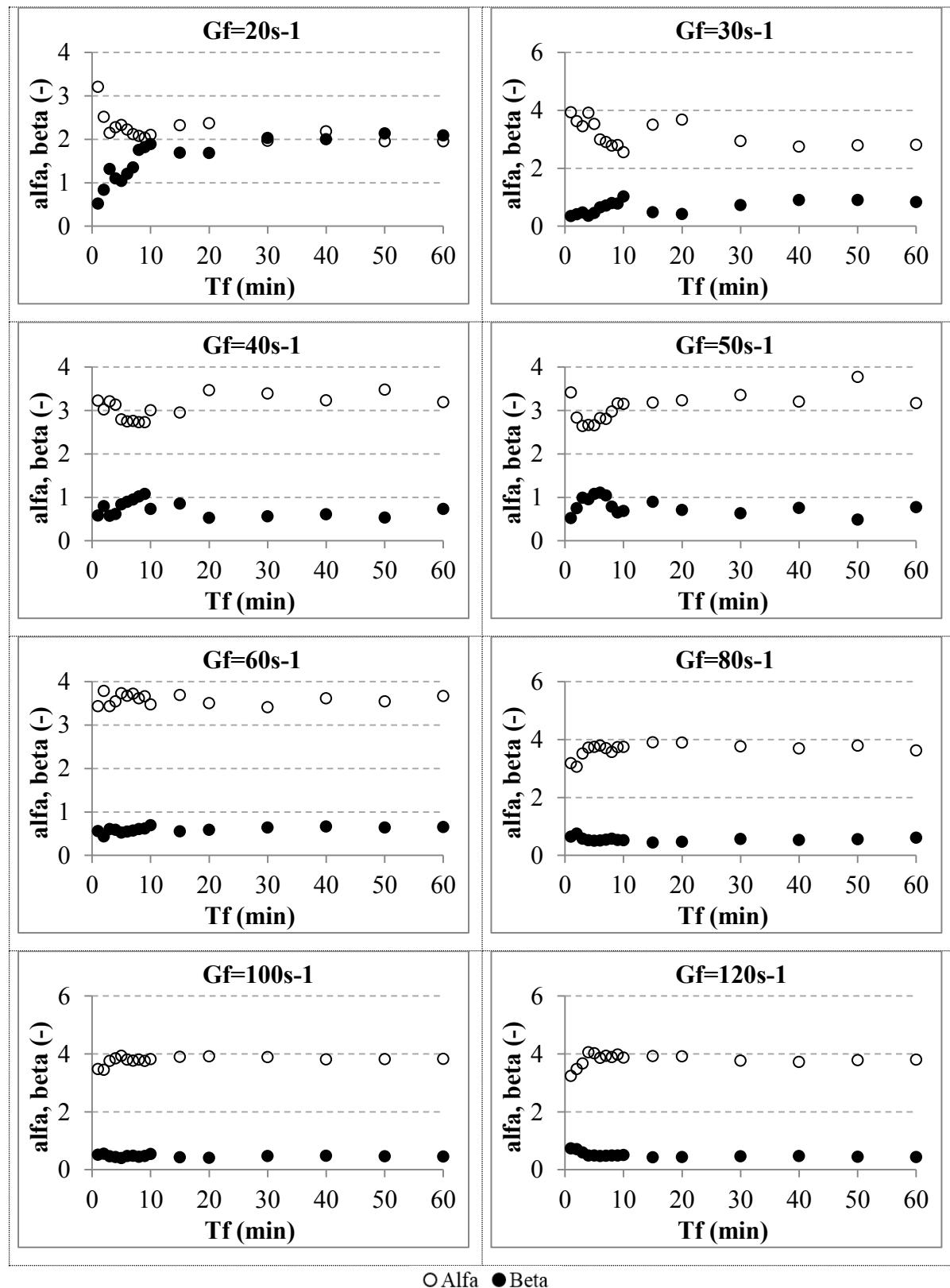


Figura 41: Evolução dos parâmetros α e β_1 ajustados ao longo do tempo de floculação para o coagulante cloreto férrico

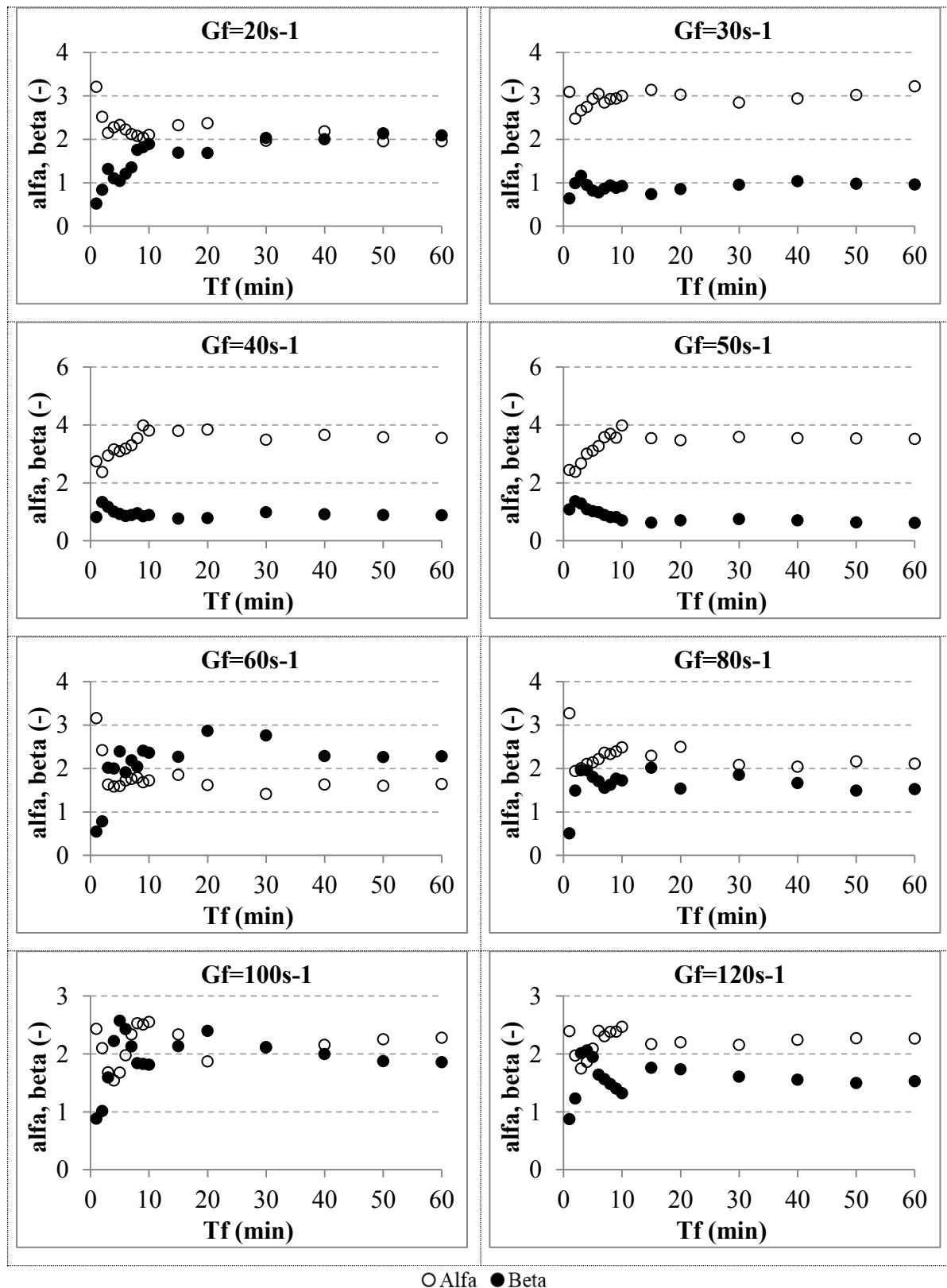
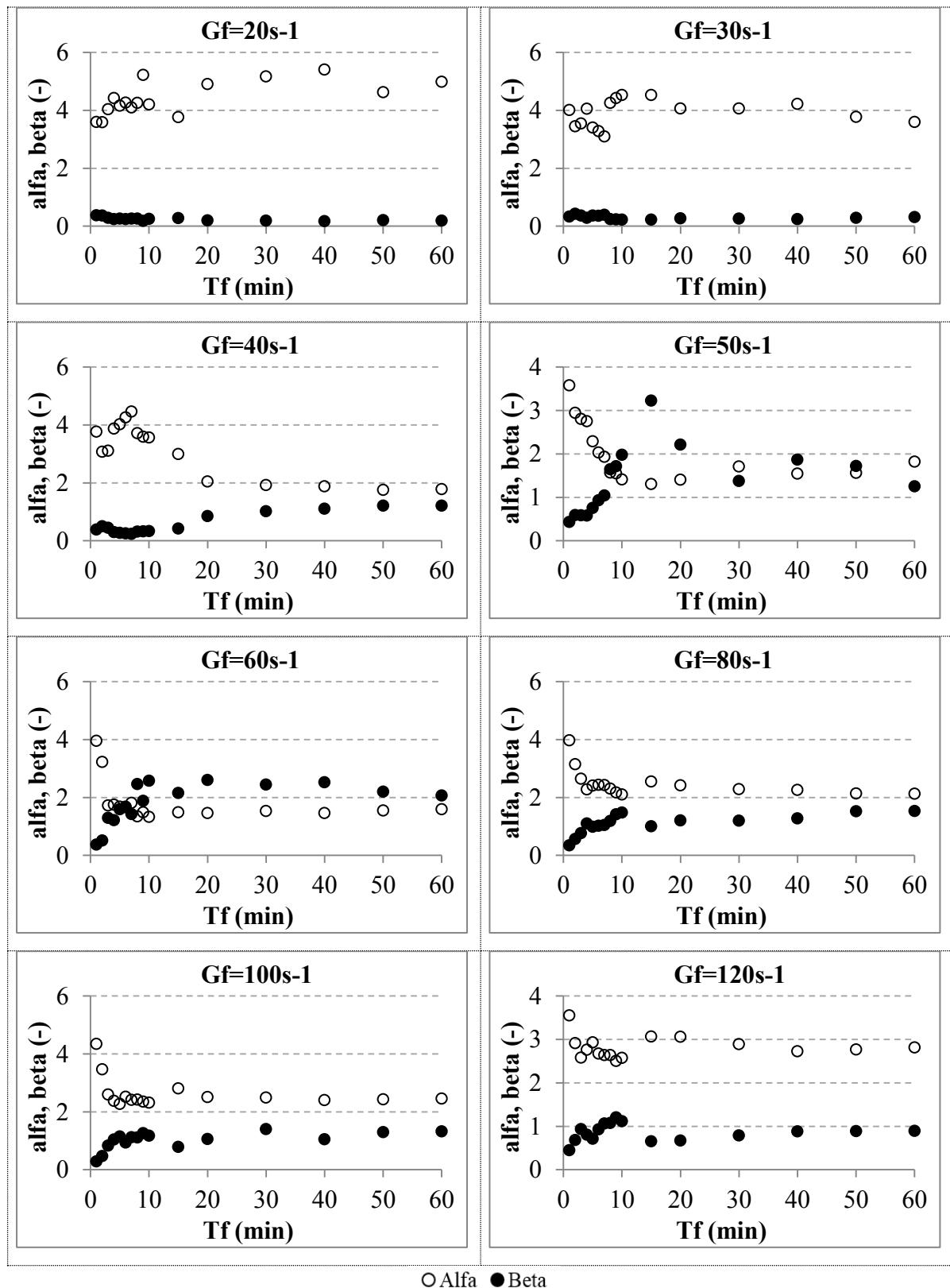


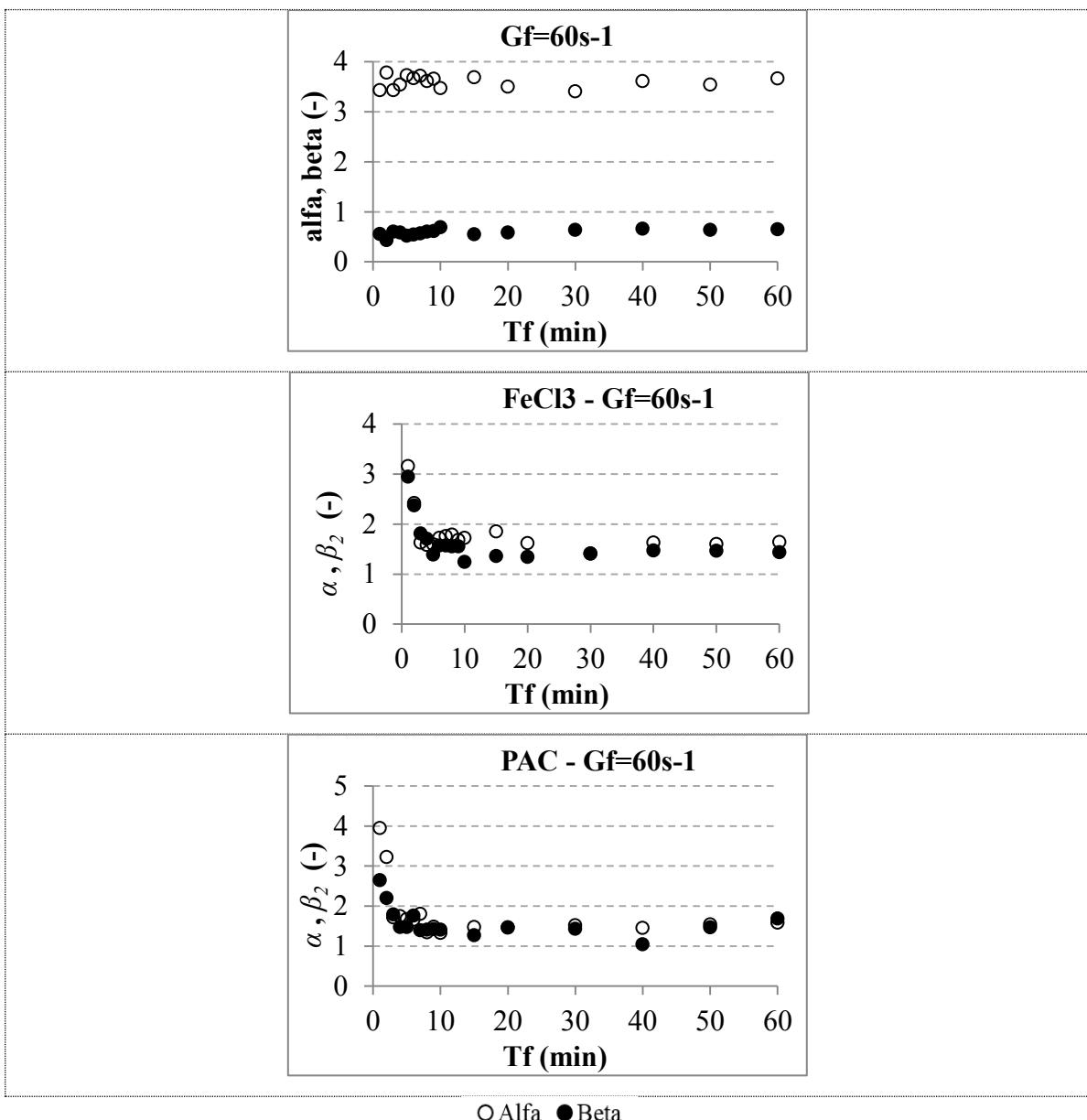
Figura 42: Evolução dos parâmetros α e β_1 ajustados ao longo do tempo de floculação para o coagulante PAC



É possível observar nas Figuras 40, 41 e 42 que os valores de α decrescem até um determinado valor e permanecem praticamente constantes até o final dos tempos de floculação e os valores de β_2 aumentam até determinado valor e depois também permanecem praticamente constantes. Este comportamento corrobora com o comportamento observado para o β_1 e D_{eq} o que denota a estabilidade do processo após determinado tempo de experimento.

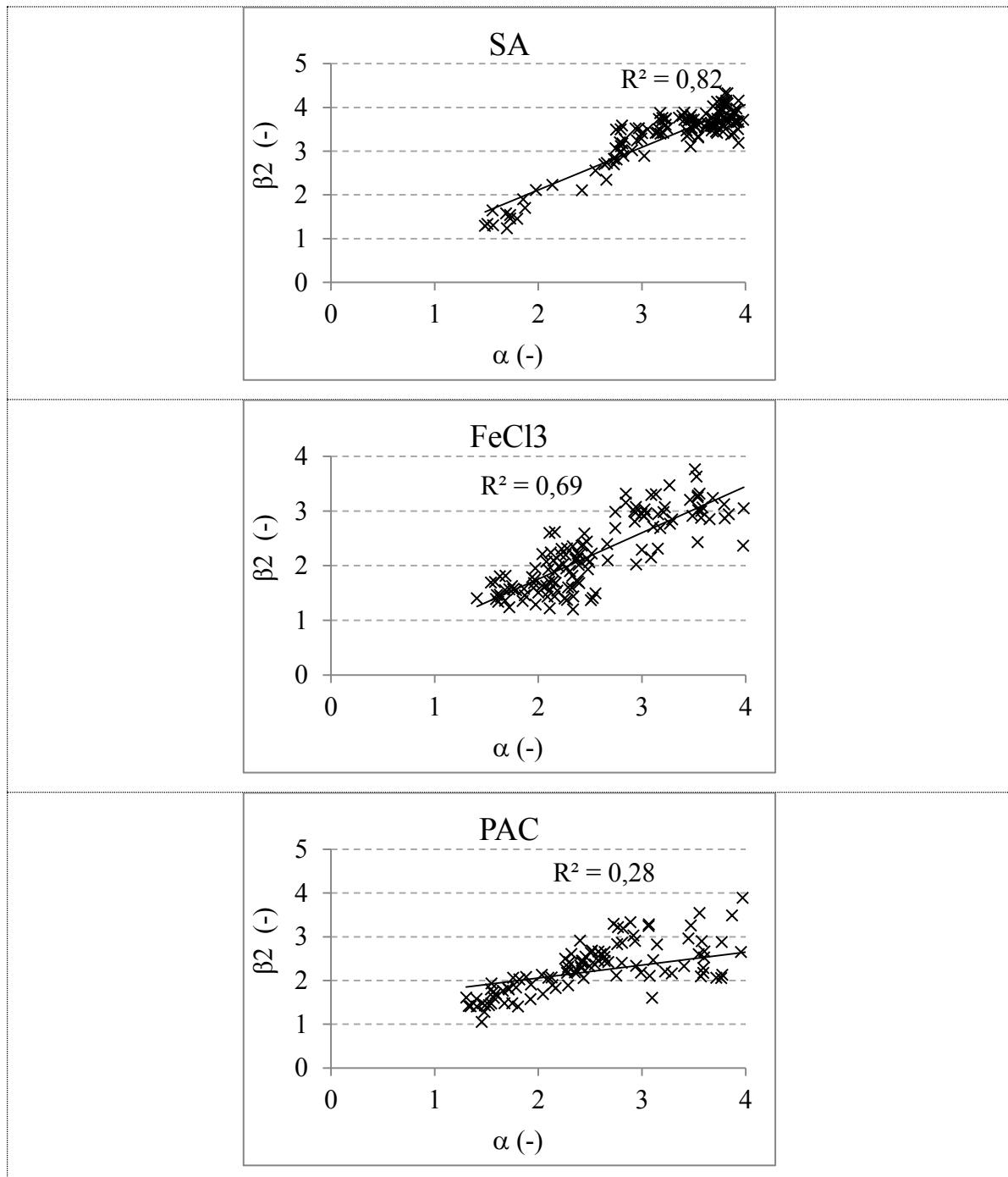
Para investigar a semelhança de comportamento entre α e β_2 ao longo da floculação foi elaborada a Figura 43.

Figura 43: Evolução dos parâmetros α e β_2 ao longo da floculação



Os gráficos exibidos na Figura 43 evidenciam que o comportamento destes dois parâmetros representativos da DTP, obtidos a partir de equacionamentos diferentes, são muito semelhantes, apesar de não haver um bom coeficiente de determinação entre eles (como ilustra a Figura 44) em função de, na maioria dos casos, os valores convergirem rapidamente e permanecerem praticamente inalterados ao longo do tempo.

Figura 444: Avaliação do ajuste para o conjunto de dados



De maneira geral observa-se que a função gama reproduz muito bem a distribuição de tamanho de partículas e pode produzir resultados de representação da curva de distribuição de tamanho, a partir de seus parâmetros α e β_1 , de forma mais precisa que a observada por Oliveira et al. (2015) em que o parâmetro β_2 (equação linearizada da frequência da DTP conforme Crittenden, 2005) foi utilizado com esta finalidade. Neste trabalho foram verificados erros globais de até 40%.

CAPÍTULO 6

CONCLUSÕES

A avaliação dos erros do método de análise de imagens na floculação mostrou que ele é capaz de conduzir a resultados consistentes, mas a interferência do operador na etapa de tratamento da imagem é significativa. Entretanto, considerando-se que o mesmo operador estabelecerá um padrão operacional, o erro relativo pode não ser significativo. Além disso, é provável que esta interferência possa ser minimizada conduzindo-se os experimentos em locais sem iluminação externa significativa além da relativa ao estabelecimento do plano de luz laser.

A análise da evolução do processo de floculação mostrou que, em uma primeira etapa há o crescimento dos flocos e, em determinado momento, não há grande variação da distribuição de partículas, comprovando a existência de um estado estacionário. Em alguns casos, ficou nítida a existência de uma etapa em que parece predominar a ruptura dos flocos, que depois voltam a se reagregar, em outros esta etapa não fica nítida, sugerindo, nestes casos, o alcance rápido do patamar de estabilização.

O estudo também indica que o parâmetro β_2 pode ser utilizado para representar a distribuição do tamanho de partículas de maneira consistente, uma vez que a análise da DTP e do β_2 levaram a resultados e conclusões semelhantes.

Outra ferramenta promissora para análise da DTP observada neste estudo é a distribuição gama, cuja curva se ajusta muito bem à distribuição de tamanho de partículas. Além disso, os parâmetros de forma e escala da distribuição gama parecem representar a DTP de maneira bem confiável.

Em relação à DTP e ao diâmetro equivalente médio, os gradientes que apresentaram os melhores resultados foram o de 20 s^{-1} para o sulfato de alumínio, e de 60 s^{-1} para o cloreto férrico e o PAC, o que pode indicar que flocos formados em águas de baixa turbidez com estes coagulantes sejam mais resistentes à quebra, mas estudos complementares devem ser realizados para comprovar esta hipótese.

Por fim, os coagulantes apresentaram resultados semelhantes em relação ao desempenho da floculação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALLEN, Terence. Powder Sampling and Particle Size Determination. Wilmington: Elsevier, 2003. 660 p.

BOUYER, Denis; LINÉ, Alain; DO-QUANG, Zdravka. Experimental analysis of floc size distribution under different hydrodynamics in a mixing tank. AIChE Journal, France, v. 50, n. 9, p.2064-2081, set. 2004.

<https://doi.org/10.1002/aic.10242>

BOUYER, Denis et al. Experimental analysis of floc size distributions in a 1-L jar under different hydrodynamics and physicochemical conditions. Journal Of Colloid And Interface Science, [s.l.], v. 292, n. 2, p.413-428, dez. 2005.

CAO, Baichuan et al. Floc properties of polyaluminum ferric chloride in water treatment: The effect of Al/Fe molar ratio and basicity. Journal Of Colloid And Interface Science, Beijing, v. 458, p.247-254, jul. 2015.

<https://doi.org/10.1016/j.jcis.2015.07.057>

CHING, Hsiao-wei; TANAKA, Theodore S.; ELIMELECH, Menachem. Dynamics of Coagulation of Kaolin Particles with Ferric Chloride. Water Research, Los Angeles, v. 28, n. 3, p.559-569, 1994.

COUFORT, Carole et al. Analysys of floc size distribuitions in a mixing tank. Chemical Engineering And Processing, Toulouse, v. 47, n. 3, p.287-294, mar. 2008.

<https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.01.009>

Crittenden, J.C. Water Treatment: principles and design. 2nd ed. New Jersey: Jon Wiley & Sons, Inc., 2005, 1948 p.

DI BERNARDO, L.; DANTAS, A. di B. Métodos e Técnicas de Tratamento de Água. 2. ed. São Carlos: Rima, 2005. v. 2.

DOMÍNGUEZ, Joaquín R. et al. Evaluation of Ferric Chloride as a Coagulant for Cork Processing Wastewaters. Influence of the Operating Conditions on the Removal of Organic Matter and Settleability Parameters. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Badajoz, v. 44, n. 17, p.6539-6548, 2005.

DUTRA, Ricardo Henrique de Andrade. Obtenção dos parâmetros cinéticos da floculação com utilização de técnica de análise por imagem. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

GONÇALVEZ, Luan Serafim Mendes. Evolução do diâmetro fractal de agregados formados a partir de água com baixa turbidez. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

GREGORY, John. Optical monitoring of particle aggregates. *Journal Of Environmental Sciences*, London, v. 21, n. 1, p.2-7, 2009.

[https://doi.org/10.1016/S1001-0742\(09\)60002-4](https://doi.org/10.1016/S1001-0742(09)60002-4)

HE, Weipeng et al. Characteristic analysis on temporal evolution of floc size and structure in low-shear flow. *Water Research*, Harbin, v. 46, n. 2, p.509-520, nov. 2011.

JARVIS, Peter et al. A review of floc strength and breakage. *Water Research*, Cranfield, v. 39, n. 14, p.3121-3137, mai. 2005.

JARVIS, Peter; JEFFERSON, Bruce; PARSONS, Simon A. Breakage, regrowth, and

fractal nature of natural organic matter flocs. *Environmental Science & Technology*, Cranfield, v. 39, n. 7, p.2307-2314, 2005.
<https://doi.org/10.1021/es048854x>

JUNKER, Beth. Measurement of bubble and pellet size distributions: past and current image analysis technology. *Bioprocess And Biosystems Engineering*, [s.l.], v. 29, n. 3, p.185-206, 20 jul. 2006.

LI, Tao et al. Characterization of floc size, strength and structure under various coagulation mechanisms. *Powder Technology*, Beijing, v. 168, n. 2, p.104-110, jul. 2006.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.07.003>

MORENO, Pamela; MORUZZI, Rodrigo Braga; CONCEIÇÃO, Fabiano Tomazini. Investigação da aplicação da lama vermelha 'red mud' na mistura rápida como nucleador de flocos visando sua remoção por sedimentação. In: AIDIS, 2013, Tegucigalpa, Honduras. *Anais do XXVIII AIDIS* (2013).

Moreno, P. Emprego de Técnica Dedicada de Análise de Imagem na Avaliação do Produto GT no Desempenho da Floculação. 2015. 107 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2015.

MORENO, Pamela et al. Investigação do efeito do número de camp (NC) na distribuição de tamanho de partículas (DTP). In: 28º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, Rio de Janeiro. 28º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental. Rio de Janeiro: ABES. v. 1. (2015).

MORENO, Pamela et al. Aplicação de lama vermelha como nucleador de flocos. *Hydro* (São Paulo), v. 12, p. 46-48, (2016).

MORUZZI, Rodrigo Braga. Método para determinação de distribuição de tamanho de microbolhas (DTMB) em sistemas flotação (FAD) para tratamento de águas utilizando a

análise de imagem digital. (2004).

MORUZZI, Rodrigo Braga et al. Aplicabilidade das técnicas de determinação de tamanho de partículas em sistemas de tratamento de água e esgoto sanitário. Engenharia Sanitária e Ambiental, Rio de Janeiro - RJ, v. 9, p. 291-300. (2004).

MORUZZI, Rodrigo Braga; REALI, Marco Antônio Penalva. Método para determinação de distribuição de tamanho de microbolhas (DTMB) em sistemas de flotação (FAD) para tratamento de águas utilizando a análise de imagem digital. Revista Engenharia Sanitária e Ambiental, v. 12, no.3, p. 273-283 (2007).

<https://doi.org/10.1590/S1413-41522007000300007>

MORUZZI, Rodrigo Braga; REALI, Marco Antônio Penalva. Characterization of micro-bubble size distribution and flow configuration in DAF contact zone by an non-intrusive image analysis system and tracer tests. IWA Publishing, Water Science & Technology, 61, (1), p.253-262 (2010).

<https://doi.org/10.2166/wst.2010.784>

MORUZZI, Rodrigo Braga et al. Floculação: considerações a partir da análise clássica e da avaliação direta da distribuição de tamanho de partículas. Engenharia Sanitaria e Ambiental, [s.l.], v. 21, n. 4, p.817-824, dez. 2016. FapUNIFESP (SciELO).

NAN, Jun; HE, Weipeng. Characteristic analysis on morphological evolution of suspended particles in water during dynamic flocculation process. Desalination And Water Treatment, [s.l.], v. 41, n. 1-3, p.35-44, mar. 2012.

OLIVEIRA, André Luiz et al. Avaliação da melhor distribuição de tamanho de partículas para a sedimentação mantendo-se fixo o número de Camp. Monterrey - Mexico. XXXIV Congreso Interamericano de Ingenieria Sanitaria y Ambiental - Aspirando a un ambiente sostenible. Mexico: AIDIS,, v. 1, p. 1. (2014).

OLIVEIRA, André Luiz de et al. The effect of form and particle size distribution (PSD) on the removal of particulate matter. *Desalination and Water Treatment*. Vol. 57 (36). p. 1-12 (2015a).

OLIVEIRA, André Luiz de et al. Análise da distribuição do tamanho de partículas em função do tempo de floculação. In: 28º Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, 2015, Rio de Janeiro: ABES,. v. 1. (2015b).

OLIVEIRA, André Luiz de et al. Avaliação de Parâmetros Representativos da Distribuição de Tamanho de Partículas Presentes em Coleções Hídricas. *Revista Brasileira de Recursos Hídricos*, Porto Alegre, v. 20, n. 4, p.1084-1092, out. (2015c).

Pádua, V.L. (1994) Metodologia para determinação dos gradientes de velocidade médios em unidades de floculação de mistura completa com câmaras em série e escoamento contínuo a partir de reatores estáticos. Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo, São Carlos.

Pavanelli, G. Eficiência de Diferentes Tipos de Coagulantes na Coagulação, Floculação e Sedimentação de Água de Cor ou Turbidez Elevada. 2001. 233 f. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2001.

REN, Pangfei et al. Analysis of floc morphology in a continuous-flow flocculation and sedimentation reactor. *Journal Of Environmental Sciences*, [s.l.], v. 52, p.268-275, fev. 2017.

SHEN, Xiaoteng; MAA, Jerome P. Y. A camera and image processing system for floc size distributions of suspended particles. *Marine Geology*, Gloucester Point, v. 376, p.132-146, mar. 2016.

<https://doi.org/10.1016/j.margeo.2016.03.009>

SILVA, Pedro Augusto Grava. Força e dimensão fractal para floco de caulinita coagulado com sal de alumínio aplicado ao tratamento de água para abastecimento. 22 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Ambiental) – Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Universidade Estadual Paulista, Rio claro (2016).

SILVA, Pedro Augusto Grava; MORUZZI, Rodrigo Braga. Reversibility of al-kaolin and al-humic aggregates monitored by stable diameter and size distribution. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*. Scielo (no prelo) (2017).

SPICER, Patrick T.; PRATSINIS, Sotiris E. Shear-induced flocculation: The evolution of floc structure and the shape of the size distribution at steady state. *Water Research*, Cincinnati, v. 30, n. 5, p.1049-1056, out. 1996.

[https://doi.org/10.1016/0043-1354\(95\)00253-7](https://doi.org/10.1016/0043-1354(95)00253-7)

Tang, P.; Greenwood, J.; Raper, A. A Model to Describe the Settling Behavior of Fractal Aggregates. *Journal Of Colloid And Interface Science*, Sydney, v. 247, n. 1, p.210-219, 2002.

<https://doi.org/10.1006/jcis.2001.8028>

TSE, Ian C. et al. Method for quantitative analysis of flocculation performance. *Water Research*, [s.l.], v. 45, n. 10, p.3075-3084, maio 2011.

WANG, Yan et al. Characterization of floc size, strength and structure in various aluminum coagulants treatment. *Journal Of Colloid And Interface Science*, Jinan, v. 332, n. 2, p.354-359, jan. 2009.

<https://doi.org/10.1016/j.jcis.2009.01.002>

XU, Weiying et al. Influence of pH on Flocs Formation, Breakage and Fractal. *Journal of Water Sustainability*, Jinan, v. 1, n. 1, p.45-57, jun. 2011.

XU, Weiying et al. Influence of shear force on floc properties and residual aluminum

humic acid treatment by nano-Al13. *Journal Of Hazardous Materials*, Jinan, v. 271, p.1-8, fev. 2014.

<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2014.01.049>

YAO, Meng; NAN, Jun; CHEN, Ting. Effect of particle size distribution on turbidity under various water quality levels during flocculation processes. *Desalination*, Harbin, v. 354, p.116-124, out. 2014.

<https://doi.org/10.1016/j.desal.2014.09.029>

YANG, Zhen et al. A new method for calculation of flocculation kinetics combining Smoluchowski model with fractal theory. *Colloids And Surfaces A: Physicochemical and engineering aspects*, Nanjing, v. 423, p.11-19, 2013.

YUKSELEN, M.A. & GREGORY, J. (2004) The reversibility of floc breakage. *International Journal of Mineral Processing*, v. 73, n.2-4, p. 251-259.

[https://doi.org/10.1016/S0301-7516\(03\)00077-2](https://doi.org/10.1016/S0301-7516(03)00077-2)

YU, Wenzheng et al. Dependence of floc properties on coagulant type, dosing mode and nature of particles. *Water Research*, London, v. 68, p.119-126, 1 jan. 2015.

<https://doi.org/10.1016/j.watres.2014.09.045>

YU, Wenzheng et al. Effect of dosage strategy on Al-humic flocs growth and re-growth. *Colloids And Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Beijing, v. 404, p.106-111, mai. 2012.