



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



SEPARAÇÃO DE FINOS DE COQUE POR HIDROCICLONAGEM

MARCUS BRUNO FERNANDES SILVA

Uberlândia – MG

2021



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



SEPARAÇÃO DE FINOS DE COQUE POR HIDROCICLONAGEM

Marcus Bruno Fernandes Silva

Orientadores: Carlos Henrique Ataíde

Claudio Roberto Duarte

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Uberlândia – MG

2021

Ficha Catalográfica Online do Sistema de Bibliotecas da UFU
com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

S586
2021 Silva, Marcus Bruno Fernandes, 1996-
Separação de finos de coque por hidrociclonagem
[recurso eletrônico] / Marcus Bruno Fernandes Silva. -
2021.

Orientador: Claudio Roberto Duarte.

Coorientador: Carlos Henrique Ataíde.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de
Uberlândia, Pós-graduação em Engenharia Química.

Modo de acesso: Internet.

Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.di.2021.658>

Inclui bibliografia.

Inclui ilustrações.

1. Engenharia química. I. Duarte, Claudio Roberto,
1975-, (Orient.). II. Ataíde, Carlos Henrique, 1956-,
(Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia.
Pós-graduação em Engenharia Química. IV. Título.

CDU: 66.0

Bibliotecários responsáveis pela estrutura de acordo com o AACR2:

Gizele Cristine Nunes do Couto - CRB6/2091



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Química

Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1K, Sala 206 - Bairro Santa Mônica,
Uberlândia-MG, CEP 38400-902
Telefone: (34)3239-4249 - www.ppgeq.feq.ufu.br - secppgeq@feq.ufu.br



ATA DE DEFESA - PÓS-GRADUAÇÃO

Programa de Pós-Graduação em:	Engenharia Química				
Defesa de:	Dissertação de Mestrado, 19/2021, PPGEQ				
Data:	09 de dezembro de 2021	Hora de início:	09:00	Hora de encerramento:	10:41
Matrícula do Discente:	11922EQU009				
Nome do Discente:	Marcus Bruno Fernandes Silva				
Título do Trabalho:	Separação de finos de coque por hidrociclonagem				
Área de concentração:	Desenvolvimento de processos químicos				
Linha de pesquisa:	Processos de Separação				
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Tecnologias de controle de sólidos na atividade de perfuração de poços de petróleo e gás: otimização, operações alternativas de separação sólido-líquido e instrumentação de equipamentos				

Reuniu-se por meio de webconferência, a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Química, assim composta: Professores Doutores: Isabele Cristina Bicalho - EQ/UFLA; Ricardo Correa de Santana - FEQUI/UFU; Ricardo Amâncio Malagoni - FEQUI/UFU; Claudio Roberto Duarte - PPGEQ/UFU, orientador do candidato.

Iniciando os trabalhos o presidente da mesa, Prof. Dr. Claudio Roberto Duarte apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, agradeceu a presença do público e concedeu ao Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

A seguir o senhor(a) presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente, aos(às) examinadores(as), que passaram a arguir o(a) candidato(a). Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu o resultado final, considerando o(a) candidato(a):

Aprovado.

Esta defesa faz 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. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.



Documento assinado eletronicamente por **Claudio Roberto Duarte, Professor(a) do Magistério Superior**, em 09/12/2021, às 10:41, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Isabele Cristina Bicalho, Usuário Externo**, em 09/12/2021, às 10:42, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ricardo Correa de Santana, Professor(a) do Magistério Superior**, em 09/12/2021, às 10:42, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ricardo Amâncio Malagoni, Professor(a) do Magistério Superior**, em 09/12/2021, às 10:42, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **3241876** e o código CRC **64DC774E**.

Referência: Processo nº 23117.085413/2021-87

SEI nº 3241876

À minha mãe e ao meu pai, dedico.

AGRADECIMENTOS

À minha mãe, Elci, e ao meu pai, Ézio, por absolutamente tudo.

À minha irmã, Larissa, pelo imenso carinho.

À Gabriela, pelo amor e pelas memórias compartilhadas.

Aos grandes amigos de Lavras, Silvio, Guizão, José, Leandro e Guilherme, irmãos, que fizeram, por meio da amizade e saudade, encurtar o tempo e a distância de casa.

Aos amigos da pós-graduação, Pedro, Leonardo, Vinícius, Anderson, Heitor, José Alair e Thais, por todas conversas, risos, auxílios e pelo companheirismo.

A todas as professoras e professores que participaram de minha formação desde a infância.

Ao grande professor e orientador Carlos Henrique Ataíde, *in memoriam*, pelos ensinamentos e conversas. Suas lições foram essenciais no meu desenvolvimento como pesquisador, e a isso sou eternamente grato.

Ao professor e orientador Claudio Roberto Duarte, que desde o início me guiou neste caminho, sempre compreensível e humano.

À Refinaria de Paulínia (Replan), pelo material fornecido para pesquisa.

À CNPq, pelo apoio financeiro.

*“O homem nasceu para aprender,
aprender tanto quanto a vida lhe permita.”*

Guimarães Rosa

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	xi
LISTA DE TABELAS.....	xiv
LISTA DE SÍMBOLOS.....	xv
RESUMO.....	xvii
ABSTRACT.....	xviii
1. INTRODUÇÃO.....	19
1.1. Justificativa.....	19
1.2. Objetivos.....	20
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1. Unidade de Coqueamento Retardado.....	21
2.2. Coque verde de petróleo.....	23
2.3. Clarificação da água utilizada nas Unidades de Coqueamento Retardado.....	26
2.4. Hidrociclones.....	27
2.4.1. Funcionamento de um hidrociclone.....	28
2.4.2. As famílias de hidrociclones.....	31
2.4.3. Variáveis relevantes no projeto e na operação de hidrociclones.....	32
2.4.4. Modificações geométricas não convencionais.....	40
2.4.5. Modelos e correlações matemáticas para hidrociclones.....	44
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	47
3.1. Unidade experimental.....	47
3.2. Hidrociclones.....	49
3.3. Material particulado e sua caracterização.....	54
3.3.1. Concentração das amostras do processo de separação de coque por sedimentação.....	55
3.3.2. Densidade real.....	56
3.3.3. Densidade aparente.....	57
3.3.4. Análise granulométrica.....	58
3.3.5. Análise imediata.....	61
3.3.6. Área superficial específica.....	62
3.3.7. Microscopia eletrônica de varredura.....	63
3.4. Planejamentos experimentais.....	64
3.5. Procedimentos experimentais executados nos ensaios de hidrociclonagem.....	65
3.5.1. Procedimento para os ensaios de hidrociclonagem.....	65
3.5.2. Determinação da concentração de sólidos nas correntes de interesse.....	66
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	67

4.1.	Resultados da caracterização do material	67
4.1.1.	Concentração das amostras enviadas	67
4.1.2.	Distribuição granulométrica das amostras enviadas	70
4.1.3.	Densidades real e aparente.....	71
4.1.4.	Análise imediata	72
4.1.5.	Análise de poros e da área superficial específica	73
4.1.6.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	73
4.2.	Resultados da separação de coque de petróleo com hidrociclones.....	74
4.2.1.	Capacidade.....	76
4.2.2.	Razão de líquido	81
4.2.3.	Eficiência total de separação	85
4.2.4.	Curvas de eficiência granulométrica reduzida.....	89
4.2.5.	Comparação da água clarificada obtida por processo de hidrociclonagem com o processo de sedimentação	91
5.	CONCLUSÃO E SUGESTÕES	93
5.1.	Sugestões para trabalhos futuros	94
	REFERÊNCIAS	96
	APÊNDICE A	102
	APÊNDICE B	103
	APÊNDICE C	104

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Unidade de Coqueamento Retardado. Adaptado de um relatório da Replan.	23
Figura 2.2 - Coque verde de petróleo.	25
Figura 2.3 - Esquema básico de um hidrociclone convencional. Adaptado de Bradley (1965)	29
Figura 2.4 - Forças atuantes sobre uma partícula em um hidrociclone (MOGNON, 2015). ...	30
Figura 2.5 - Típica curva de eficiência granulométrica. Adaptado de Svarovsky (1984).	36
Figura 2.6 - Efeito <i>fish-hook</i> na curva de eficiência granulométrica. Adaptado de Nageswararao (2000).	37
Figura 2.7 - Curva de eficiência granulométrica com destaque para o diâmetro de corte. Adaptado de Svarovsky (2000).	39
Figura 2.8 - Tipos de entrada em um hidrociclone. Jackson, Johnson e Barathraj (2019).	41
Figura 2.9 - Esquema de um hidrociclone contendo uma rampa de alimentação (DHODAPKAR; HEUMANN, 2011).	42
Figura 2.10 - Nova geometria proposta por Olson e van Ommen (2004).	42
Figura 2.11 - Hidrociclone com duas seções cônicas.	43
Figura 3.1 - Representação esquemática da unidade experimental utilizada.	47
Figura 3.2 - Inserção das correlações no <i>HydroModel</i>	50
Figura 3.3 - Respostas estimadas a partir do <i>HydroModel</i>	51
Figura 3.4 - Esquema de dimensões gerais do hidrociclone projetado.	52
Figura 3.5 - Esquema do mini-hidrociclone utilizado nos testes (MOGNON, 2015).	53
Figura 3.6 - Quarteamento da amostra fornecida.	54
Figura 3.7 - Amostras enviadas da Replan. As amostras à direita são referentes a suspensão que deve ser clarificada; as amostras à esquerda são as amostras da água clarificada por processo de sedimentação.	55
Figura 3.8 - Material retido após a filtrações das amostras. Esquerda: amostras pré- sedimentação; direita: amostras pós-sedimentação.	56
Figura 3.9 - Tela principal do <i>msanalyzer</i>	59
Figura 3.10 - Curvas geradas pelo <i>msanalyzer</i>	60
Figura 3.11 - Modelo RRB ajustado pelo <i>msanalyzer</i>	60
Figura 3.12 - Analisador ASAP 2020PLUS.	63
Figura 4.1 - Concentrações das amostras tipo A.	68

Figura 4.2 - Concentrações das amostras tipo B.	68
Figura 4.3 - Amostras A5 (esquerda) e A6 (direita).....	69
Figura 4.4 - Distribuição granulométrica da amostra seca e da amostra úmida.	70
Figura 4.5 - Modelo RRB ajustado aos dados experimentais.	71
Figura 4.6 - Microscopia eletrônica de varredura. (a) Magnitude 500x. (b) Magnitude 2000x.	74
Figura 4.7 - Distribuição de resíduos para a capacidade do hidrociclone CR.....	77
Figura 4.8 - Capacidade predita e capacidade experimental do hidrociclone CR.....	77
Figura 4.9 - Distribuição de resíduos para a capacidade do hidrociclone SR.	78
Figura 4.10 - Capacidade predita e capacidade experimental do hidrociclone SR.	78
Figura 4.11 - Comparação das respostas obtidas para a capacidade de processamento a partir dos experimentos realizados nos hidrociclones com rampa e sem rampa de alimentação.....	79
Figura 4.12 - Distribuição de resíduos para a capacidade do hidrociclone MH.....	80
Figura 4.13 - Capacidade predita e capacidade experimental do hidrociclone MH.....	80
Figura 4.14 - Comparação da capacidade de processamento experimental, fixando a concentração em 4,75% e variando a queda de pressão, para os três hidrociclones estudados.	80
Figura 4.15 - Distribuição de resíduos para a razão de líquido do hidrociclone CR.....	81
Figura 4.16 - Razão de líquido predita e experimental do hidrociclone CR.	81
Figura 4.17 - Distribuição de resíduos para a razão de líquido do hidrociclone SR.	82
Figura 4.18 - Razão de líquido predita e experimental do hidrociclone SR.....	82
Figura 4.19- Comparação das respostas obtidas para a razão de líquido a partir dos experimentos realizados nos hidrociclones com rampa e sem rampa de alimentação.....	83
Figura 4.20 - Distribuição de resíduos para a razão de líquido do hidrociclone MH.....	84
Figura 4.21 - Razão de líquido predita e experimental do hidrociclone MH.	84
Figura 4.22 - Comparação da razão de líquido experimental, fixando a concentração em 4,75% e variando a queda de pressão, para os três hidrociclones estudados.....	84
Figura 4.23 - Distribuição de resíduos para a eficiência de separação do hidrociclone CR. ...	86
Figura 4.24 - Capacidade predita e razão de líquido experimental do hidrociclone CR.....	86
Figura 4.25 - Distribuição de resíduos para a eficiência de separação do hidrociclone SR.	87
Figura 4.26 - Capacidade predita e razão de líquido experimental do hidrociclone SR.	87
Figura 4.27 - Comparação das respostas obtidas para a eficiência de separação a partir dos experimentos realizados nos hidrociclones com rampa e sem rampa de alimentação.	87

Figura 4.28 - Distribuição de resíduos para a eficiência de separação do hidrociclone MH. ..	88
Figura 4.29 - Capacidade predita e razão de líquido experimental do hidrociclone MH.....	88
Figura 4.30 - Comparação da eficiência de separação experimental, fixando a concentração em 4,75% e variando a queda de pressão, para os três hidrociclones estudados.	89
Figura 4.31 - Curvas de eficiência granulométrica reduzida para os três hidrociclones estudados, na condição de concentração 4,75% e queda de pressão de 10,0 psi.	90

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Requerimentos para o coque em relação a aplicação. Adaptado de Gary <i>et al.</i> , (2007) e Lapa (2010).	25
Tabela 2.2 - Propriedades típicas do coque verde de petróleo. (BIRGHILA; POPOVICI, 2013; COMMANDRÉ; SALVADOR, 2005; MALAQUIAS, 2019)	26
Tabela 2.3 - Relações geométricas referentes a algumas famílias clássicas de hidrociclones (CRUZ, 2008; SVAROVSKY, 1984; VIEIRA, 2006).	32
Tabela 3.1 - Planejamento experimental a 3 níveis para 2 fatores e uma réplica no centro, sendo <i>C</i> e <i>P</i> são a concentração e a queda de pressão codificados.	64
Tabela 3.2 - Nível dos fatores que compõem o planejamento de experimentos.	65
Tabela 4.1 - Concentrações das amostras do processo atual de separação implementado pela Replan.	67
Tabela 4.2 - Informações das concentrações das amostras do processo de separação atual implementado pela Replan.	69
Tabela 4.3 - Densidades reais das amostras de coque.	72
Tabela 4.4 - Resultados da análise imediata.	72
Tabela 4.5 - Resultados obtidos pela análise de poros e da área superficial específica.	73
Tabela 4.6 - Resultados experimentais para o planejamento 3 níveis com 2 fatores para o hidrociclone com rampa de alimentação (CR).	75
Tabela 4.7 - Resultados experimentais para o planejamento 3 níveis com 2 fatores para o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR).	75
Tabela 4.8 - Resultados experimentais para o planejamento 3 níveis com 2 fatores para o mini-hidrociclone (MH).	76
Tabela 4.9 - Concentrações da água clarificada obtida pelo processo de hidrociclonagem, para os três equipamentos estudados.	91

LISTA DE SÍMBOLOS

B_p	<i>by-pass</i>	$[M^0L^0T^0]$
C	concentração mássica da alimentação	$[M^0L^0T^0]$
\bar{C}	concentração mássica da alimentação codificada	$[M^0L^0T^0]$
CR	hidrociclone com rampa de alimentação	-
C_{Wa}	concentração mássica da alimentação	$[M^0L^0T^0]$
C_{Wo}	concentração mássica da corrente de <i>overflow</i>	$[M^0L^0T^0]$
C_{Wu}	concentração mássica da corrente de <i>underflow</i>	$[M^0L^0T^0]$
d_{50}	diâmetro de corte	$[M^0L^1T^0]$
d'_{50}	diâmetro de corte reduzido	$[M^0L^1T^0]$
D'	parâmetro do modelo de distribuição granulométrica RRB	$[M^0L^1T^0]$
D_c	diâmetro da parte cilíndrica do hidrociclone	$[M^0L^1T^0]$
D_i	diâmetro do duto de alimentação	$[M^0L^1T^0]$
D_o	diâmetro do <i>overflow</i>	$[M^0L^1T^0]$
D_u	diâmetro do <i>underflow</i>	$[M^0L^1T^0]$
G	curva de eficiência granulométrica	$[M^0L^0T^0]$
G'	curva de eficiência granulométrica reduzida	$[M^0L^0T^0]$
l	comprimento do <i>vortex finder</i>	$[M^0L^1T^0]$
L_c	comprimento do hidrociclone	$[M^0L^1T^0]$
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura	-
MH	mini-hidrociclone	-
n	parâmetro do modelo de distribuição granulométrica RRB	$[M^0L^0T^0]$
Q_a	vazão volumétrica da alimentação	$[M^0L^3T^{-1}]$
Q_o	vazão volumétrica da corrente de <i>overflow</i>	$[M^0L^3T^{-1}]$
Q_u	vazão volumétrica da corrente de <i>underflow</i>	$[M^0L^3T^{-1}]$
R_L	razão de líquido	$[M^0L^0T^0]$
SR	hidrociclone sem rampa de alimentação	-
UCR	Unidade de Coqueamento Retardado	-
W_a	vazão mássica da alimentação	$[M^1L^0T^{-1}]$
W_u	vazão mássica da corrente de <i>underflow</i>	$[M^1L^0T^{-1}]$
ρ	densidade real do material particulado	$[M^1L^{-3}T^0]$

ρ_a	densidade da alimentação	$[M^1L^{-3}T^0]$
ρ_{ap}	densidade aparente do material particulado	$[M^1L^{-3}T^0]$
$\rho_{líq}$	densidade do fluido	$[M^1L^{-3}T^0]$
ρ_o	densidade da corrente de <i>overflow</i>	$[M^1L^{-3}T^0]$
ρ_{sol}	densidade do sólido	$[M^1L^{-3}T^0]$
ρ_u	densidade da corrente de <i>underflow</i>	$[M^1L^{-3}T^0]$
θ	ângulo do tronco do hidrociclone	$[M^0L^0T^0]$
η	eficiência total	$[M^0L^0T^0]$
η'	eficiência total reduzida	$[M^0L^0T^0]$
ΔP	diferença de pressão do hidrociclone	$[M^1L^{-1}T^{-2}]$
$\overline{\Delta P}$	diferença de pressão do hidrociclone codificada	$[M^0L^0T^0]$

RESUMO

Nas Unidades de Coqueamento Retardado das refinarias, o processo de craqueamento térmico de resíduos resulta na formação de um produto final sólido denominado coque verde de petróleo, que é removido por meio de cortes causados por jatos de água em alta pressão. Estes cortes produzem uma ampla faixa granulométrica de sólidos, que vão desde partículas finas até pedras. O coque é separado da água para venda, e o restante da água com resíduos de sólidos, os finos de coque, é clarificada e reutilizada na refinaria. Este processo de separação geralmente acontece por decantação com um tempo de residência relativamente alto. Nos casos de aumento da capacidade das unidades, este processo deixa de ser eficiente, ocorrendo um aumento da concentração de finos de coque na água clarificada, e, conseqüentemente, gerando problemas de erosão e corrosão. Assim, é necessária a análise de alternativas para o processo de separação, e o estudo da aplicação de hidrociclones se destaca, uma vez que são equipamentos simples, de fácil operação e robustos, sendo amplamente utilizados na indústria. Isto posto, o presente trabalho teve como objetivo estudar a hidrociclonação como processo físico de separação de finos de coque da água. Para isto, o coque verde de petróleo foi caracterizado e dois hidrociclones não convencionais foram desenvolvidos para a realização dessa separação: os hidrociclones possuíam duas seções cônicas, e em um deles havia uma rampa de alimentação com inclinação de 11°. Avaliou-se, experimentalmente, o desempenho destes dois equipamentos juntamente com um terceiro hidrociclone convencional de menor tamanho. Um planejamento experimental fatorial (3^2) foi executado para cada hidrociclone, e a partir dos resultados, determinou-se modelos matemáticos empíricos capazes de descreverem a capacidade dos equipamentos, a eficiência total e a razão de líquido em função da concentração de sólidos da suspensão alimentada e da queda de pressão no equipamento. Verificou-se que os hidrociclones não convencionais propostos apresentaram maiores capacidades, razões de líquido e eficiências de separação do que o mini-hidrociclone convencional. As eficiências médias obtidas pelos dois hidrociclones foram superiores a 92%, enquanto que a eficiência no mini-hidrociclone foi de no máximo 89%. Relacionando os dois equipamentos propostos, verificou-se que a presença da rampa de alimentação promoveu uma redução na queda de pressão e um leve aumento na eficiência total de separação. Comparando os resultados obtidos com dados de separação de finos de coque por decantação, fornecidos pela refinaria, constatou-se neste estudo que em concentrações baixas os hidrociclones propostos são alternativas viáveis para clarificar a água, com a vantagem de maior capacidade de processamento da suspensão.

Palavras-chave: hidrociclone, coque de petróleo, planejamento de experimentos, separação sólido-líquido.

ABSTRACT

In the delayed coking process, a thermal cracking process of residues results in the formation of a solid final product called petroleum coke (or petcoke), which is removed through cuts caused by high-pressure water jets. These cuts produce a wide range of solids, ranging from fine particles to stones. The petcoke is separated from the water for sale, and the rest of the water with solid residues, the petcoke fines, is clarified and reused in the refinery. This separation process usually happens by sedimentation with a relatively high residence time. In cases where the capacity of the units is increased, this process is no longer efficient, causing an increase in the concentration of petcoke fines in the clarified water, and, consequently, generating erosion and corrosion problems. Thus, it is necessary to analyze alternatives for the separation process, and the study of the application of hydrocyclones stands out, since they are simple, easy-to-operate and robust equipments, being widely used in industry. That said, this work aimed to study hydrocycloning as a physical process for separating petcoke fines from water. For this, petroleum coke was characterized and two non-conventional hydrocyclones were developed to carry out this separation: the hydrocyclones had two conical sections, and in one of them there was a feed ramp with an 11° inclination. The performance of these two equipments together with a third smaller conventional hydrocyclone was evaluated experimentally. A factorial experimental design (3²) was performed for each hydrocyclone, and from the results, empirical mathematical models were developed, capable of describing the equipment capacity, the total efficiency and the split ratio as a function of the solids concentration of the fed suspension. and the pressure drop in the equipment. It was found that the proposed non-conventional hydrocyclones had higher capacities, split ratios and separation efficiencies than the conventional mini-hydrocyclone. The average efficiencies obtained by the two hydrocyclones were above 92%, while the efficiency in the mini-hydrocyclone was at most 89%. Relating the two proposed equipments, it was verified that the presence of the feed ramp promoted a reduction in the pressure drop and a slight increase in the total separation efficiency. Comparing the results obtained with data on the separation of petcoke fines by sedimentation, provided by the refinery, it was found in this study that at low concentrations the proposed hydrocyclones are viable alternatives to clarify the water, with the advantage of greater suspension processing capacity.

Keywords: hydrocyclone, petroleum coke, experiment design, solid-liquid separation.

1. INTRODUÇÃO

1.1. Justificativa

O processo de Coqueamento Retardado, utilizado em refinarias, trata-se de um processo de craqueamento térmico de resíduos (frações mais pesadas do petróleo) em que ocorre a máxima desidrogenação da carga (alimentação da unidade) e resulta na formação de um produto residual final sólido denominado coque.

O coque consiste em aproximadamente 88% em peso de carbono e possui teores de hidrocarbonetos pesados residuais integrantes da estrutura, umidade residual e outros contaminantes na ordem de ppm. O coque é formado dentro de reatores em uma “pedra” única e é cortado e removido por jatos de água em alta pressão. Estes cortes produzem uma ampla faixa granulométrica de sólidos.

A água é abundantemente usada para o resfriamento e corte do coque e após o processo, é reutilizada, visto que as partículas de coque são totalmente insolúveis. O coque é então, separado para a venda com um baixo teor de umidade e as partículas pequenas ficam em suspensão na água, necessitando serem removidas para a reutilização da água.

Este processo de separação geralmente se dá por decantação, separação por ação da gravidade, em uma série de compartimentos de concreto, denominados piscinas. A água com finos de coque percorre um caminho tortuoso (*maze*) em direção ao último compartimento, do qual é bombeada para um tanque de armazenamento denominado “tanque de água clarificada”. Neste tanque, onde há um tempo de residência relativamente elevado, as partículas ainda sedimentam e são periodicamente removidas do fundo por drenagem. Nas piscinas, as partículas sedimentadas no fundo são removidas periodicamente por caçambas de ponte rolante.

A água presente no tanque de água clarificada pode ser bombeada para o resfriamento dos reatores ou para o corte do coque por bombas dedicadas. Em caso de aumento da capacidade das unidades de coqueamento, as piscinas acabam ficando subdimensionadas e a separação deixa de ser eficiente. Conseqüentemente, ocorre um aumento na concentração de “finos de coque” em suspensão, o que leva a problemas de erosão e de corrosão que geram custos e manutenção nas refinarias. Assim, é necessário redimensionar as piscinas ou propor processos de separação mais eficientes.

Assim, o estudo da aplicação de hidrociclones se destaca, por se tratarem de equipamentos simples, de fácil operação e consagrados na separação de sólidos. Estes equipamentos são capazes de atingir elevadas eficiências de separação, e são aplicados industrialmente em materiais particulados com diversas granulometrias. A alta versatilidade do equipamento, juntamente com sua robustez comprovada por décadas de estudo, faz com que seja aplicado nos mais variados processos de separação, citando processos de espessamento, fracionamento, classificação seletiva, concentração de sólidos e recuperação de líquidos (SILVA, 2019).

Na literatura há uma escassez em relação à disponibilidade de estudos sobre a separação de coque verde de petróleo da água por meio de processos físicos; no caso específico da aplicação de hidrociclones, a falta de estudos se torna ainda mais acentuada. Sendo assim, este trabalho, além de propor uma alternativa eficiente para a separação do coque, também busca ampliar os horizontes acadêmicos acerca deste tópico.

1.2. Objetivos

Tendo em vista os tópicos mencionados, o foco principal deste trabalho foi estudar a hidrociclonação como processo físico de separação de finos de coque da água. Como objetivos específicos, tem-se:

- Realizar uma caracterização física do coque verde de petróleo, fornecido pela Refinaria de Paulínia, da Petrobras;
- Por meio da hidrociclonação, clarificar a água presente na suspensão com finos de coque, buscando atingir uma determinada concentração máxima de sólidos presentes na água clarificada que seja igual ou inferior à concentração obtida pelo processo de decantação utilizado na refinaria (cerca de 0,05% em peso);
- Analisar a influência de modificações geométricas não usuais no desempenho de um hidrociclone aplicado a separação sólido-líquido, por meio de um estudo estatístico, utilizando um planejamento fatorial 3^2 , no qual foram avaliadas as influências da concentração da suspensão alimentada e da queda de pressão sobre o equipamento. Além disso, comparar estes resultados com outros dados obtidos por um hidrociclone convencional de menor tamanho, utilizando o mesmo planejamento fatorial 3^2 ;
- Propor modelos matemáticos empíricos para a previsão das principais respostas de interesse no processo de hidrociclonação: capacidade de processamento, razão de líquido e eficiência de separação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção é apresentada uma revisão bibliográfica a respeito dos conhecimentos e conceitos importantes relacionados ao coque verde de petróleo e ao estudo de hidrociclones para a separação sólido-líquido.

2.1. Unidade de Coqueamento Retardado

As primeiras refinarias que produziram coque surgiram no noroeste da Pensilvânia, na década de 1860. Nestas unidades primitivas de destilação, o petróleo era fervido em pequenos vasos aquecidos por uma fornalha abastecida por lenha e carvão para obtenção do querosene iluminante. Logo após o resfriamento, o coque era removido manualmente pelos trabalhadores da refinaria (BORGES, 2016).

Uma evolução deste processo ocorreu na década de 1880, na qual a utilização de vasos horizontais permitiu a obtenção de outras frações de destilados, sendo o coque a primeira fração depositada. Estes vasos, também denominados de “destiladores” horizontais, recebiam calor por meio da queima do carvão e do próprio coque produzido (ELLIS; PAUL, 1998).

Na década de 1920, foram introduzidos ao processo de obtenção de coque um forno tubular, responsável para aquecer o petróleo, e uma torre de destilação. O resíduo dos produtos gerados na torre era carregado em tanques horizontais, permitindo produzir um volume maior de gasóleo. No entanto, o processo de descoqueamento (remoção do coque das torres) ainda era manual (ELLIS; PAUL, 1998).

A ideia da utilização de forno tubular junto com uma torre de destilação foi precursora para a construção da primeira Unidade de Coqueamento Retardado (UCR) pela companhia *Standard Oil* em Indiana, Estados Unidos, no ano de 1929 (ELLIS; PAUL, 1998). Desde então, o número de Unidades de Coqueamento Retardado cresceu rapidamente.

Hoje em dia, três processos são os mais utilizados para ampliar a rentabilidade das refinarias em relação a conversão de resíduos pesados em derivados leves e coque: Coqueamento Retardado, Coqueamento em Leito Fluidizado e Coqueamento em Leito fluido com Gaseificação. A Petrobras possui apenas unidades de Coqueamento Retardado em suas refinarias, uma vez que este processo se provou robusto, por ser amplamente utilizado pelas

indústrias em geral, sofrendo pouca mutação no decorrer das últimas décadas (LAPA, 2010; SPEIGHT, 1999).

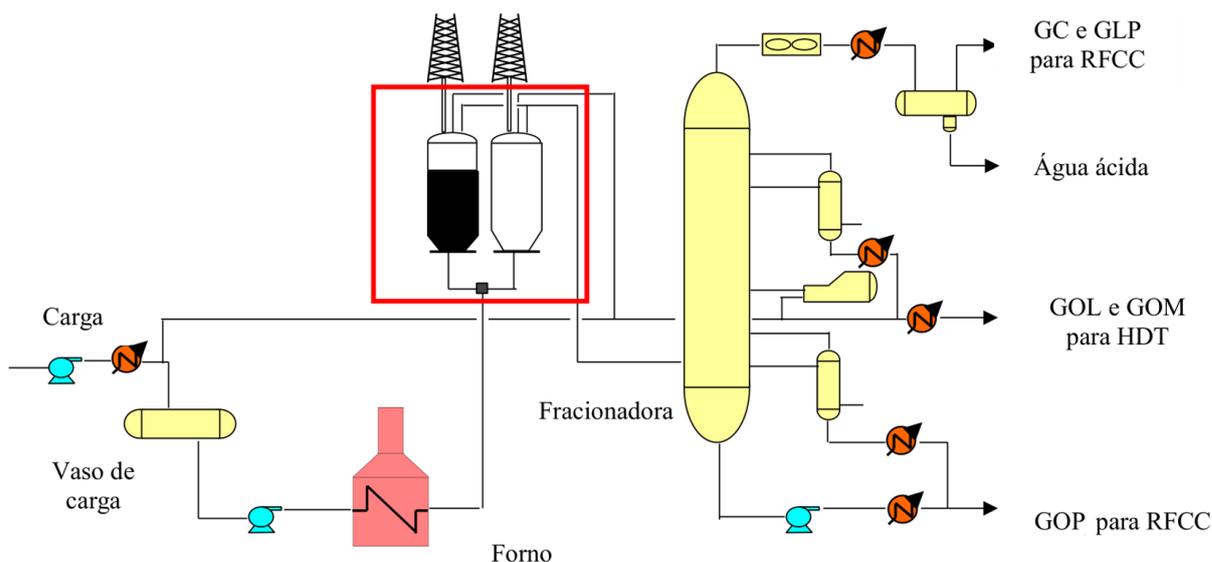
As principais vantagens do processo de Coqueamento Retardado são (LIMA, 2012):

- aumento da produção de óleo diesel;
- aumento da conversão de petróleos pesados;
- aumento da margem de refino das refinarias.

Quando comparada com outras unidades de uma refinaria, a característica mais marcante e importante de uma Unidade de Coqueamento Retardado é sua propriedade cíclica: em relação a alimentação da carga na unidade, o processo é contínuo. No entanto, justamente pela formação de coque no interior dos tambores, é necessário a operação em batelada para removê-los de forma manual (MELO, 2010b).

A Figura 2.1 mostra um esquema simplificado do processo de Coqueamento Retardado. A carga do resíduo de vácuo segue para a torre fracionadora (também conhecida como torre combinada); a seção inferior da torre atua como um vaso que acumula a carga destinada ao forno de coqueamento, e também como uma região onde ocorre a troca térmica entre o vapor de topo do reator e o resíduo de vácuo (BORGES, 2016). A fração condensada da corrente de topo do reator é denominada de reciclo (GARY *et al.*, 2007).

A alimentação da Unidade de Coqueamento Retardado é comumente originada da unidade de destilação a vácuo, entrando aquecida a uma temperatura de 300 a 350 °C. Esta carga vai para a base da torre fracionadora, onde é misturada com cargas procedentes de tambores de coqueamento. O objetivo principal da torre fracionadora é separar o efluente do tambor de coque. Os produtos normalmente encontrados são o gasóleo leve (GOL), gasóleo médio (GOM), gasóleo pesado (GOP), gasóleo extra-pesado, nafta, gás liquefeito de petróleo e o gás combustível.



* GC- Gás combustível, GLP- Gás liquefeito do petróleo, GOL-Gasóleo leve, GOM- Gasóleo médio, HDT- Unidade de hidrotreatamento, GOP- Gasóleo pesado, RFCC- Craqueamento catalítico de resíduos.

Figura 2.1 - Unidade de Coqueamento Retardado. Adaptado de um relatório da Replan.

2.2. Coque verde de petróleo

O coque é um derivado do petróleo com alto teor de carbono (LAPA, 2010). Ele é o único derivado obtido no refino do petróleo que durante o processo fica em estado sólido, e sua obtenção depende diretamente do processo de coqueamento, da fração do petróleo utilizada e das condições operacionais, principalmente da pressão e da temperatura (GARY *et al.*, 2007). Possui uma coloração escura e é formado pela decomposição térmica e polimerização dos hidrocarbonetos líquidos pesados provenientes do óleo cru (MÉNDEZ, 2005).

Inicialmente, as refinarias consideravam o coque apenas como o resultado indesejado do processo, e sua presença significava exclusivamente perda de matéria-prima e perda de tempo, uma vez que era necessário interromper o processo para a limpeza dos equipamentos. Assim, o coque era descartado frequentemente no meio ambiente, o que é extremamente inadequado (MALAQUIAS, 2019). Este produto era descartado com outras frações do petróleo que atualmente são consideradas mais valiosas, mas na época não eram capazes de possuir aplicações econômicas viáveis ou conhecidas.

Posteriormente, principalmente devido suas características de elevado teor de carbono e baixo teor de cinza, o coque veio a se destacar em diversas áreas industriais. Hoje em dia, o coque verde de petróleo é o aditivo mais utilizado em misturas de carvões de coqueificação.

Inicialmente, o coque forma-se como um material de carbono não grafítico, e pode ser calcinado ou mesmo grafitado para um elevado grau de grafitação (MALAQUIAS, 2019). Durante o processo de pirólise de frações de hidrocarbonetos, que ocorre em temperaturas inferiores a 900 K, o coque verde é formado, podendo ser de alcatrão de hulha ou de petróleo (FITZER *et al.*, 1995).

O coque de petróleo pode ser encontrado nas seguintes formas (CONCAWE, 1993):

- Coque verde: produto que possui alto teor de hidrocarbonetos residuais. É o produto imediato do processo semi-contínuo de coqueamento denominado de processo retardado (Seção 2.1);
- Coque calcinado: deriva do coque verde. Nele, os hidrocarbonetos já foram removidos por aquecimento (temperaturas acima de 1200 °C). Neste procedimento, o óleo residual é praticamente removido por completo, sendo o produto final constituído por carbono, com resíduos de enxofre e metais;
- Coque de processo fluido: proveniente do processo contínuo de coqueamento em assento fluidificado;
- Flexicoque: parecido com o coque de processo fluido, mas possui menor teor de volátil e grãos mais finos.

Este produto pode ser utilizado como combustível em diversas aplicações, sendo útil para a queima em caldeiras e fornos, sozinho ou em conjunto com o carvão. As refinarias utilizam parte do coque produzido nas próprias unidades, utilizando-o para a geração de calor e de vapor de alta pressão.

O coque é largamente aplicado em setores de fabricação de cimento, indústria siderúrgica, e na fabricação de alumínio e titânio. Cada um destes setores exige que o produto possua características adequadas para ser aplicado nos respectivos processos. A Tabela 2.1 apresenta os requerimentos básicos que alguns mercados exigem do coque para aplicá-lo em seus processos.

Tabela 2.1 - Requerimentos para o coque em relação a aplicação. Adaptado de Gary *et al.* (2007) e Lapa (2010).

Aplicação	Mercado	Característica Requerida
Calcinação	Alumínio e Titânio	Material volátil (12% máx.)
		Teor de metais baixo Teor de enxofre baixo
Siderurgia (reductor de ferro)	Ferro-Gusa e Ferro Ligas	Teor de carbono fixo alto Teor de metais baixo
		Granulometria acima de 25 mm
Siderurgia integrada (mistura carvão)	Grandes Siderúrgicas	Teor de enxofre baixo Teor de carbono fixo alto
Fundição (mistura carvão)	Fundição	Teor de enxofre baixo
		Teor de carbono fixo alto
Combustível	Cimento, Geração de energia	Alto poder calorífico

A Figura 2.2 apresenta o coque verde de petróleo. Como mencionado anteriormente, o coque produzido diretamente por uma unidade de coqueamento é classificado como coque verde de petróleo: é justamente o coque gerado pela unidade sem passar por nenhum tipo de tratamento. O coque verde possui uma porcentagem de hidrocarbonetos denominados de material volátil; este material é composto por moléculas que, durante o processo de coqueamento, não foram totalmente carbonizadas (GARY *et al.*, 2007). Este teor de material volátil indica diretamente o poder calorífico disponível para a queima, e, sendo assim, determina o seu uso em certas aplicações e também determina como o produto deve ser armazenado (LAPA, 2010).



Figura 2.2 - Coque verde de petróleo.

Fonte: Petrobras.

O coque verde de petróleo brasileiro se destaca por possuir um baixo teor de enxofre, geralmente inferior a 1% em massa. Esta baixa porcentagem é atingida em consequência do processamento dos petróleos usados pela Petrobras (LIRA, 2013). A Tabela 2.2 apresenta algumas propriedades típicas do coque verde de petróleo.

Tabela 2.2 - Propriedades típicas do coque verde de petróleo (BIRGHILA; POPOVICI, 2013; COMMANDRÉ; SALVADOR, 2005; MALAQUIAS, 2019).

Propriedade	Valor médio
Umidade	< 0,28 %
Carbono fixo	86,0% - 92,0%
Material volátil	8,0% - 15,0%
Teor de cinzas	0,3% - 0,5%
Teor de enxofre	≈ 0,67%
Teor de fósforo	≈ 0,0011%
Poder calorífico inferior	≈ 8200 kcal/kg
Poder calorífico superior	≈ 8700 kcal/kg

2.3. Clarificação da água utilizada nas Unidades de Coqueamento Retardado

Durante o processo de Coqueamento Retardado, o coque é formado dentro dos reatores em forma de uma “pedra única”, aderido às paredes dos tambores, e comumente é removido por meio de cortes feitos com jatos de água em alta pressão. Neste processo, uma ampla faixa de tamanho dos sólidos é formada, variando de frações do tipo “pó” até pedras 20 cm. Naturalmente, nesta etapa, uma enorme quantidade de água é utilizada para este fim, além de também ser usada para o resfriamento do coque.

O coque cortado e carregado pela água é separado para posterior venda com um baixo teor de umidade, e esta água, agora sem a presença de sólidos, é reutilizada nos processos de remoção e resfriamento do coque nos tambores. Para a remoção das partículas mais finas – denominados de finos de coque – da água, utiliza-se geralmente um processo de separação por gravidade.

A água com finos de coque é enviada para uma série de compartimentos de concreto, chamados de piscinas. Nestes compartimentos, a suspensão percorre um caminho tortuoso, em

forma de labirinto, enquanto flui em direção ao último compartimento. Neste último compartimento, a água estará com a menor concentração de finos de coque, e é então bombeada para um tanque de armazenamento denominado de “Tanque de água clarificada”. Neste tanque, onde há um tempo de residência relativamente grande, as partículas ainda sedimentam e são periodicamente removidas do fundo por drenagem. Nas piscinas, as partículas sedimentadas no fundo são removidas por caçambas de ponte rolante.

Como mencionado, a água presente no tanque de água clarificada é bombeada para o resfriamento dos reatores ou para o corte do coque, por meio de bombas dedicadas. Frequentemente, problemas de erosão e de corrosão são reportados e geram custos elevados devido a necessidade de parada da unidade para a sua manutenção.

Além deste problema econômico gerado pela ineficiente separação de finos de coque, há ainda um outro. Com o aumento da capacidade das unidades, as piscinas ficam subdimensionadas, e a separação se torna ainda menos eficiente, aumentando a concentração de sólidos na suspensão.

Em vista destas dificuldades e elevados custos, surge a demanda de estudar e analisar alternativas para a separação de finos de coque. Naturalmente, os hidrociclones surgem como uma alternativa viável, uma vez que provaram ser equipamentos eficazes, simples e robustos em diversas aplicações acadêmicas e industriais. No caso específico da separação de finos de coque, a quantidade de estudos na literatura é praticamente inexistente, com exceção do trabalho de Li *et al.* (2021), que bem recentemente, estudaram a aplicação de hidrociclones de diâmetro característico de 3,5 cm na separação de finos de coque. No estudo experimental, os autores obtiveram uma eficiência de separação em torno de 90%, e verificaram que a hidrociclonagem é uma alternativa efetiva para a clarificação da água contendo finos de coque.

2.4. Hidrociclones

Hidrociclones ou ciclones hidráulicos são ciclones projetados e construídos para operar com líquidos. São dispositivos amplamente utilizados na separação sólido-líquido e líquido-líquido, e encontram-se vastamente presentes em aplicações industriais nas áreas de mineração, petroquímica e alimentos (BRADLEY, 1965; NAPIER-MUNN; WILLS, 2005). São equipamentos versáteis, com estrutura simples, e possuem tamanho inferior, baixo consumo

energético e custo com manutenção quando comparado com equipamentos de mesma finalidade, como centrífugas, membranas e filtros (CHU *et al.*, 2002). Das aplicações de hidrociclones, destacam-se sua utilização nos processos de classificação, clarificação, deslamagem e descontaminação de sólidos (KELLY; SPOTTISWOOD, 1982).

Svarovsky (2000) apresentou as seguintes desvantagens sobre as aplicações de hidrociclones: após sua instalação e operação, o hidrociclone se torna um equipamento inflexível devido a sua alta sensibilidade a variação na vazão e concentração de alimentação; são suscetíveis a abrasão; existem limitações quanto a sua capacidade de concentração e clarificação; e as intensas tensões cisalhantes no interior do equipamento impedem a floculação de sólidos.

2.4.1. Funcionamento de um hidrociclone

Em processos de hidrociclonagem, o princípio básico de separação consiste na sedimentação centrífuga, na qual as partículas no interior do equipamento estão sujeitas à uma aceleração centrífuga que as separa do fluido (SILVA, 2019). Diferente de outros equipamentos, o hidrociclone não apresenta partes móveis, e o *vortex* formado é causado pelo próprio movimento do fluido, devido a entrada tangencial presente no equipamento (SVAROVSKY, 2000).

A geometria convencional de um hidrociclone consiste, basicamente, de uma região cilíndrica conectada a uma parte cônica. A parte cônica converge para um orifício inferior no equipamento, denominado *underflow*. A suspensão de interesse é injetada no equipamento por meio de um duto conectado tangencialmente no topo da região cilíndrica. Também, nesta região cilíndrica, há um duto denominado *vortex finder*, e sua saída superior é chamada de *overflow*. Na Figura 2.3 é apresentado um esquema da geometria de um hidrociclone convencional.

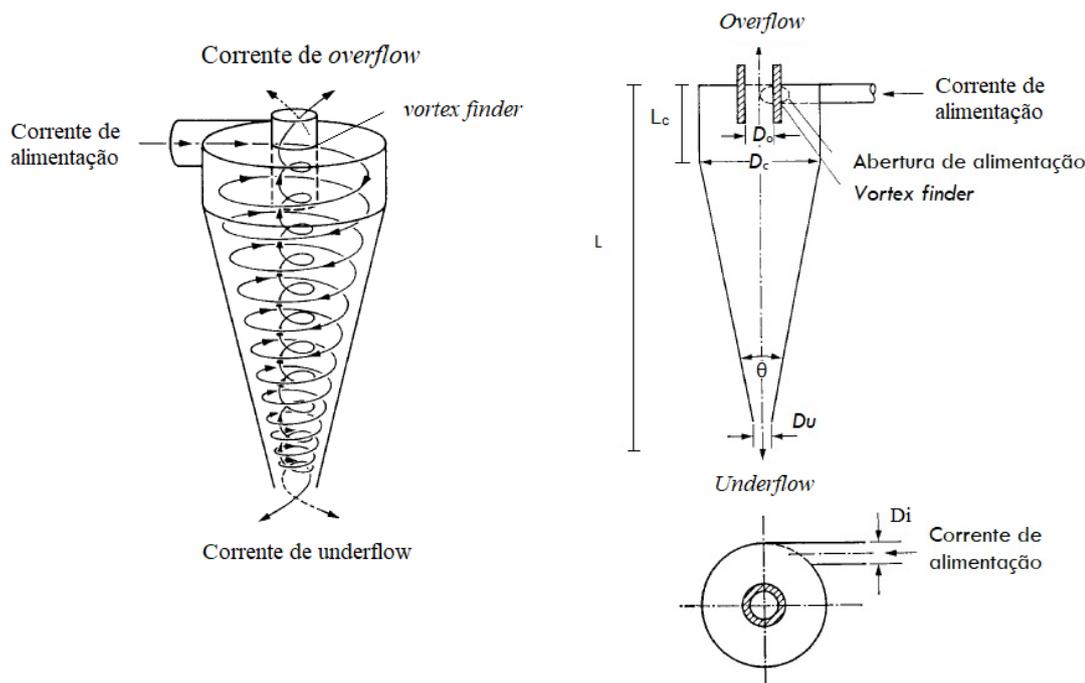


Figura 2.3 - Esquema básico de um hidrociclone convencional. Adaptado de Bradley (1965).

Os hidrociclones promovem a separação, seja entre sólido e líquido, ou até mesmo entre líquido e líquido, por meio da ação de um campo centrífugo. Uma suspensão alimentada tangencialmente no topo do equipamento, com uma pressão elevada, é induzida, devido às restrições geométricas do equipamento, a um movimento rotacional ao longo de sua trajetória. Esse movimento causa acelerações centrífugas nas partículas presentes, fazendo-as moverem-se em direção à parede do equipamento (SVAROVSKY, 1984).

Em termos da fluidodinâmica no interior do equipamento, a geometria do hidrociclone cria uma combinação do escoamento em forma de redemoinho, que junto com a diferença de densidade entre as fases, faz com que a fase dispersa se separe da fase contínua. Parte da suspensão que contém a fração de finos (fase menos densa) migra para o eixo do hidrociclone, no qual o gradiente de pressão reverso a direciona para o exterior por meio do *overflow*. A parte restante do líquido, a parte da suspensão contendo as partículas mais grossas (ou densas) migra em direção à parede e deixa o equipamento por meio do *underflow* (ALDRICH, 2015).

Ao contrário da construção de um hidrociclone, o escoamento em seu interior não é simples; trata-se de um fenômeno complexo, altamente turbulento e tridimensional, e que não pode ser descrito em plenitude pelos modelos matemáticos existentes, especialmente quando se leva em consideração efeitos de forma e tamanho das partículas presentes na suspensão

(KASHIWAYA *et al.*, 2012; SCHUBERT, 2010; SRIPRIYA *et al.*, 2007). Vários autores realizaram estudos sobre hidrociclones, tentando descrever de modo qualitativo os fenômenos de escoamento; destes trabalhos, destacam-se as obras embrionárias de Bradley (1965) e as de Svarovsky (1984).

No interior do hidrociclone, a velocidade de escoamento do fluido pode ser dividida em três componentes: axial, radial e tangencial, que podem ser analisadas individualmente. A alimentação injetada tangencialmente em alta velocidade, com certa energia de pressão, se move para baixo na parede, gerando o movimento de vórtice helicoidal descendente; no campo centrífugo, devido ao equilíbrio de forças centrífugas e de arrastes atuantes na direção radial, as partículas se movem em relação ao fluido, acarretando na classificação das mesmas (SILVA, 2012). A magnitude das componentes das velocidades aumenta de acordo com que o fluido adentra a parte cônica, uma vez que a área seção disponível para o escoamento vai reduzindo. Das componentes da velocidade, é a velocidade tangencial que chama mais atenção devido sua relação com a pressão no interior do equipamento: de acordo com os estudos de Nascimento (2008), a pressão estática aumenta radialmente devido ao escoamento turbilhonar nos hidrociclones; este efeito é o que mais contribui à queda total de pressão durante a operação de um hidrociclone, e é determinado principalmente pela distribuição da velocidade tangencial no escoamento.

Na Figura 2.4 é apresentada um esquema das forças atuantes em uma partícula no interior do hidrociclone. Como mencionado, a força centrífuga, desenvolvida pelo movimento helicoidal e que acelera a sedimentação das partículas na direção radial, é responsável pela classificação devido a densidade, ao tamanho e a forma das mesmas (MURTHY; BHASKAR, 2012)

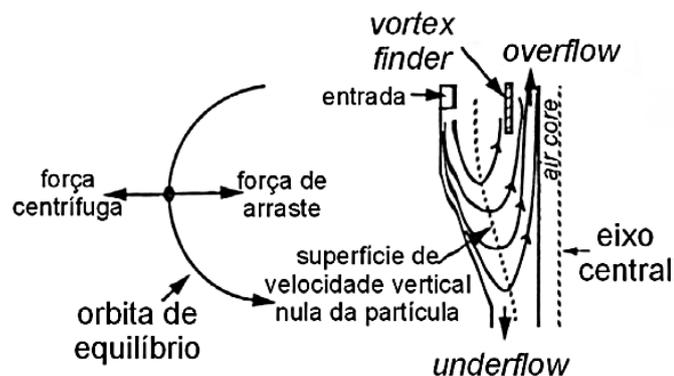


Figura 2.4 - Forças atuantes sobre uma partícula em um hidrociclone (MOGNON, 2015).

2.4.2. As famílias de hidrociclones

Após décadas de estudos feitos sobre as relações geométricas em hidrociclones, a literatura dispõe-se de um grande acervo de dados. Tendo em mente um processo específico de separação, pode-se utilizar estas informações com o propósito de selecionar uma geometria para obter um desempenho desejado (BICALHO, 2011).

A partir destes estudos, geometrias foram desenvolvidas e se tornaram amplamente conhecidas no meio acadêmico e científico; estes grupos de hidrociclones apresentam proporções fixas, geralmente em relação ao diâmetro da parte cilíndrica (diâmetro característico), e são denominados de “famílias” de hidrociclones. Estas categorias são comumente utilizadas como referências em novos projetos ou otimizações em aplicações específicas (MOGNON, 2015). Algumas das mais conhecidas famílias são apresentadas na Tabela 2.3, na qual as variáveis D_c , D_i , D_o , L_c , l e θ representam os diâmetros da parte cilíndrica, da alimentação, do *overflow*; o comprimento do equipamento, a comprimento do *vortex finder* e o ângulo da parte cônica, respectivamente. Destas, destacam-se as famílias clássicas Rietema e Bradley, que por serem mais antigas, foram estudadas extensivamente em processos distintos. As diferenças geométricas entre as famílias de hidrociclones fornecem alta versatilidade ao equipamento, uma vez que estas mesmas diferenças impactam significativamente na capacidade e na eficiência de separação.

Tabela 2.3 - Relações geométricas referentes a algumas famílias clássicas de hidrociclones (CRUZ, 2008; SVAROVSKY, 1984; VIEIRA, 2006).

Família	Proporções Geométricas				
	D_i/D_c	D_o/D_c	L_c/D_c	l/D_c	θ
Rietema	0,280	0,340	0,400	5,00	20°
Bradley	0,133	0,200	0,330	6,85	9°
Mozley I	0,154	0,214	0,570	7,43	6°
Mozley II	0,160	0,250	0,570	7,71	6°
Warman	0,290	0,200	0,310	4,00	15 ^a
Klone	0,175	0,250	0,920	5,60	10°
AKW	0,200	0,320	0,800	6,24	15°
Demco I	0,217	0,500	1,000	4,70	25°
Demco II	0,244	0,313	0,833	3,90	20°
RW 2515	0,200	0,320	0,800	6,24	15°
Krebs	0,267	0,159	-	5,87	12,7°
Derrick	0,242	0,353	1,090	5,76	28° e 17°

2.4.3. Variáveis relevantes no projeto e na operação de hidrociclones

Nos processos de hidrociclonagem, algumas variáveis que abstraem e sintetizam informações são de enorme interesse, uma vez que facilitam a tomada de decisões por parte do projetista. São apresentadas algumas dessas variáveis, que são utilizadas amplamente tanto na indústria quanto na academia, a seguir.

2.4.3.1. Concentração mássica

O conhecimento das concentrações mássicas forma a base para a estimativa de outras variáveis, principalmente para o cálculo da eficiência de separação do hidrociclone. As concentrações mássicas para as correntes da alimentação, do *underflow* e do *overflow* são facilmente determinadas por métodos gravimétricos e a partir das Equações (2.1), (2.2) e (2.3).

$$C_{w_a} = \frac{W_{s_a}}{W_a} \quad (2.1)$$

$$C_{w_u} = \frac{W_{s_u}}{W_u} \quad (2.2)$$

$$C_{w_o} = \frac{W_{s_o}}{W_o} \quad (2.3)$$

sendo C_w a concentração mássica de sólidos, W_s a taxa mássica de sólidos, W a taxa mássica da mistura sólido-líquido e os subscritos a , u e o referentes as correntes de alimentação, *underflow* e *overflow*, respectivamente.

2.4.3.2. Vazão volumétrica

As vazões volumétricas de cada corrente podem ser estimadas a partir da vazão mássica e da densidade da corrente. As vazões volumétricas das correntes da alimentação (Q_a), do *underflow* (Q_u) do *overflow* (Q_o) são descritas pelas Equações (2.4), (2.5) e (2.6), respectivamente.

$$Q_a = \frac{W_a}{\rho_a} \quad (2.4)$$

$$Q_u = \frac{W_u}{\rho_u} \quad (2.5)$$

$$Q_o = \frac{W_o}{\rho_o} \quad (2.6)$$

sendo ρ a densidade da respectiva corrente indicada pelo subscrito. Essas densidades podem ser calculadas por meio da Equações (2.7), (2.8) e (2.9).

$$\rho_a = \frac{\rho_{liq}}{1 + Cw_a \left(\frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} - 1 \right)} \quad (2.7)$$

$$\rho_u = \frac{\rho_{liq}}{1 + Cw_u \left(\frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} - 1 \right)} \quad (2.8)$$

$$\rho_o = \frac{\rho_{liq}}{1 + Cw_o \left(\frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} - 1 \right)} \quad (2.9)$$

2.4.3.3. Razão de líquido

A razão de líquido (R_L) é definida como a razão entre a quantidade de líquido direcionada ao *underflow* e a quantidade total de líquido alimentada ao hidrociclone. É expressa matematicamente pela Equação (2.10). Esta razão é de interesse pois, durante sua operação, o hidrociclone age como um divisor de correntes, similar a uma conexão “T” em tubulações; este fenômeno é comumente denominado *efeito “T”* e está diretamente relacionado com a razão de líquido.

$$R_L = \frac{W_u(1 - Cw_u)}{W_a(1 - Cw_a)} \quad (2.10)$$

Uma razão de líquido elevada significa que uma maior quantidade de fluido está sendo direcionada para a corrente de *underflow* e, conseqüentemente, uma maior quantidade de sólidos está presente nesta corrente. Este caso específico é de interesse, por exemplo, em situações onde o objetivo do processo de hidrociclonagem é a clarificação da corrente de *overflow*.

2.4.3.4. Eficiência total

A eficiência total de separação (η) leva em consideração todos os sólidos coletados na corrente de *underflow*, não tendo interesse no modo como o hidrociclone separa as partículas, isto é, independente se a separação é causada pela atuação do campo centrífugo ou pelo arraste do líquido (*efeito "T"*) (SILVA, 2012). Pode ser calculada pela razão entre a vazão mássica de sólidos na corrente de *underflow* e a vazão mássica de sólidos na corrente da alimentação. Uma expressão matemática para sua obtenção é apresentada na Equação (2.11).

$$\eta = \frac{C_{W_u} \cdot W_u}{C_{W_a} \cdot W_a} \quad (2.11)$$

2.4.3.5. Eficiência total reduzida

Em certas ocasiões operacionais e configurações de hidrociclones, nas quais os valores de razão de líquido são altos, a eficiência total de separação é incapaz de estimar, de modo satisfatório, a capacidade de separação do equipamento pelo campo centrífugo. Nestes casos, a eficiência total reduzida (η') se destaca.

Ao contrário da definição anterior de eficiência, a eficiência total reduzida considera todos os sólidos coletados no *underflow* unicamente devido o efeito do campo centrífugo (CHU *et al.*, 2002); isto é, desconsidera-se completamente a divisão de fluxo pelo *efeito "T"*. A eficiência total reduzida é obtida por meio da Equação (2.12).

$$\eta' = \frac{\eta - R_L}{1 - R_L} \quad (2.12)$$

2.4.3.6. Eficiência granulométrica

Nos estudos de processos de separação de sólidos, é de interesse especial o conhecimento das eficiências individuais, ou seja, a eficiência relacionada para cada diâmetro específico da partícula. Geralmente, estes pares são expressos graficamente pela a curva de eficiência granulométrica, $G(d_p)$. Esta curva, que também pode ser chamada de outros nomes,

como curva de partição, curva de desempenho ou curva de Tromp, relaciona a fração de material com um determinado diâmetro (d_p) que é alimentado ao sistema e é direcionado a corrente dos grossos, com sua eficiência de coleta; no caso do processo de hidrociclonagem, a corrente dos grossos é a corrente de *underflow*. Quando deseja-se chamar a atenção para a corrente de finos, o que é usualmente o caso, expressa-se a curva de eficiência granulométrica em escala logarítmica (MOGNON, 2015). Na Figura 2.5 é apresentada uma típica curva de eficiência granulométrica.

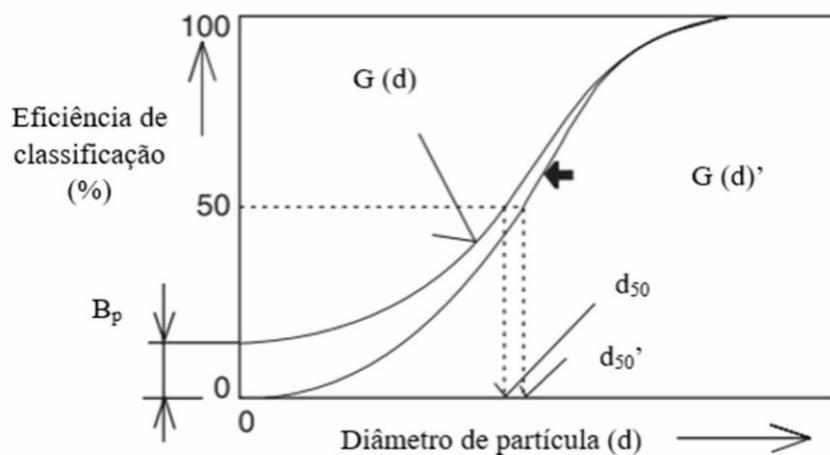


Figura 2.5 - Típica curva de eficiência granulométrica. Adaptado de Svarovsky (1984).

Considerando a distribuição de tamanhos das partículas na suspensão, a eficiência granulométrica pode ser relacionada com a eficiência total (Seção 2.4.3.4) e com a variação dos tamanhos de partículas após passar pelo hidrociclone, e é calculada por meio do produto da eficiência total pela relação entre a distribuição de frequência das partículas de correntes de *underflow* pela corrente da alimentação (SILVA, 2012). Esta relação é expressa matematicamente pela Equação (2.13).

$$G(d_p) = \eta \frac{\frac{dX_u}{d(d_p)}}{\frac{dX_a}{d(d_p)}} \quad (2.13)$$

Na Equação (2.13), os termos X_u e X_a representam, respectivamente, as distribuições de tamanho cumulativas das partículas presentes na corrente de *underflow* e na corrente de alimentação, e são funções do diâmetro da partícula, d_p . As derivadas dessas funções fornecem a curva de distribuição granulométrica, que é obtida experimentalmente por meio de análises granulométricas dos sólidos de cada corrente (SVAROVSKY, 2000).

Observa-se, por meio da Figura 2.5, que a típica curva de eficiência granulométrica possui um formato tipo “S”. Mas em certas ocasiões, a taxa de recuperação das partículas finas na corrente de *underflow* pode aumentar com o decréscimo do tamanho da partícula, a partir de um tamanho crítico; este evento é comumente denominado *efeito fish-hook*, e causa uma inflexão na curva de eficiência granulométrica (SILVA, 2012). O trabalho de Nageswararao (2000) abordou a origem, evolução e aceite do efeito *fish-hook* no meio acadêmico, e constatou que o entendimento deste fenômeno estava longe de ser completo. A natureza esporádica do acontecimento deste fenômeno gerava fortes discussões científicas, contando até com autores que duvidavam da confiabilidade deste fenômeno e desprezavam-no completamente. A Figura 2.6 apresenta a presença do efeito *fish-hook* na curva de eficiência.

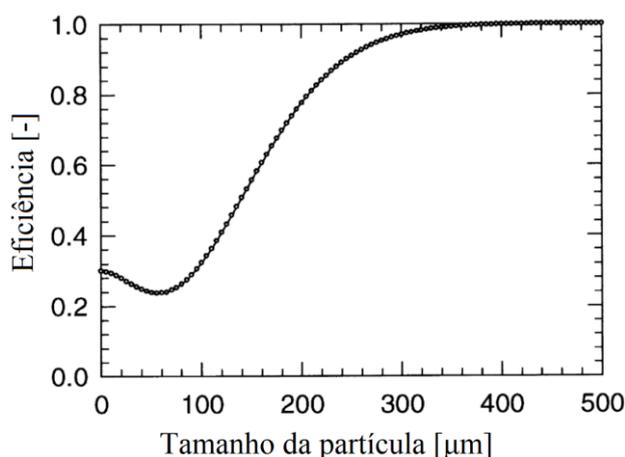


Figura 2.6 - Efeito *fish-hook* na curva de eficiência granulométrica. Adaptado de Nageswararao (2000).

2.4.3.7. Eficiência granulométrica reduzida

Como a separação em hidrociclones produz uma corrente de grossos que contém uma carga de líquido elevada, a eficiência para partículas com diâmetro próximo de zero não será

nula; isto faz com que a curva de eficiência granulométrica forme uma assíntota, em um valor específico, na região de menor diâmetro. Este valor específico é usualmente referido como *by-pass* (B_p) (PASQUIER; CILLIERS, 2000). Assim, é de interesse a utilização de uma outra curva que corrija este efeito, e conseqüentemente reduza a assíntota na região das partículas finas.

Análoga a eficiência total reduzida, a curva eficiência granulométrica reduzida, $G'(d_p)$, também conhecida como curva eficiência granulométrica corrigida, desconsidera o efeito do *by-pass*, ou seja, apenas considera a atuação do campo centrífugo, e pode ser observada juntamente com a curva $G(d_p)$ na Figura 2.5. Esta variável pode ser obtida por meio da Equação (2.14).

$$G'(d_p) = \frac{G(d_p) - B_p}{1 - B_p} \quad (2.14)$$

Sendo assim, a estimativa do parâmetro B_p é importante para reduzir a assíntota na região das partículas finas na curva de eficiência granulométrica em um hidrociclone. Alguns autores (BRAUN; BOHNET, 1990; CILLIERS; HARRISON, 1997; FLINTOFF; PLITT; TURAK, 1987; SVAROVSKY, 2000) afirmaram que seu valor geralmente equivale a razão de líquido (Seção 2.4.3.3), uma vez que as partículas finas acompanham o escoamento do líquido e são separadas de acordo. Assumindo que esta seja uma consideração válida, isto é, $B_p = R_L$, a Equação (2.14) se torna a Equação (2.15).

$$G'(d_p) = \frac{G(d_p) - R_L}{1 - R_L} \quad (2.15)$$

Vale ressaltar que existem discordâncias entre autores em respeito da veracidade dessa suposição. Austin e Klimpel (1981) criticaram essa abordagem, contestando experimentalmente que não há relação algum entre o *by-pass* e a razão de líquido. No entanto, em condições operacionais de baixa concentração, a razão de líquido é de fato uma boa aproximação para o

by-pass, e destaca-se por ser um parâmetro facilmente mensurável por meio de técnicas gravimétricas.

2.4.3.8. Diâmetro de corte

A curva de eficiência granulométrica, como descrito na Seção 2.4.3.6, descreve a probabilidade de uma partícula de determinado tamanho ser ou não coletada. Dado isto, um valor que pode ser referência ao poder de classificação do hidrociclone é o diâmetro da partícula que possui a mesma probabilidade de ser ou não coletada; em outras palavras, o diâmetro no qual sua eficiência de coleta é de 50%. Tal diâmetro recebe o nome de diâmetro de corte (d_{50}).

Partículas maiores que o diâmetro de corte, em teoria, terão maiores probabilidades de serem coletadas (eficiência maior que 50%), e, de modo contrário, partículas menores que este diâmetro possuem uma probabilidade inferior de serem coletadas (eficiência menor que 50%). A Figura 2.7 apresenta uma curva de eficiência granulométrica, evidenciando o diâmetro de corte.

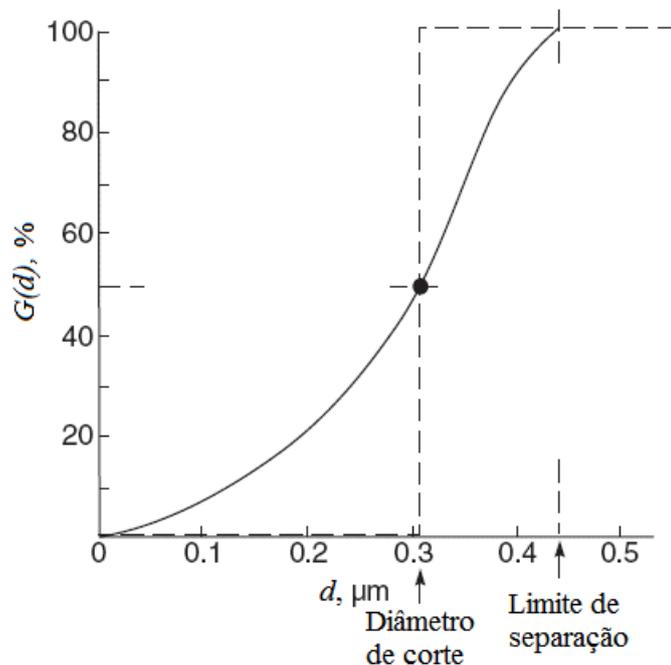


Figura 2.7 - Curva de eficiência granulométrica com destaque para o diâmetro de corte. Adaptado de Svarovsky (2000).

Matematicamente, d_{50} é definido por meio da condição imposta pela Equação (2.16). Após a obtenção da curva de eficiência por técnicas de análises granulométricas, geralmente estima-se o diâmetro de corte por meio de métodos matemáticos adequados para solução de equações não lineares.

$$G(d_{50}) = 0,50 \quad (2.16)$$

2.4.3.9. Diâmetro de corte reduzido

Quando se aplica o mesmo raciocínio da Seção 2.4.3.8 em uma curva de eficiência granulométrica reduzida, obtém-se o diâmetro de corte reduzido, d'_{50} , que é o diâmetro com a mesma probabilidade de ser coletado ou não, após desconsiderar o efeito do *by-pass*. Sua definição matemática é imposta pela restrição em forma da Equação (2.17).

$$G'(d'_{50}) = 0,50 \quad (2.17)$$

2.4.4. Modificações geométricas não convencionais

Os hidrociclones têm sido extensivamente utilizados em processos físicos de separação sólido-líquido devido sua simples estrutura, a ausência de partes móveis e seu baixo custo, como discutido nas seções anteriores. Das últimas décadas em diante, variados estudos estão sendo realizados com o objetivo de melhorar o desempenho dos hidrociclones por meio da implementação novas tecnologias, como modificações geométricas de um hidrociclone convencional (SALVADOR, 2019).

2.4.4.1. Hidrociclone com modificações no tipo de entrada

Tipicamente, o duto de alimentação se conecta tangencialmente à parte cilíndrica do hidrociclone. No entanto, outros tipos de entradas não convencionais existem e são estudadas até os dias atuais. A Figura 2.8 apresenta alguns tipos de entradas.

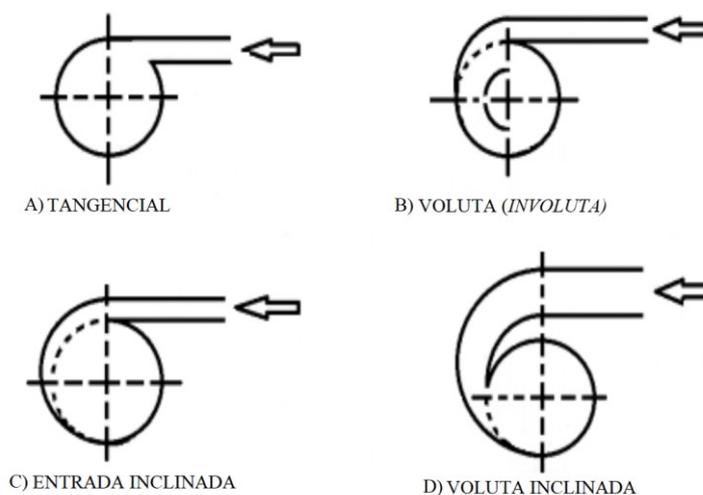


Figura 2.8 - Tipos de entrada em um hidrociclone. Adaptado de Jackson, Johnson e Barathraj (2019).

De maneira geral, essas modificações na entrada do equipamento têm como objetivo fazer com a suspensão transite para o interior do hidrociclone de modo menos abrupta, reduzindo assim a turbulência no escoamento. Estas modificações buscam aumentar a eficiência da separação e também reduzir os custos operacionais, uma vez o tipo de entrada pode reduzir o desgaste no interior do equipamento. O trabalho de Hwang, Hwang e Yoshida (2013) apoiaram esta afirmação; os autores, por meio da fluidodinâmica computacional verificaram que um hidrociclone com um canal guia na alimentação, semelhante à entrada B da Figura 2.8, causa um aumento da eficiência da separação de partículas mais finas.

2.4.4.2. Hidrociclone com alimentação do tipo rampa

A utilização de uma alimentação tipo rampa em um hidrociclone pode ser capaz de reduzir a perda de carga no equipamento e aumentar a sua eficiência (MORGAN, 2005). Uma alimentação do tipo rampa utilizada na entrada do equipamento força o fluido para baixo, em direção ao *underflow*, e faz com que a suspensão alimentada se desloque sem a extrema turbulência gerada pelo impacto das correntes presentes no interior do equipamento (SILVA, 2012). Uma representação esquemática de um hidrociclone com uma rampa de alimentação é apresentada pela Figura 2.9.

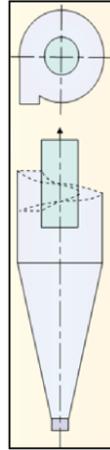


Figura 2.9 - Esquema de um hidrociclone contendo uma rampa de alimentação (DHODAPKAR; HEUMANN, 2011).

Os engenheiros da Krebs, Olson e van Ommen (2004), aplicaram técnicas de fluidodinâmica computacional para projetar uma nova geometria de hidrociclone que continha uma rampa na alimentação e também uma entrada do tipo “enrolada”. Um modelo tridimensional da nova geometria é mostrado na Figura 2.10. O estudo destaca as dificuldades computacionais ao utilizar este tipo de geometria, principalmente no que tange a criação da malha computacional: por se tratar de uma geometria complexa, a região da alimentação fica praticamente composta apenas de malhas não estruturadas, o que impactam nas decisões feitas para realizar as simulações. Além das simulações computacionais, os autores também realizaram testes experimentais, e concluíram que uma alimentação do tipo rampa reduz a erosão e o desgaste causado no equipamento. Os dados desta pesquisa foram posteriormente analisados e aplicados, resultado no hidrociclone gMax[®]. Por se tratar de um produto comercial, poucas informações são reportadas na academia.



Figura 2.10 - Nova geometria proposta por Olson e van Ommen (2004).

Silva (2012) também propõe a utilização de uma rampa de alimentação no hidrociclone utilizado em seus estudos. O autor foi capaz de prever, por meio de técnicas CFD, que a rampa promoveu uma redução da perda de carga de cerca de 25% quando comparado a um hidrociclone convencional, reafirmando os indícios dados pela literatura.

2.4.4.3. Hidrociclone com duas seções cônicas

Uma outra modificação geométrica em hidrociclones é a substituição da única parte cônica por duas outras, com diferentes ângulos. A Figura 2.11 apresenta um esquema de um hidrociclone que possui duas seções cônicas. Esta característica geométrica é usualmente empregada em separações líquido-líquido.



Figura 2.11 - Hidrociclone com duas seções cônicas.

Schütz, Gorbach e Piesche (2009) estudaram um hidrociclone com duas seções cônicas e constataram que o gradiente de velocidade sofre menos perturbação que em um hidrociclone padrão (contendo apenas uma única seção cônica). Os autores também notaram um pequeno aumento na eficiência de separação ao utilizar duas seções cônicas.

Zhao *et al.* (2010) analisaram um hidrociclone com duas seções cônicas aplicado na separação de partículas finas de uma água residual, buscando clarificá-la¹. Por meio de um estudo experimental, os autores correlacionaram modificações geométricas. No caso específico da modificação de duas seções cônicas, os autores concluíram que, quando comparada à um

¹ Vale destacar a similaridade da presente pesquisa com o trabalho de Zhao *et al.* (2010): ambos os trabalhos buscam clarificar a água, que contém partículas finas, para posterior reutilização. O trabalho destes autores citados, junto com as modificações do hidrociclone comercial KREBS® gMAX®, foram essenciais no projeto do hidrociclone proposto nesta pesquisa.

hidrociclone convencional, os dois cones podem fornecer um aumento de até 60% na capacidade de processamento de suspensão.

Yang *et al.* (2010) estudaram, por meio de simulações e experimentos, diferentes combinações de ângulos de dois cones em um hidrociclone para a separação sólido-líquido. Os autores concluíram que, ao manter o segundo ângulo fixo, o primeiro ângulo exerce efeito significativo nas três componentes da velocidade, na razão de líquido, na eficiência de separação e na capacidade de processamento. Os dados obtidos mostraram que quanto maior o primeiro ângulo, maior é a eficiência de separação, e quanto menor a diferença entre os dois cones, mais adequado o equipamento se torna para processos de clarificação.

2.4.5. Modelos e correlações matemáticas para hidrociclones

Como visto nas seções anteriores, apesar de sua simples estrutura, os hidrociclones possuem diversas características que tornam o seu estudo em processos de separação extremamente complexo. Assim, diversos autores buscam por meio da modelagem matemática abstrair a dificuldade da hidrociclonagem e sintetizar as principais informações do sistema em equações.

A modelagem matemática de processos é definida como a descrição matemática simplificada dos mecanismos envolvidos, a partir de conhecimentos previamente adquiridos, sendo uma representação idealizada de uma realidade física, por meio de equações consistentes no processo em análise (FINCH, 1983). Comumente na engenharia, as equações dos modelos permitem estimar parâmetros e características da saída do processo, a partir do conhecimento das variáveis de entrada (MACHACA, 2010; NAGESWARARAO; WISEMAN; NAPIER-MUNN, 2004). O grau de complexidade do modelo depende diretamente do conhecimento existente e do quão desejável é que as estimativas se aproximem dos possíveis resultados reais (MELO, 2010a).

Em relação específica à área de hidrociclonagem, os modelos matemáticos se concentram em (SILVA, 2014):

1. *Análise de processos*: o uso de equações permite a correlação das variáveis de operação e também de parâmetros que representam a qualidade do processo;

2. *Simulação*: estimativa do desempenho de um hidrociclone a partir da modificação das variáveis do processo, com o objetivo de prever as condições de operação do equipamento e analisar se o equipamento atende a necessidade específica de seu uso;
3. *Projeto*: os modelos matemáticos permitem correlacionar as variáveis operacionais com as variáveis geométricas do equipamento, possibilitando um guia para o projeto de hidrociclones;
4. *Controle de processo online*: buscando maximizar o desempenho de um hidrociclone já existente, utilizam-se os modelos matemáticos para relacionar os índices de desempenho com os dados operacionais disponíveis.

Até os dias atuais, os métodos de estimativas de desempenho de hidrociclones se baseiam em dados experimentais, teóricos, ou na combinação de ambos (KRAIPECH *et al.*, 2005), e são classificados em três categorias de modelos: fenomenológicos, empíricos e semi-empíricos.

Os modelos fenomenológicos baseiam-se nos princípios elementares do processo, e, portanto, possuem um caráter mais teórico. Esta categoria de modelos, normalmente, possui um número de parâmetros que devem ser ajustados experimentalmente a partir de dados observados no laboratório ou no próprio processo industrial.

No outro lado do espectro, os modelos empíricos baseiam-se exclusivamente nos resultados experimentais. Geralmente, estes modelos incorporam grupos adimensionais para se tornarem mais genéricos, e tais grupos são correlacionados, por meio de regressões lineares e não lineares, com os dados experimentais e dados geométricos do equipamento (KRAIPECH *et al.*, 2005).

Já os modelos semi-empíricos são uma combinação das duas categorias previamente descritas: baseiam-se em equações que descrevem matematicamente alguns princípios básicos do processo, mas possuem um número considerável de parâmetros empíricos que devem ser obtidos por regressões do modelo aos resultados experimentais.

Um modelo fenomenológico simples e eficiente para aplicações básicas de hidrociclones clássicos é o modelo de grupos adimensionais. Este modelo se baseia na teoria fundamental dos hidrociclones, que busca modelar o escoamento no interior do equipamento e suas características de separação, e também se baseia na análise dimensional dos parâmetros,

buscando produzir correlações necessárias para fazer estimativas satisfatórias do processo. As variáveis adimensionais incorporadas pelo modelo são o número de Reynolds, o número de Euler, e o número de Stokes. O modelo é geralmente aplicado à hidrociclones clássicos, como os das famílias Rietema e Bradley, e sua descrição matemática pode ser encontrada no trabalho de Svarovsky (2000).

Coelho e Medronho (2001), a partir de dados experimentais obtidos com sete hidrociclones distintos, modificaram o modelo de grupos adimensionais, assumindo que o produto entre o número de Euler e o número de Stokes é uma função das proporções geométricas do equipamento. Assim, este modelo semi-empírico estende a capacidade preditiva do modelo de grupos adimensionais, e faz com que seu uso seja adequado para outras famílias de hidrociclones.

Plitt (1976) desenvolveu um modelo semi-empírico baseado em estudos experimentais anteriores realizados por Lynch e Rao (1975). Este modelo sofreu uma pequena modificação na publicação de Flintoff, Plitt e Turak (1987), o que o tornou em um modelo mais robusto. É amplamente utilizado na indústria mineral desde os anos 80. Neste modelo, as variáveis utilizadas são a vazão de alimentação, o diâmetro de corte, a razão de líquido e também as variáveis geométricas, como o diâmetro do hidrociclone, do *underflow* e do *overflow*.

Com base nos dados experimentais de Lynch e Rao (1975) e em ensaios realizados predominantemente com calcário, Nageswararao (1978) também desenvolveu um modelo para ciclones e hidrociclones. Este modelo considerar como fatores importantes que descrevem o diâmetro mediano da separação, a partição da água e da suspensão, e a vazão volumétrica da alimentação do hidrociclone. Também, o modelo inclui parâmetros geométricos e operacionais que não foram considerados pelo anterior de Flintoff, Plitt e Turak (1987), como o ângulo da seção cônica do ciclone, a razão entre as velocidades terminais da partícula no interior do equipamento e os efeitos da força centrífuga. Este é o principal modelo utilizado no simulador comercial JKSimMet[®].

3. MATERIAL E MÉTODOS

Nesta seção estão descritos os procedimentos metodológicos adotados para a realização deste trabalho. São apresentadas informações relevantes sobre a unidade experimental e o planejamento de experimentos executado, bem como detalhes sobre os três hidrociclones avaliados: dois projetados e desenvolvidos nesta pesquisa, e um terceiro produzido por Mognon (2015). Também são descritos os procedimentos das caracterizações feitas no material particulado e as metodologias para as análises experimentais.

3.1. Unidade experimental

A unidade experimental utilizada no desenvolvimento deste trabalho está localizada no Laboratório de Escoamento Helicoidal, da Unidade Avançada de Pesquisa da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. Uma representação esquemática desta unidade encontra-se na Figura 3.1.

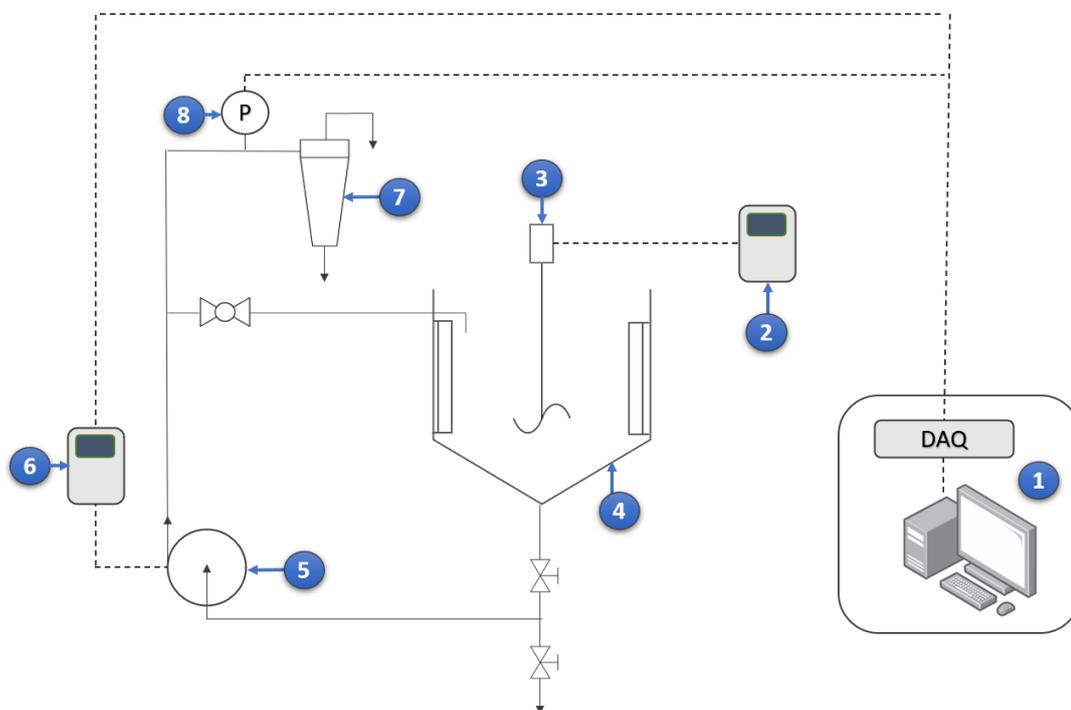


Figura 3.1 - Representação esquemática da unidade experimental utilizada.

Os itens destacados na Figura 3.1 são:

1. Sistema de aquisição de dados, formado por uma placa de aquisição de dados *National Instruments USB 6003* e um computador;
2. Inversor de frequência WEG CWF08, utilizado para o controle da velocidade de rotação do agitador;
3. Agitador mecânico de 0,55 HP da WEG, com rotação máxima de 1680 rpm;
4. Tanque de aço inox, com capacidade de 160 L, utilizado para armazenar a suspensão alimentada no hidrociclone, bem como para descarga das correntes de *underflow* e *overflow*;
5. Moto-bomba centrífuga, da WEG, de 7,5 HP, rotação máxima de 3151 rpm, temperatura de operação máxima de 100 °C, possuindo selagem hidrodinâmica e feito especificamente para operar com lamas;
6. Inversor de frequência WEG CFW700, utilizado para controle da velocidade de rotação da bomba;
7. Hidrociclone usinado em poliacetal resinado, utilizado para os experimentos;
8. Medidor de pressão digital da *Dwyer Instruments*, modelo DPG-204, para medição na faixa de 0 a 50 psi;

Além dos itens individualmente destacados, a unidade possui válvulas do tipo gaveta. A tubulação que deixa o recalque da bomba é dividida em duas: uma corrente utilizada para alimentar o hidrociclone e uma outra corrente de *by-pass*; durante todos os experimentos, a corrente de *by-pass* foi interrompida pelo fechamento de uma válvula. Como mencionado, as correntes de *underflow* e *overflow* eram despejadas no tanque de armazenamento localizado abaixo do hidrociclone.

O *software LabVIEW 10*, utilizado para implementar o sistema de aquisições de dados, também possui um sistema de controle proporcional-integral-derivativo (controle PID), responsável pelo ajuste automático da queda de pressão no equipamento por meio do controle da vazão mássica. Sendo assim, a unidade experimental se torna completamente funcional sem necessitar de nenhuma ação manual por parte do operador, com exceção de inserir via *software* a queda de pressão desejada (*set point*). É apresentado no Apêndice A uma visualização da interface gráfica disponível ao usuário e do diagrama de blocos do sistema de controle implementado.

3.2. Hidrociclones

Para a execução dos planejamentos experimentais propostos neste trabalho, hidrociclones foram construídos em módulos e usinados em poliacetal (polióxido de metileno). Os módulos permitiam alterar entre dois tipos de alimentação: uma alimentação com rampa e uma sem rampa. A alimentação com a rampa, inspirada no ciclone russo Niigas-11, possui inclinação de 11° . Será destacado alguns pontos sobre o projeto destes equipamentos a seguir.

Os modelos matemáticos discutidos na Seção 2.4.5 foram utilizados para auxiliar no projeto dos hidrociclones. Estes modelos são geralmente implementados em pacotes numéricos computacionais, citando como simulador mais conhecido o JKSimMet[®], e são arquitetados como uma operação unitária sequencial modular. Isto significa que estes simuladores esperam que o usuário insira certos parâmetros bem definidos, e então, o modelo é capaz de calcular e retornar os resultados. Geralmente, os parâmetros de entrada são relacionados à geometria do hidrociclone e as propriedades físicas das suspensões, enquanto que os resultados calculados são em relação à eficiência do processo, como diâmetro de corte e eficiência de separação.

Pela descrição deste tipo de implementação dos modelos, percebe-se a limitação dos mesmos: os simuladores não são capazes de estimar os parâmetros de entrada dado um conjunto de restrições às respostas. Este fato restringe a aplicação destes simuladores ao caso estudado, uma vez que o desejável é estimar justamente as proporções geométricas do hidrociclone. Além disso, os simuladores de processo, por serem produtos voltados para grandes indústrias, geralmente possuem um preço elevado.

Sendo assim, para auxiliar no projeto do hidrociclone, desenvolveu-se um *software*, denominado *HydroModel*, que utiliza correlações implementadas pelo usuário e é capaz de resolver as equações de modo a obter soluções numéricas de quaisquer variáveis, sejam elas parâmetros operacionais, geométricos ou propriedades físicas. Como saída, o *software* calcula e fornece os resultados desejados pelo usuário. Ressalta-se que a única condição necessária para a resolução é informar dados suficientes para fechar o grau de liberdade do sistema. *HydroModel* é arquitetado como um simulador baseado em equações, o que lhe permite ser mais flexível em relação ao cálculo das respostas desejadas. O detalhamento do *design* e implementação do *software* vão além do escopo desta dissertação; mais informações sobre o desenvolvimento de um simulador baseado em equações podem ser encontradas no trabalho de Soares (2003). As Figuras 3.2 e 3.3 mostram a interface gráfica do *software*, com destaque para

o *input* e *output*. O *software*, foi desenvolvido em C++ devido a velocidade da linguagem, e seu código-fonte juntamente com o executável encontram-se completamente disponíveis no repositório virtual github.com/marcusbfs/HydroModel.

```

104 # Declaracao de modelos
105 MODEL "Svarovsky (1987)" {
106   PARAMETERS
107   {
108     Eu_cor = 371.5 * Re^0.116 * exp(-Cv*2.12);
109     StkPrimeEu = 0.0474*(ln((1./Rf)))^(0.742) * exp(Cv*8.96);
110     StkPrime = dprime50^2 * (rho_s-rho)*v/(18 * mu *Dc);
111   }
112
113   EQUATIONS
114   {
115     Eu_cor = Eu_def;
116     StkPrimeEu = Eu_def*StkPrime;
117     Rf = 1218. * (Du / Dc)^4.75 * Eu_cor^(-0.3);
118   }
119
120 } # end of Svarovsky model
121
122 MODEL "Coelho e Medronho (2001)" {
123   PARAMETERS
124   {
125     Eu_cor = 43.5 * Dc^0.57 * (1.0 / Di_Dc )^2.61 * pow(Dc / (Do * Do + Du * Du),0.42) * pow(Dc / (
126     L - l), 0.98) * Re^0.12 * exp(-0.51 * Cv);
127     Stk50Eu_def = pi * (rho_s - rho) * dP * Dc * dprime50 * dprime50 / (36. * mu * rho * Qi);
128     Stk50Eu_cor = .12 * (1. / Do_Dc)^0.95 * pow(Dc / (L - l), 1.33) * ln(1. / Rf)^0.79 * exp(12. * Cv);
129   }
130
131   EQUATIONS
132   {
133     Stk50Eu_cor = Stk50Eu_def;
134     Eu_cor = Eu_def;
135     Rf = 1.18 * (1. / Do_Dc)^5.97 * (Du / Dc)^3.1 * Eu_cor^(-0.54);

```

Figura 3.2 - Inserção das correlações no *HydroModel*.

Svarovsky (1987)					
Num. hydros.	dP [psi]	Dc [cm]	Du [cm]	Eu [-]	Vel. [m/s]
1	117.75546	2.4490029	0.52792433	1167.3793	1.1793943
2	75.468446	1.9106228	0.41052705	1108.6615	0.96885259
3	58.175683	1.6523712	0.35436138	1075.6926	0.86357714
Coelho e Medronho (2001)					
Num. hydros.	dP [psi]	Dc [cm]	Du [cm]	Eu [-]	Vel. [m/s]
1	123.07079	2.4164178	0.46633488	1156.4233	1.2114167
2	79.834711	1.8625385	0.35398275	1059.1232	1.0195232
3	61.979064	1.5994134	0.30126294	1006.0144	0.92171125
Plitt (1976)					
Num. hydros.	dP [psi]	Dc [cm]	Du [cm]	Eu [-]	Vel. [m/s]
1	186.72818	1.8980986	0.36109854	667.97272	1.9633605
2	134.61197	1.447681	0.27242647	651.79183	1.6875703
3	111.15677	1.2355292	0.2310255	642.48682	1.5445797
Plitt - Flintoff version (1987)					
Num. hydros.	dP [psi]	Dc [cm]	Du [cm]	Eu [-]	Vel. [m/s]
1	134.1649	2.09458	0.46565271	711.70569	1.6122921
2	95.644383	1.5969507	0.35096275	685.73956	1.3868344
3	78.463961	1.3626299	0.29745562	670.96244	1.2698736

Figura 3.3 - Respostas estimadas a partir do *HydroModel*.

A partir dos dados obtidos pela caracterização do material particulado e das condições específicas demandadas pela Replan, utilizou-se o *HydroModel* como base para o projeto do hidrociclone, considerando as correlações apresentadas na Seção 2.4.5 e as proporções geométricas clássicas das famílias Rietema e Bradley. Como resultados do *software*, desejou-se as estimativas dos diâmetros da parte cilíndrica e do *underflow*, bem como a queda de pressão no equipamento. Para calculá-los, foi necessário considerar fixos alguns valores, como a razão de líquido e o diâmetro de corte, para fechar o grau de liberdade do sistema e assim ser possível estimar as outras variáveis. A razão de líquido adotada foi de 20% e o diâmetro de corte o D90; segundo a distribuição granulométrica obtida pela caracterização do material, 90% das partículas tem diâmetro inferior ao valor de D90.

Com base nos resultados numéricos, e também levando em consideração conhecimentos de trabalhos prévios da literatura, principalmente os que discutiram modificações não convencionais (Seções 2.4.4.1, 2.4.4.2 e 2.4.4.3), usinou-se um módulo de hidrociclone² com

² Este módulo foi utilizado (isto é, compartilhado) nos equipamentos: o hidrociclone com rampa e o hidrociclone sem rampa.

as seguintes dimensões: diâmetro da parte cilíndrica, *underflow* e *overflow*, de 5; 1,34 e 11,95 cm, respectivamente³; o hidrociclone possui 39,16 cm de altura. Este módulo também possuía duas seções cônicas, objetivando uma a capacidade de processamento do equipamento. Estes dois cones possuem ângulos de 10° e 6°, definidos com base nas conclusões obtidas por Yang *et al.* (2010) e também com base nas dimensões do hidrociclone comercial gMAX[®] da Krebs. Na Figura 3.4 é apresentado o esquema técnico do corte longitudinal do hidrociclone projetado, indicando as dimensões gerais do equipamento.

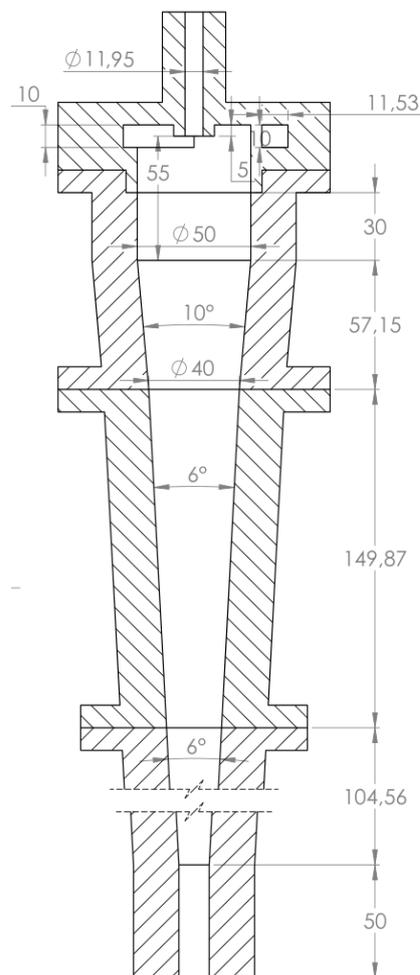


Figura 3.4 – Esquema de dimensões gerais do hidrociclone projetado.

³ Os valores para as dimensões gerais dos hidrociclones propostos foram definidos com base nos resultados numéricos fornecidos pelo *HydroModel*, e também com base nas relações geométricas médias das famílias de hidrociclones (Tabela 2.3), especialmente as relações da família Krebs (de onde é derivado o hidrociclone comercial gMAX[®]).

Além dos dois hidrociclones (com módulos de alimentação distintos) supracitados, um terceiro hidrociclone, com diâmetro característico inferior (3,5 cm), também foi utilizado para a execução dos experimentos planejados, objetivando obter mais dados experimentais sobre a separação de finos de coque por hidrociclonação, uma vez que se trata de uma área pouco explorada na academia. Estes resultados também foram comparados com os resultados obtidos pelos hidrociclones supracitados. Este terceiro hidrociclone, denominado de mini-hidrociclone, também feito de poliacetal usinado, foi fabricado e estudado com maior foco no trabalho de Mognon (2015). Na Figura 3.5 é apresentado um esquema este mini-hidrociclone. Este equipamento possui as seguintes dimensões gerais: 3,5; 0,5; 1,05; 23 cm para os diâmetros da parte cilíndrica, diâmetro do *underflow*, diâmetro do *overflow* e altura do equipamento, respectivamente; e ângulo da parte cônica igual a 8°.

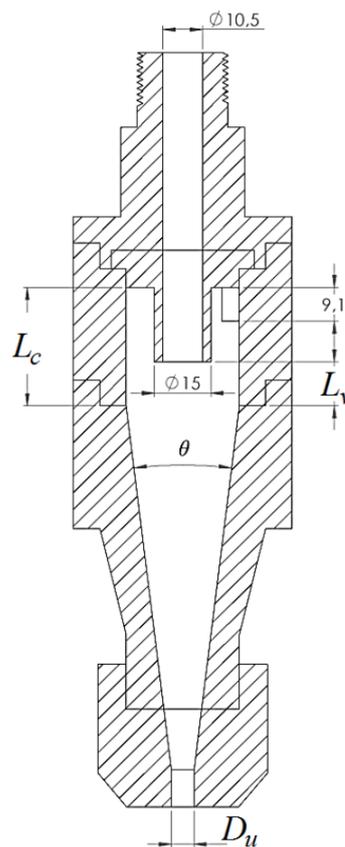


Figura 3.5 - Esquema do mini-hidrociclone utilizado nos testes (MOGNON, 2015).

3.3. Material particulado e sua caracterização

O material particulado utilizado neste trabalho foi o coque verde de petróleo cedido pela Refinaria de Paulínia (Replan) da Petrobras, situada no estado de São Paulo. O material foi armazenado e transportado em tambores selados.

O coque dos tambores selados foi devidamente quarteado, homogeneizado e amostrado para posteriores análises. A Figura 3.6 mostra parte do processo de quarteamento.



Figura 3.6 - Quarteamento da amostra fornecida.

Uma parte da amostra quarteada foi seca em estufa à 105 °C por 24 horas e depois disso peneirada em quatro faixas granulométricas: partículas maiores que 150 μm , entre 106 e 150 μm , entre 75 e 106 μm , e por fim, menores que 75 μm . Estas faixas foram posteriormente analisadas quanto à densidade e distribuição granulométrica, com o objetivo de verificar se há variações nas propriedades físicas em relação ao tamanho das partículas.

Amostras da suspensão antes e depois do processo atual de separação do coque utilizado pela refinaria, também foram enviadas. A Figura 3.7 mostra essas amostras contidas nas garrafas enviadas. Estas amostras também foram caracterizadas em relação a concentração e ao tamanho das partículas presentes na suspensão.



Figura 3.7 - Amostras enviadas da Replan. As amostras à direita são referentes a suspensão que deve ser clarificada; as amostras à esquerda são as amostras da água clarificada por processo de sedimentação.

3.3.1. Concentração das amostras do processo de separação de coque por sedimentação

É de interesse o conhecimento da concentração das amostras enviadas, coletadas do processo de separação de coque por sedimentação, atualmente utilizado pela REPLAN, visto que este valor será comparado com os resultados obtidos por hidrociclonagem, podendo-se constatar se, de fato, o hidrociclone é uma alternativa viável para este fim.

As concentrações das amostras do processo de separação atual foram determinadas por meio do seguinte procedimento, para cada amostra:

- Pesar a garrafa com a amostra e anotar sua massa (GS);
- Pesar dois papéis de filtro de abertura de poros de $3\ \mu\text{m}$ (F);
- Encaixar os dois papéis de filtro em um funil de Buchner de porcelana de 400 ml
- Colocar o funil no frasco de vidro do tipo Kitazato de 1000 mL, utilizando borracha adequada para vedação;
- Conectar, utilizando uma mangueira de silicone, a bomba de vácuo no frasco de vidro do tipo Kitazato;
- Ligar a bomba de vácuo e iniciar o processo de filtração, despejando todo o conteúdo da garrafa sob os filtros de papéis, certificando que todo o conteúdo da garrafa seja despejado;
- Colocar os filtros de papéis mais amostra filtradas em uma estufa a $80\ ^\circ\text{C}$ por 24 horas e depois resfriá-la em um dessecador. Um processo análogo também é feito com a garrafa vazia, porém, em uma estufa a $105\ ^\circ\text{C}$;
- Pesar e anotar as massas da garrafa vazia seca (G) e dos filtros mais amostra seca (FA).

- Calcular a concentração estimada, C , em peso, da amostra, por meio da Equação (3.1).

$$C = \frac{FA - F}{GS - G} \quad (3.1)$$

A Figura 3.8 mostra o material retido das amostras enviadas. A imagem à esquerda é referente à uma amostra antes de passar pelo processo atual de separação da Replan; já a imagem à direita é pós o processo.



Figura 3.8 - Material retido após a filtrações das amostras. Esquerda: amostras pré-sedimentação; direita: amostras pós-sedimentação.

3.3.2. Densidade real

O picnômetro de gás determina o volume verdadeiro de um sólido, mesmo que seja poroso, por variação da pressão de gás em uma câmara de volume conhecido (WEBB; ORR, 1997). Hélio é comumente utilizado pois, além de ser inerte, penetra facilmente nos poros disponíveis do material amostrado, permitindo determinar o volume do sólido de modo mais robusto.

Com auxílio do densímetro *AccuPyc 1330* da marca *Micromeritics*[®], a densidade real (ρ) do material foi determinada por meio da técnica de picnometria por deslocamento de gás hélio. Previamente à análise, as amostras foram secas em uma estufa a uma temperatura de

105 °C por 24 horas. Logo após, estas amostras foram esfriadas em um dessecador, e então mediu-se as densidades.

3.3.3. Densidade aparente

A densidade aparente (ρ_{ap}) do coque de petróleo foi estimada por meio da técnica de picnometria líquida, utilizando álcool isopropílico como fluido, uma vez que o coque de petróleo possui características hidrofóbicas e, portanto, a utilização da água como fluido seria inadequada.

A princípio, a massa de um picnômetro vazio, m_p , após ter sido secado em estufa a 105 °C e resfriado em um dessecador, foi medida. Após isso, colocou-se água até o menisco e tanto a massa, m_{p+a} , quanto a temperatura do fluido foram medidas, com o objetivo de, posteriormente, estimar a volume do picnômetro, V_p . Feito isso, a água foi retirada do picnômetro, e este último foi novamente à estufa para sua secagem em estufa a 105 °C. Depois de resfriado do dessecador, uma pequena quantidade de coque de petróleo foi adicionada ao picnômetro e essa massa foi medida (m_{sol}). Álcool isopropílico foi adicionado até a metade do volume do picnômetro, que foi agitado para eliminar as bolhas de ar presentes no meio. Logo após a decantação dos sólidos, o volume do picnômetro foi completado com álcool isopropílico e a sua massa e temperatura foram anotadas.

A massa do álcool isopropílico adicionado foi obtida por meio da diferença entre a massa do picnômetro com álcool isopropílico e sólidos e a massa do picnômetro apenas com sólidos. Com esta massa do álcool isopropílico, e com o conhecimento da temperatura, foi estimado o volume do álcool isopropílico adicionado, V_e , usando sua densidade.

A densidade aparente do coque de petróleo, ρ_{ap} , foi calculada por meio da Equação (3.2).

$$\rho_{ap} \approx \frac{m_{sol}}{V_p - V_e} \quad (3.2)$$

3.3.4. Análise granulométrica

As distribuições granulométricas do coque de petróleo analisadas neste trabalho foram obtidas por meio da metodologia de difração de raio laser, utilizando-se o equipamento *MasterSizer*[®] 2000 da *Malvern Panalytical*, por análise via seca. Este equipamento está localizado no Laboratório de Processos de Separação, da FEQUI-UFU.

Nas análises realizadas, o dispersante utilizado foi álcool isopropílico com cloreto de cálcio, a uma concentração de 1 g/L, de acordo com a recomendação do fabricante do equipamento. O modelo utilizado no *software* do equipamento foi o de *Fraunhofer*.

As análises foram realizadas segundo o procedimento a seguir. Tanto a caracterização do material bruto, quanto as análises de distribuição granulométrica das amostras coletadas pelo equipamento foram executadas seguindo esta metodologia.

- Limpeza do equipamento, passando água limpa contida em um béquer de 600 mL diversas vezes pelas tubulações, até que a água não apresentasse mais impurezas;
- Configurar via *software* os parâmetros do líquido dispersante. As propriedades do álcool isopropílico estão presentes na biblioteca do equipamento;
- Alinhamento dos lasers do equipamento;
- Adição de 600 mL de álcool isopropílico com cloreto de cálcio (1 g/L) na unidade de dispersão;
- Ajuste da velocidade de bombeamento para 2000 (o equipamento possui escala de 600 a 4000). Nesta etapa, deve-se certificar que a velocidade de bombeamento não causa bolhas de ar pois este fenômeno afetaria os resultados;
- Leitura e medição do *background*;
- Adição da amostra a ser analisada;
- Leitura da distribuição de tamanhos. O equipamento automaticamente realiza cinco leituras e conclui com a média destes resultados;
- Geração de relatório contendo os dados da distribuição de tamanho.

O relatório gerado pelo *MasterSizer 2000* contém valores discretos sobre a distribuição granulométrica do material, que serve como base para cálculos posteriores. Para facilitar a análise destes dados, foi desenvolvido um *software* denominado *msanalyzer*, que extrai

diretamente todas as informações relevantes do relatório exportado pelo equipamento *MasterSizer 2000*, e faz o tratamento e o pós-processamento adequados destes dados brutos. O *software* constrói as curvas de distribuição granulométrica normal e cumulativa, e também faz uma regressão não-linear para os seguintes modelos de distribuição de tamanho: Rosin-Rammler-Bennet (RRB), Gates-Gaudin-Schumann (GGS), Sigmóide e Log-Normal; o *software* realiza a análise estatística adequada para cada modelo e ordena os resultados do melhor modelo ajustado para o pior.

O núcleo do *software* foi desenvolvido na linguagem de programação Python 3.6+, e uma interface gráfica para facilitar seu uso foi desenvolvida utilizando um *framework* composto por Typescript e a biblioteca *Electron*. O detalhamento da arquitetura de *software* deste aplicativo foge do escopo deste trabalho. Tanto o *msanalyzer* quanto seu código fonte estão inteiramente disponíveis para visualização e download no repositório virtual github.com/marcusbfms/msanalyzer, e uma interface *web* simplificada do *software*, feita para uma utilização rápida por parte dos usuários do laboratório, pode ser acessada em www.msanalyzer.netlify.app. As Figuras 3.9, 3.10 e 3.11 mostram a interface gráfica do aplicativo.

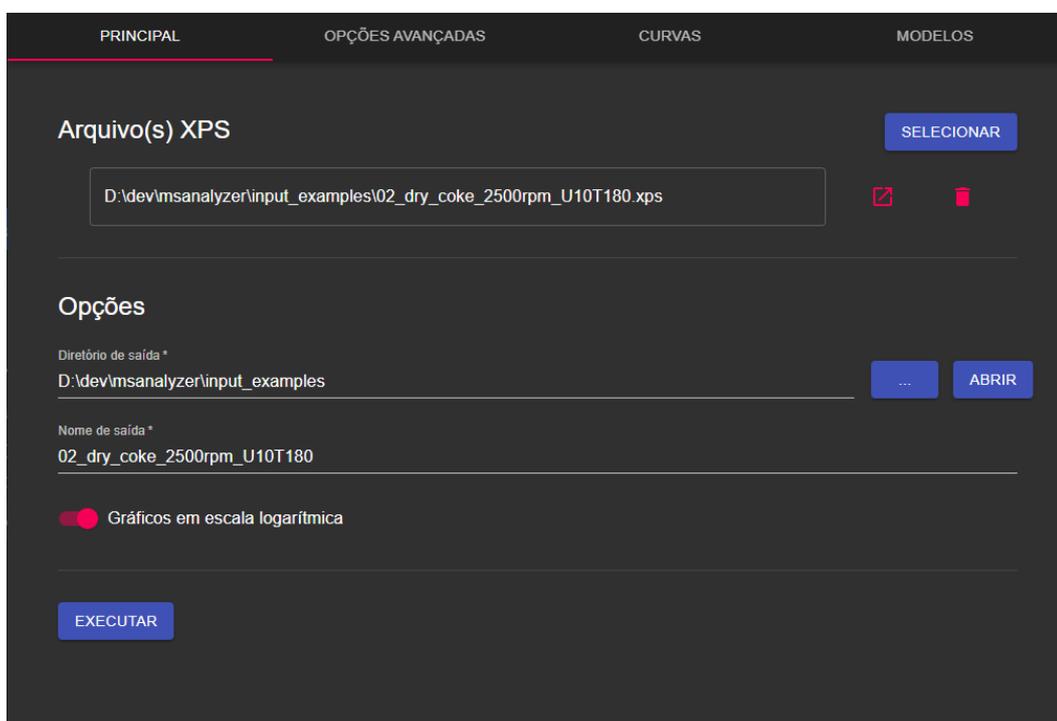


Figura 3.9 - Tela principal do *msanalyzer*.

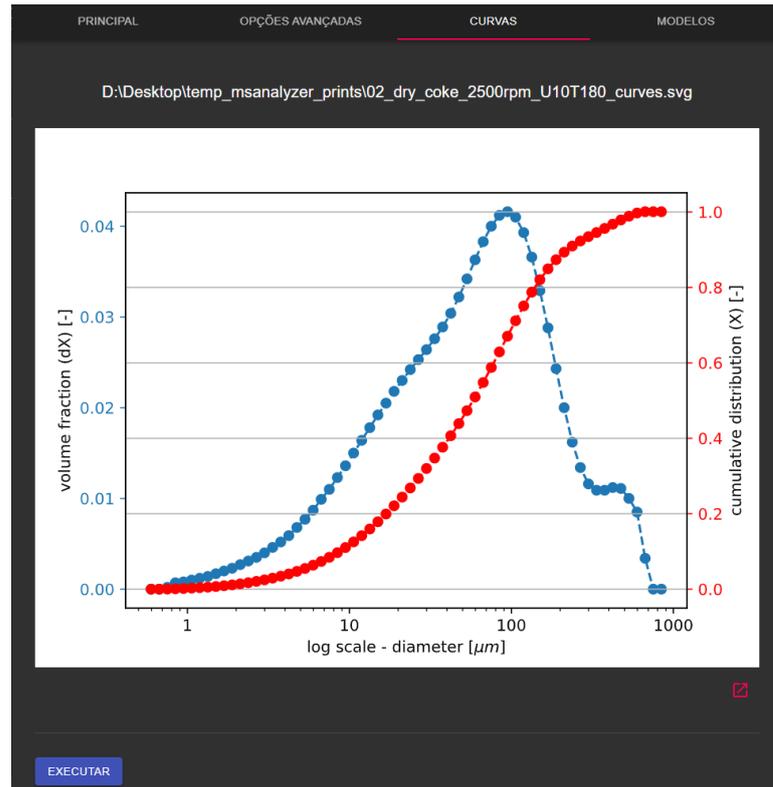


Figura 3.10 - Curvas geradas pelo *msanalyzer*.

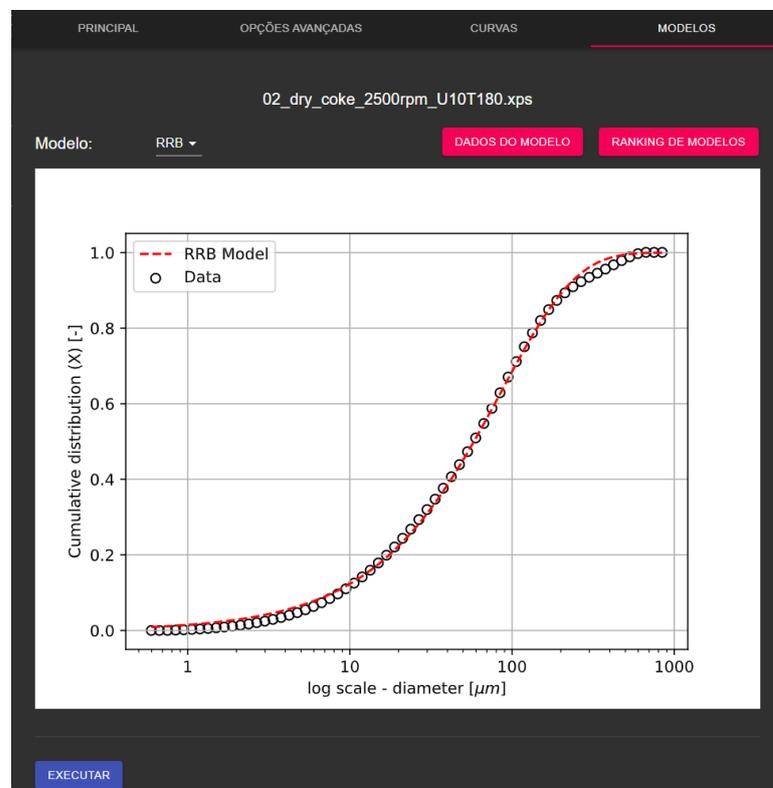


Figura 3.11 - Modelo RRB ajustado pelo *msanalyzer*.

A análise granulométrica também foi feita para as amostras secas descritas na Seção 3.5.2, quando a quantidade de material seco foi suficiente.

3.3.5. Análise imediata

Para quantificar o teor de umidade, de cinzas e de matéria volátil nas amostras fornecidas, foi realizada a análise imediata de acordo com as normas ASTM D3173/D317-17A (2017), ASTM D3174-02 (2002) e ASTM D3175-07 (2007), respectivamente. O teor de carbono fixo foi calculado pela diferença. Todas análises foram realizadas em triplicata, e então a média e o desvio padrão dos resultados foram calculados.

Para obter-se o teor de umidade pesou-se 1,0 g (com precisão de 0,001 g) de amostra em um cadinho de porcelana de massa conhecida (m_c). O cadinho sem tampa foi colocado na estufa a 105 °C por 1 hora e, em seguida, foi retirado e deixado no dessecador até atingir temperatura ambiente. Após isso, a massa do cadinho e amostra foi pesada (m_d). Com os valores das massas anotadas, a umidade pode ser calculada como a razão entre a variação da massa pós-secagem em estufa pela massa da amostra inicial, segundo a Equação (3.3).

$$\text{Teor de Umidade} = \frac{m_i - m_d}{m_i - m_c} \quad (3.3)$$

sendo m_i é a massa inicial da amostra mais a massa do cadinho.

Com a mesma amostra proveniente da análise anterior, realizou-se o procedimento para determinar o teor de cinzas. Um cadinho sem tampa, contendo a amostra, foi colocado na mufla programada para aquecer gradativamente até 450 °C, e, em seguida, a rampa de temperatura foi reajustada para atingir a temperatura de 950 °C até a segunda hora. Na mufla, por fim, a amostra ficou por mais 2 horas nesta última temperatura. Após isso, o cadinho com amostra foi removido da mufla, resfriado em um dessecador e pesado (m_z). O teor de cinzas foi calculado pela Equação (3.4).

$$\text{Teor de Cinzas} = \frac{m_z - m_c}{m_d - m_c} \quad (3.4)$$

Para determinar o teor de matéria volátil, pesou-se novamente 1 g da amostra em um cadinho fechado, anotando os pesos do cadinho (m_{c2}) e do cadinho mais amostra inicial (m_e). O cadinho com a amostra foi colocado sobre a porta da mufla previamente aquecida a 950 °C por 3 minutos. Após este tempo, o cadinho com a amostra foi colocado no centro da mufla por 7 minutos com a porta fechada. Depois foi retirado, resfriado em um dessecador e pesado em balança (m_f). O teor de matéria volátil foi calculado pela Equação (3.5).

$$\text{Teor de Matéria volátil} = \frac{m_f - m_{c2}}{m_e - m_{c2}} \quad (3.5)$$

Finalmente, o teor de carbono fixo foi determinado segundo a Equação (3.6).

$$\text{Teor de Carbono fixo} = 100 - TU - TC - TMV \quad (3.6)$$

sendo TU , TC e TMV , respectivamente, os teores de umidade, de cinzas e de matéria volátil.

3.3.6. Área superficial específica

A área superficial específica foi calculada conforme o método BET a pressões relativas (p/p_0) entre 0,05 e 0,3, na qual p e p_0 são, respectivamente, as pressões de equilíbrio e de saturação do nitrogênio a $-196,15$ °C. O volume total de poros foi determinado pelo método do ponto único através da conversão do volume de nitrogênio adsorvido na p/p_0 de 0,995 para o volume do adsorbato líquido. O diâmetro médio dos poros foi calculado a partir dos valores de volume total de poros e da área superficial BET, conforme a Equação (3.7).

$$d_p = \frac{4 v_p}{S_{BET}} \quad (3.7)$$

sendo d_p o diâmetro médio de poros (nm), v_p o volume específico total de poros (mm^3g^{-1}) e S_{BET} a área superficial específica (mm^2g^{-1}) obtida pelo método BET.

Para estas medidas foi utilizado um analisador de poros e área superficial específica ASAP da *Micromeritics*, modelo ASAP2020 PLUS, apresentado pela Figura 3.12, no Laboratório de Equipamentos Multiusuários do Pontal, Universidade Federal de Uberlândia (ICENP/UFU).



Figura 3.12 - Analisador ASAP 2020PLUS.

3.3.7. Microscopia eletrônica de varredura

Para realizar-se a caracterização morfológica da superfície do material particulado, foi feita uma Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Este equipamento está localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura na Faculdade de Engenharia Química (FEQUI) da Universidade Federal de Uberlândia (UFU).

Como preparativos para esta análise, a amostra de coque de petróleo foi fixada em um *stub* com auxílio de fita dupla face de carbono e recoberta com uma fina camada de ouro no

metalizador Leica – EM SCD050. As análises foram feitas em um equipamento da *Carol Zeiss*, modelo EVO MA10.

3.4. Planejamentos experimentais

Com o objetivo de compreender o processo de separação de coque por hidrociclonagem, foi executado um planejamento experimental levando em conta a concentração da suspensão alimentada e a queda de pressão. Para cada hidrociclone apresentado na Seção 3.2, este mesmo planejamento foi realizado.

Os experimentos efetuados e análise estatística dos dados foram feitos de acordo com a metodologia do planejamento central descrita por Box, Hunter e Hunter (2005) e da técnica de superfície de resposta descrita por Myers; Montgomery e Anderson-Cook (1995). O planejamento experimental a 3 níveis para 2 fatores foi composto de 10 experimentos, sendo uma réplica no ponto central. O conjunto destes experimentos é apresentado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Planejamento experimental a 3 níveis para 2 fatores e uma réplica no centro, sendo \bar{C} e \bar{P} são a concentração e a queda de pressão codificados.

Experimento	\bar{C} [-]	\bar{P} [-]
1	-1	-1
2	-1	0
3	-1	1
4	0	-1
5	0	0
6	0	1
7	1	-1
8	1	0
9	1	1
10	0	0

Este planejamento foi executado três vezes: um para o hidrociclone com rampa na alimentação, uma para o mesmo hidrociclone, mas sem rampa na alimentação, e uma terceira vez para o mini-hidrociclone. A Tabela 3.2 apresenta os níveis utilizados para cada um dos

fatores selecionados. Os níveis para a concentração da suspensão de alimentação foram definidos com base nos resultados da caracterização das amostras enviadas (Seção 3.3.1) e nas informações fornecidas pela Replan. O nível inferior da queda de pressão corresponde a pressão mínima necessária para que o equipamento opere como um hidrociclone; já o nível superior foi estipulado pelos limites operacionais da bomba utilizada na unidade experimental.

Tabela 3.2 - Nível dos fatores que compõem o planejamento de experimentos.

Nível	Concentração [%, peso]	Queda de pressão [psi]
-1	0,50	10,0
0	4,75	22,5
1	9,00	35,0

Os resultados obtidos dos experimentos foram posteriormente tratados no *software* Statistica® 7.0.

3.5. Procedimentos experimentais executados nos ensaios de hidrociclonação

3.5.1. Procedimento para os ensaios de hidrociclonação

A descrição do procedimento executado para os ensaios e coleta de dados nos experimentos de hidrociclonação é apresentada a seguir:

- Limpeza do tanque de armazenamento e das tubulações da unidade experimental;
- Preenchimento do tanque na unidade experimental com cerca de 150 L de água;
- Início do sistema de agitação do tanque de armazenamento;
- Adição do coque de petróleo. A quantidade de sólido adicionada foi a necessária para atingir a concentração mássica indicada no planejamento executado;
- Montagem da geometria do hidrociclone, de acordo com o planejamento executado, e fixação do equipamento na unidade experimental;
- Fechamento completo da abertura do *by-pass*;
- Verificação da abertura da válvula de alimentação;

- Abertura da válvula que permite o fluxo da suspensão entre o tanque de armazenamento e a bomba;
- Início na bomba centrífuga;
- Configuração da queda de pressão desejada (*set point*) para o controle PID, via *software*. A escolha da queda de pressão segue o planejamento de experimentos;
- Aguardo da estabilização do sistema;
- Medição das vazões mássicas das correntes de *underflow* e *overflow* com o auxílio de um béquer e um cronômetro. As coletas foram feitas com cinco réplicas;
- Coleta de alíquotas das correntes de *underflow* e *overflow*, em cinco réplicas. Estas coletas foram tratadas de acordo com procedimento descrito na Seção 3.5.2.

Durante todo o processo de hidrociclonagem, a temperatura da suspensão era anotada a cada 20 minutos para posterior ajuste da densidade da água e, também, para certificar de que não estaria havendo grandes variações de temperatura, o que influenciaria, de modo geral, nos resultados obtidos.

3.5.2. Determinação da concentração de sólidos nas correntes de interesse

Métodos gravimétricos foram utilizados para estimar a concentração de sólidos nas correntes de interesse durante a execução dos planejamentos de experimentos com os hidrociclones propostos. O seguinte procedimento descrito foi utilizado para isto:

- Coletas em cinco réplicas das amostras desejadas;
- Pesagem das amostras úmidas;
- Em béqueres e bandejas, secagem das amostras na estufa por 105 °C por um período de 24 horas;
- Retirada das amostras da estufa e resfriamento em dessecador até atingir temperatura ambiente;
- Pesagem das amostras secas;
- A concentração é estimada pela razão entre a massa da amostra seca pela a massa da amostra úmida.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção são abordados os resultados obtidos das caracterizações do coque verde de petróleo enviado pela Replan; e dos ensaios de experimentais, que trouxeram informações a respeito do desempenho dos três hidrociclones estudados.

4.1. Resultados da caracterização do material

4.1.1. Concentração das amostras enviadas

Na Tabela 4.1 encontra-se os valores das concentrações das amostras enviadas pela Replan. As concentrações foram estimadas por uma técnica gravimétrica, utilizando uma filtração à vácuo para obter o sólido presente na suspensão. Os identificadores iniciados com a letra A são referentes as amostras coletadas antes de passar pelo processo de separação atual da refinaria (sedimentação), e os identificadores iniciados com a letra B são referentes as amostras coletadas após passar pelo processo atual de separação, isto é, são as amostras da água clarificada.

Tabela 4.1 - Concentrações das amostras do processo atual de separação implementado pela Replan.

Identificador	Concentração (peso) [%]	Identificador	Concentração (peso) [%]
A1	3,55	B1	0,047
A2	6,18	B2	0,051
A3	7,08	B3	0,094
A4	7,77	B4	0,059
A5	5,72	B5	0,064
A6	13,74	B6	0,066
A7	1,38	-	-
A8	8,126	-	-

Os dados da Tabela 4.1 são apresentados em gráficos de barras, para facilitar a visualização das informações, nas Figuras 4.1 e 4.2.

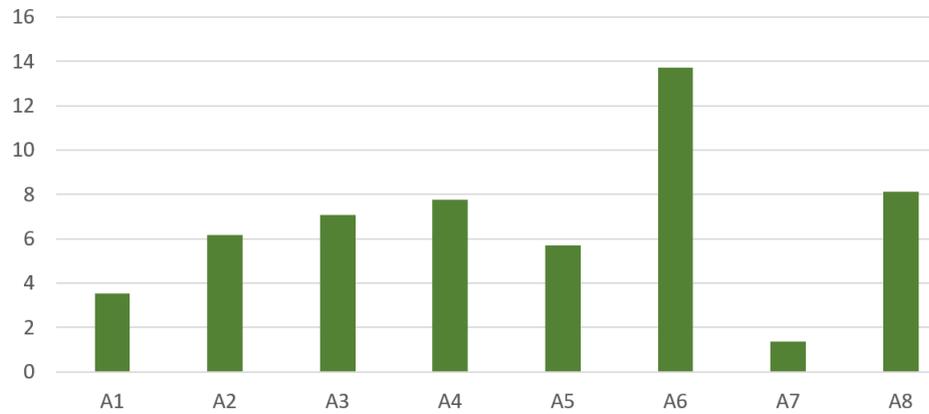


Figura 4.1 - Concentrações das amostras tipo A.

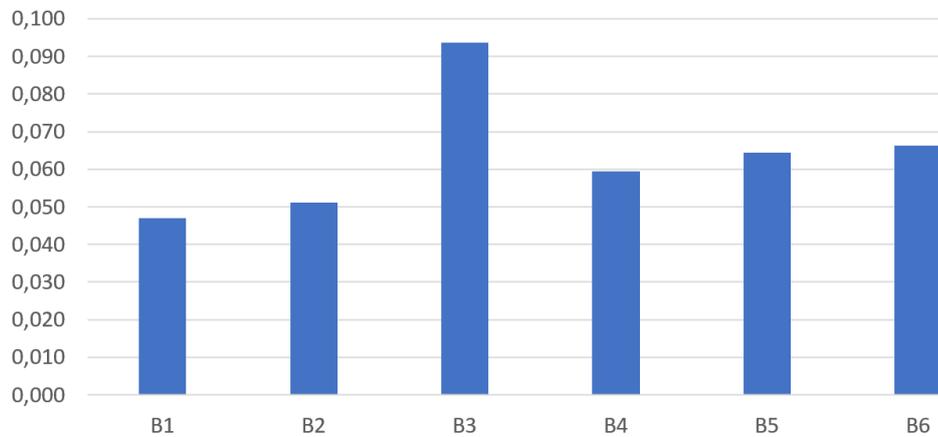


Figura 4.2 - Concentrações das amostras tipo B.

É possível perceber imediatamente a variação das concentrações de sólido nas amostras. Esta variação é acentuada nas amostras tipo A. Nestas amostras, observa-se valores contidos em intervalo de 1,38% a 13,74%. Na Tabela 4.2 encontra-se um sumário com os dados das concentrações e uma comparação com os valores estimados fornecidos pela própria refinaria.

Tabela 4.2 - Informações das concentrações das amostras do processo de separação atual implementado pela Replan.

Informação	Pré-sedimentação	Água clarificada
concentração (peso) máxima [%]	13,74	0,094
concentração (peso) mínima [%]	1,38	0,047
concentração (peso) média [%]	6,91	0,064
desvio padrão [%]	3,63	0,016
concentração (peso) informada pela Replan [%]	0,04 – 3,00	0,050 – 0,100

Verifica-se que, para as amostras tipo A, a média das concentrações foi maior que o valor máximo estimado fornecido pela refinaria. Já as amostras tipos B, apesar da variação, a média da concentração obtida pela análise se encontra dentro do intervalo fornecido.

Na Figura 4.3 estão as amostras A5 e A6, enviadas pela refinaria. Destaca-se a diferença da quantidade de sólidos presente nas amostras: visualmente, a amostra A6 possui aproximadamente o dobro de sólidos da amostra A5. Esta inconsistência se fez presente em todas as amostras, indicando uma técnica não adequada de amostragem. Vale ressaltar que a coleta de amostras em um processo de sedimentação é complexa: diversos fatores, como a posição vertical do ponto analisado e também o tempo de coleta, influenciam de modo significativa na concentração da suspensão coletada.

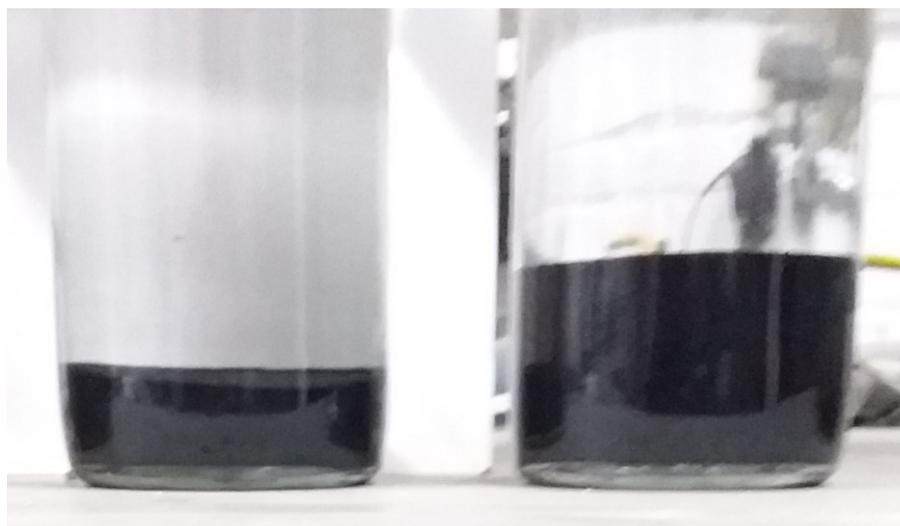


Figura 4.3 - Amostras A5 (esquerda) e A6 (direita).

4.1.2. Distribuição granulométrica das amostras enviadas

A granulometria do material em questão foi obtida através do método de difração de raio laser (*Mastersizer 2000*). Na Figura 4.4 encontra-se em um único gráfico as distribuições granulométricas da amostra seca e da amostra úmida do material particulado. Percebe-se visualmente que não há diferenças chamativas, indicando que a pouca umidade contida não altera a distribuição de tamanho das partículas, isto é, não faz com que as partículas se aglomerem.

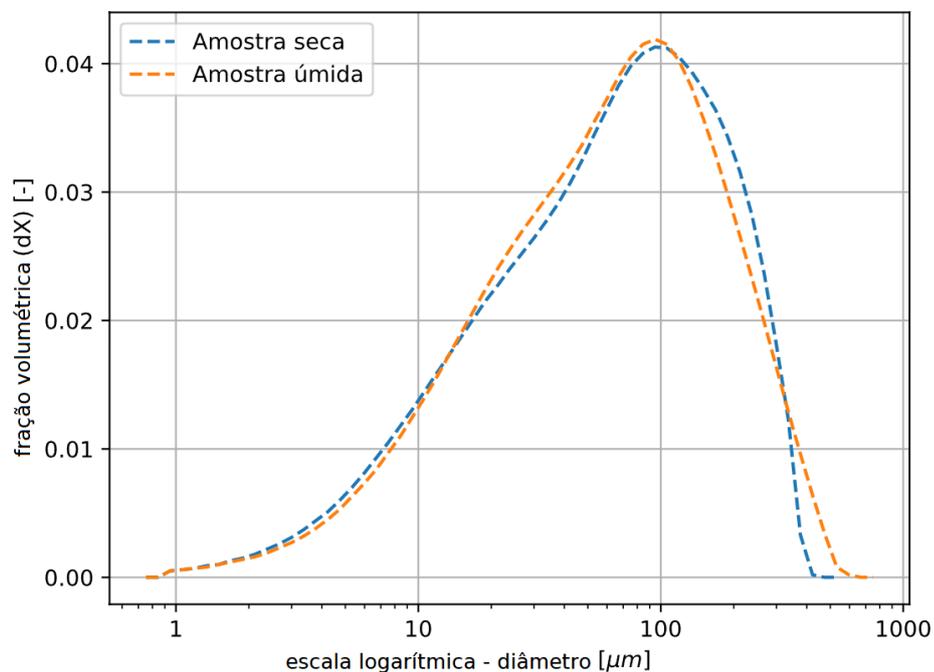


Figura 4.4 - Distribuição granulométrica da amostra seca e da amostra úmida.

O modelo de Rosin-Rammler-Bennet (RRB), extensivamente utilizado na literatura, foi utilizado para representar os dados experimentais de distribuição granulométrica, Figura 4.5. O modelo ajustado por meio de uma regressão não-linear, utilizando-se o *software msanalyzer*, apresentando um erro médio de 0,99% e R^2 de 0,9991. Os parâmetros do modelo, Equação (4.1), foram $D' = 87,517 \pm 0,698 \mu\text{m}$ e $n = 1,011 \pm 0,009$. A distribuição fornece um valor de D_{90} de $199,64 \mu\text{m}$, que significa que 90% do material particulado possui diâmetro inferior a este valor. Os valores numéricos a respeito da granulometria do material podem ser encontrados no Apêndice B.

$$X(d) = 1 - \exp \left[1 - \left(\frac{d}{D'} \right)^n \right] \quad (4.1)$$

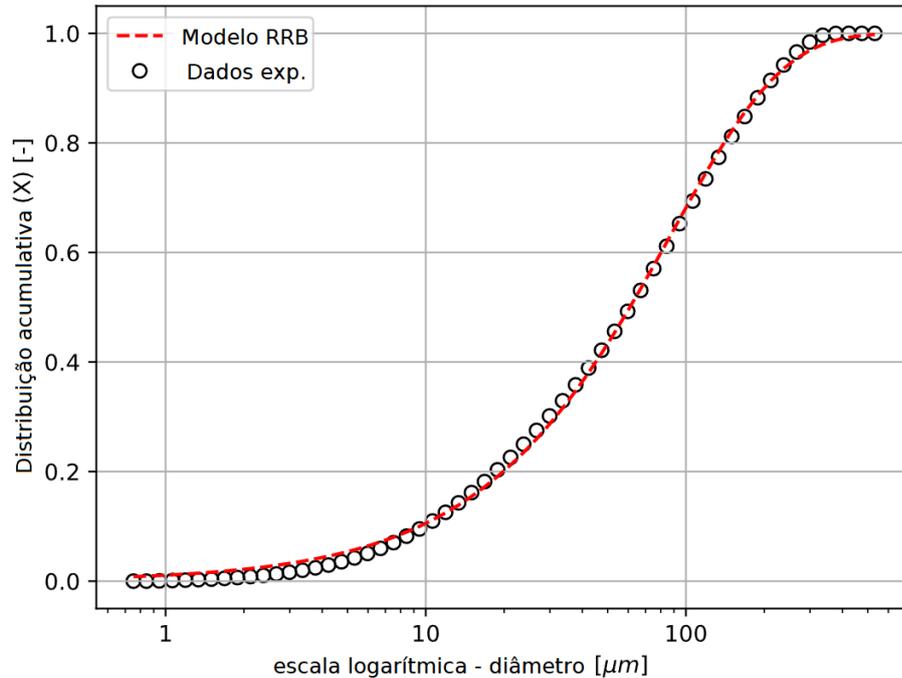


Figura 4.5 - Modelo RRB ajustado aos dados experimentais.

4.1.3. Densidades real e aparente

Na Tabela 4.3 é apresentado os valores médios da densidade real, estimados por picnometria com gás hélio, para a amostra úmida e para a amostra seca separada em quatro faixas granulométricas. Ressalta-se que o aparelho utilizado para análise realiza cinco medições e fornece a média e o desvio padrão das mesmas. Percebe-se a proximidade entre os resultados obtidos, reforçando a pureza do material. A média entre estes valores é de $1,3734 \text{ g/cm}^3$ e, por meio de um teste de hipótese ($\alpha = 5\%$), pode-se afirmar que não há diferença estatística entre eles.

Tabela 4.3 - Densidades reais das amostras de coque.

Amostra	ρ [g/cm³]	Desvio padrão [g/cm³]
Úmida	1,3718	0,0015
$\geq 150 \mu m$	1,3746	0,0017
[106 μm , 150 μm)	1,3735	0,0017
[75 μm , 106 μm)	1,3747	0,0013
$< 75 \mu m$	1,3723	0,0011

A densidade aparente encontrada, estimada por meio da técnica de picnometria líquida utilizando álcool isopropílico como solvente (Seção 3.3.3), foi de $1,3276 \pm 0,0145$ g/cm³. A partir dos valores de densidade real e aparente, pode-se estimar a porosidade (ε) do material por meio da Equação (4.2). A porosidade encontrada é aproximadamente 3,3%.

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho} \quad (4.2)$$

4.1.4. Análise imediata

Na Tabela 4.4 encontram-se os resultados obtidos pela análise imediata do material particulado, feita em triplicata. Os resultados médios são comparados com os valores encontrados na literatura.

Tabela 4.4 - Resultados da análise imediata.

Amostra	Umidade [%]	Material volátil [%]	Teor de cinzas [%]	Carbono fixo [%]
1	0,120	12,092	0,531	87,257
2	0,150	11,426	0,440	87,984
3	0,130	10,987	0,501	88,382
média	0,133	11,502	0,490	87,874
desvio padrão	0,015	0,557	0,046	0,570
Literatura (Seção 2.2)	$< 0,28$	8,0 - 15,0	0,3 - 0,5	86,0 - 92,0

Verifica-se que os valores obtidos experimentalmente estão de acordo com os dados presentes na literatura. O baixo teor de cinzas e a elevada quantidade de carbono fixo presente no coque de petróleo o tornam um subproduto economicamente interessante, uma vez que tais propriedades são desejadas em combustíveis, por exemplo.

4.1.5. Análise de poros e da área superficial específica

Os resultados da análise de poros e da área superficial específica do coque estão disponibilizados na Tabela 4.5.

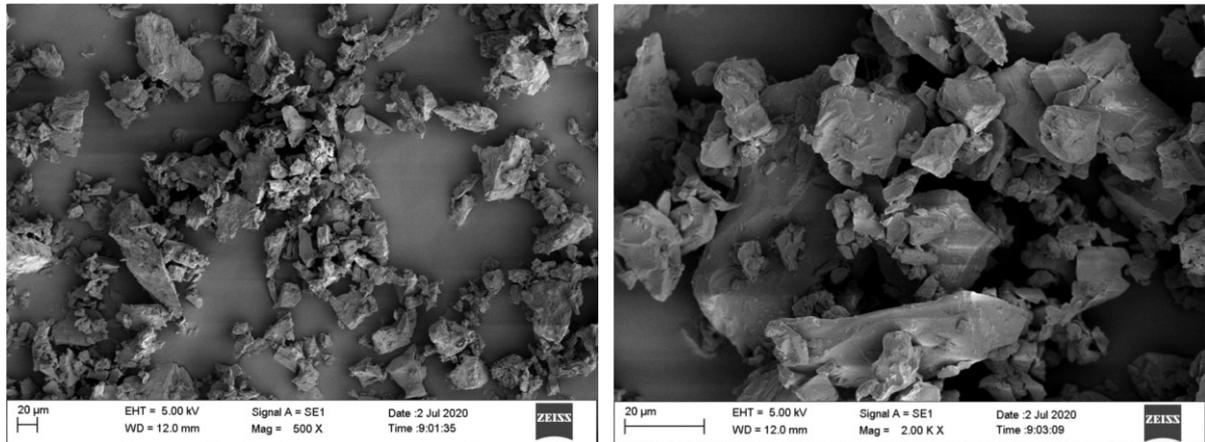
Tabela 4.5 - Resultados obtidos pela análise de poros e da área superficial específica.

Resultado	Valor
Área superficial específica (método BET) [m ² /g]	0,1456
Volume específico total de poros [cm ³ /g]	0,0011
Diâmetro médio de poros [nm]	30,65

Os resultados obtidos estão de acordo com valores encontrados na literatura. Wu (2020) analisou o coque de petróleo e encontrou valores máximos de 0,2 m²/g para a área superficial específica, obtida pelo método BET, e um volume específico total de poros de no máximo 0,01 cm³/g. Pourrezaei *et al.* (2013) analisaram a distribuição de diâmetro dos poros no coque de petróleo e encontraram valores entre 2 e 36 nm, constatando que o coque é um material mesoporoso.

4.1.6. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Na Figura 4.6 são apresentadas as imagens da superfície do coque verde de petróleo, obtidas a partir da análise de microscopia eletrônica de varredura.



(a)

(b)

Figura 4.6 - Microscopia eletrônica de varredura. (a) Magnitude 500x. (b) Magnitude 2000x.

As imagens comprovam visualmente, à um nível microscópico, a baixa porosidade do coque, complementando a análise da densidade do material. Também, mostram um material que apresenta várias arestas do tipo angular ou sub-angular, de baixa esfericidade.

4.2. Resultados da separação de coque de petróleo com hidrociclones

As Tabelas 4.6, 4.7 e 4.8 referem-se aos resultados dos experimentos realizados para o hidrociclone com rampa de alimentação (CR), para o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR) e para o mini-hidrociclone (MH), respectivamente. A partir destes resultados, modelos matemáticos para cada resposta foram ajustados e discutidos nas seções seguintes.

Tabela 4.6 - Resultados experimentais para o planejamento 3 níveis com 2 fatores para o hidrociclone com rampa de alimentação (CR).

Exp.	C	ΔP	Capacidade [kg/h]	R_L [%]	Eficiência [%]
1	-1	-1	1917,95	61,38	93,15
2	-1	0	2746,47	59,76	93,83
3	-1	1	3390,38	59,52	95,83
4	0	-1	2031,40	61,55	93,53
5	0	0	2840,08	58,47	94,68
6	0	0	2829,02	58,23	94,57
7	0	1	3487,24	57,37	94,84
8	1	-1	2037,05	60,31	93,50
9	1	0	2964,29	57,10	94,24
10	1	1	3679,64	56,09	94,92

Tabela 4.7 - Resultados experimentais para o planejamento 3 níveis com 2 fatores para o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR).

Exp.	C	ΔP	Capacidade [kg/h]	R_L [%]	Eficiência [%]
1	-1	-1	2000,16	62,85	92,27
2	-1	0	2906,13	60,14	92,64
3	-1	1	3594,57	59,03	93,88
4	0	-1	2017,50	62,15	93,61
5	0	0	2921,25	59,15	94,74
6	0	0	2933,89	59,42	94,22
7	0	1	3586,58	57,94	95,14
8	1	-1	1998,84	60,75	93,54
9	1	0	3199,62	61,04	94,77
10	1	1	3698,13	56,89	94,72

Tabela 4.8 - Resultados experimentais para o planejamento 3 níveis com 2 fatores para o mini-hidrociclone (MH).

Exp.	C	ΔP	Capacidade [kg/h]	R_L [%]	Eficiência [%]
1	-1	-1	750,61	31,46	83,97
2	-1	0	1082,21	28,96	84,48
3	-1	1	1341,80	27,54	87,10
4	0	-1	803,60	28,88	84,35
5	0	0	1115,61	26,64	85,67
6	0	0	1134,35	25,83	85,13
7	0	1	1372,92	24,93	86,61
8	1	-1	828,33	28,05	85,29
9	1	0	1157,27	24,90	87,75
10	1	1	1410,37	23,67	89,04

As superfícies de resposta dos modelos ajustados para os três hidrociclones estudados são apresentadas no Apêndice C.

4.2.1. Capacidade

O tratamento estatístico dos resultados de capacidade de processamento permitiu correlacionar empiricamente as variáveis independentes selecionadas com esta resposta. As equações apresentam apenas os parâmetros que influenciaram significativamente a resposta com 95% de confiança.

Na Equação (4.3) há a correlação para a capacidade de processamento obtida para o hidrociclone com rampa (CR).

$$W_{a-CR} \left[\frac{kg}{h} \right] = 2786,91 + 208,725 \bar{C} + 1523,62 \bar{P} + 88,87 \bar{P}^2 \quad (4.3)$$

Observa-se que todas as variáveis influenciaram significativamente na resposta de interesse. O valor de R^2 obtido foi de 0,9967, apontando que o modelo proposto descreve de modo satisfatório a variabilidade dos dados obtidos. Todas as variáveis contribuíram positivamente para a capacidade, e a queda de pressão foi o fator mais influente nesta resposta.

Pelas Figuras 4.7 e 4.8 é possível analisar a distribuição de resíduos para a Equação (4.3). Verifica-se que uma distribuição de resíduos aleatória ao redor das médias obtidas, ausentes de tendência, indicando uma distribuição normal.

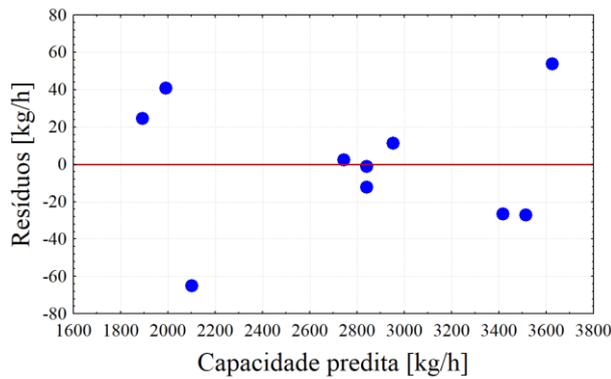


Figura 4.7 - Distribuição de resíduos para a capacidade do hidrociclone CR.

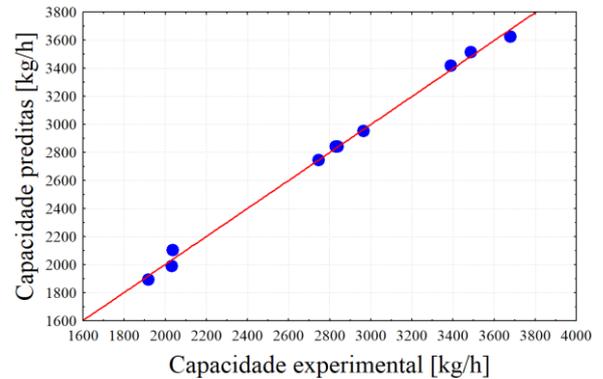


Figura 4.8 - Capacidade predita e capacidade experimental do hidrociclone CR.

Para o estudo feito com o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR), a correlação obtida para a capacidade de processamento é apresentada na Equação (4.4). O modelo correlacionado com os dados experimentais apresentou um R^2 de 0,9925, indicando que o modelo foi adequado.

$$W_{a-SR} \left[\frac{kg}{h} \right] = 2877,69 + 1620,92 \bar{P} + 185,20 \bar{P}^2 \quad (4.4)$$

Pelo modelo, verifica-se que apenas a queda de pressão influenciou significativamente na resposta. Analisando cada configuração e depois realizando a média das variações, constata-se que a capacidade de processamento do hidrociclone sem rampa foi 4,2% maior que a do hidrociclone com rampa; ou seja, fixando um mesmo valor de capacidade de processamento para as Equações (4.3) e (4.4), estima-se que o hidrociclone com rampa apresentará uma queda de pressão menor.

Silva (2012), concluiu por meio de técnicas CFD que a presença da rampa de alimentação reduz a perda de carga no equipamento, consequentemente reduzindo a queda de

pressão, em cerca de 25%. No presente trabalho, o pequeno efeito da rampa de alimentação sobre a capacidade, de apenas 4,2%, levanta a hipótese de que a inclinação da rampa de alimentação (11°) não exerceu influência suficiente, provavelmente devido ao tamanho do equipamento. Uma rampa com maior inclinação possivelmente causaria mais impacto no escoamento do fluido no interior do hidrociclone, fazendo com que a diferença na queda de pressão entre os equipamentos se tornasse mais perceptível.

A distribuição de resíduos para este modelo é apresentada nas Figuras 4.9 e 4.10. Percebe-se que uma distribuição normal de resíduos, sem a presença de tendências.

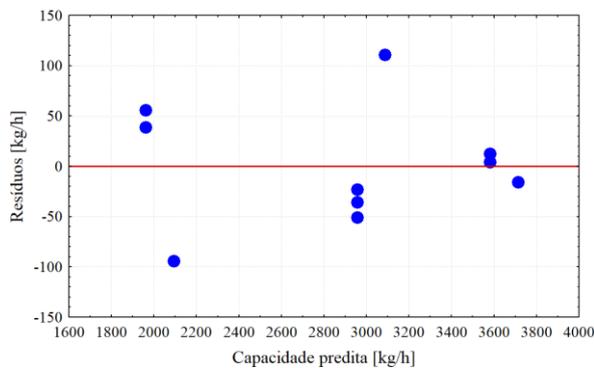


Figura 4.9 - Distribuição de resíduos para a capacidade do hidrociclone SR.

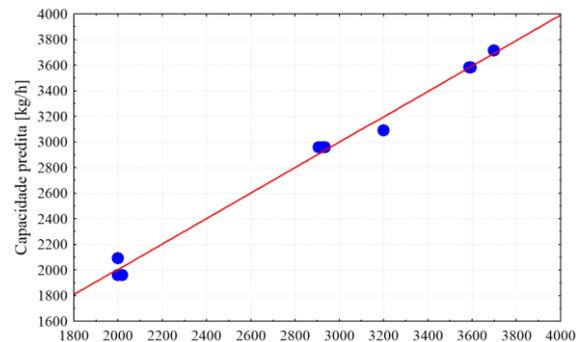


Figura 4.10 - Capacidade predita e capacidade experimental do hidrociclone SR.

Com enfoque no impacto causado pela presença/ausência da rampa na resposta, na Figura 4.11 é apresentada, de forma gráfica, os valores das Tabelas 4.6 e 4.7 para a capacidade de processamento. Nota-se que, no geral, a presença da rampa de alimentação causou uma redução na capacidade de processamento do equipamento. Esta tendência é mais perceptível nas condições de menor concentração (experimentos 1, 2, e 3), enquanto que em concentrações maiores a diferença entre as capacidades é inferior ou até mesmo estatisticamente nula. Uma hipótese que explica esta redução nas diferenças da resposta é o fato de que, em maiores concentrações de sólido, a suspensão alimentada tende a se comportar mais como um fluido de maior densidade (lama), e seu comportamento fluidodinâmico altera-se de modo que o fluido percebe menos a influência da inclinação da rampa. Isto corrobora a ideia de que uma inclinação mais acentuada causaria mais efeito na capacidade.

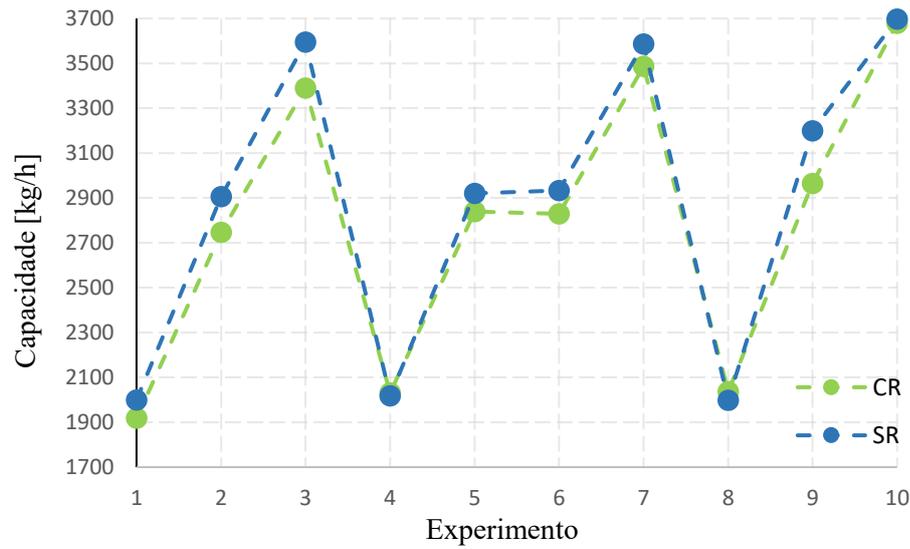


Figura 4.11 - Comparação das respostas obtidas para a capacidade de processamento a partir dos experimentos realizados nos hidrociclones com rampa e sem rampa de alimentação.

Por fim, na Equação (4.5) encontra-se o modelo para a capacidade de processamento para o mini-hidrociclone estudado (MH). Tanto a concentração quanto a queda de pressão influenciaram significativamente na resposta. O modelo apresentou um R^2 de 0,9994.

$$W_{a-MH} \left[\frac{kg}{h} \right] = 1096,89 + 73,78 \bar{C} + 580,85 \bar{P} + 36,86 \bar{P}^2 \quad (4.5)$$

A capacidade de processamento do hidrociclone foi em média 60,5% e 61,72% inferior às capacidades do hidrociclone com rampa e do hidrociclone sem rampa, respectivamente. Esta grande diferença na capacidade de processamento é naturalmente explicada pela dimensão dos equipamentos, uma vez que, por restrições geométricas, o mini-hidrociclone fica limitado em processar pequenas quantidades de suspensão.

Nas Figuras 4.12 e 4.13 encontram-se a distribuição normal de resíduos, sem a presença de tendências, para o modelo da capacidade de processamento do mini-hidrociclone, indicando bom ajuste do modelo.

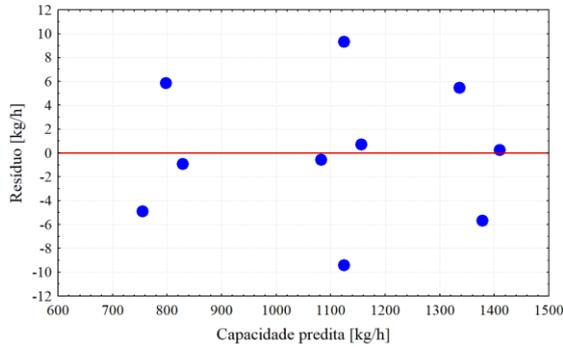


Figura 4.12 - Distribuição de resíduos para a capacidade do hidrociclone MH.

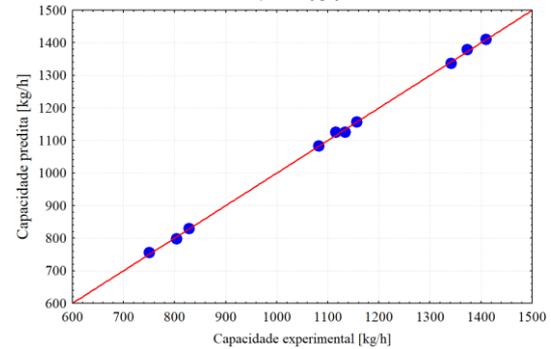


Figura 4.13 - Capacidade predita e capacidade experimental do hidrociclone MH.

Uma comparação visual da capacidade de processamento obtida para cada queda de pressão analisada, considerando a concentração fixa de 4,75% (fator no nível 0), para os três hidrociclones estudados, é apresentada na Figura 4.14. Destaca-se, visualmente, a alta capacidade dos hidrociclones de diâmetro característico de 5,0 cm quando comparado com o mini-hidrociclone de 3,5 cm.

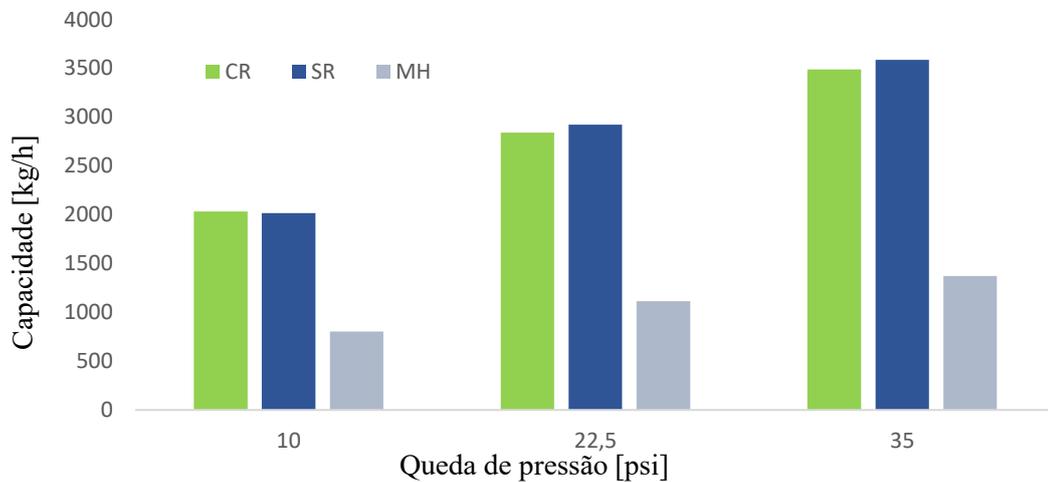


Figura 4.14 - Comparação da capacidade de processamento experimental, fixando a concentração em 4,75% e variando a queda de pressão, para os três hidrociclones estudados.

4.2.2. Razão de líquido

Os resultados experimentais da razão de líquido foram tratados estatisticamente e correlacionados empiricamente com os fatores estudados. Nas equações são apresentadas apenas os parâmetros que influenciaram significativamente a resposta com 95% de confiança.

Na Equação (4.6) é apresentada a correlação para a razão de líquido obtida para o hidrociclone com rampa (CR).

$$R_{L-CR}[\%] = 59,04 - 2,38 \bar{C} - 3,42 \bar{P} \quad (4.6)$$

Observa-se que todas as variáveis influenciaram significativamente na resposta de interesse. O valor de R^2 obtido foi de 0,9363, indicando que o modelo proposto foi adequado. Todos os fatores contribuíram negativamente para a razão de líquido.

As Figuras 4.15 e 4.16 permitem verificar a distribuição de resíduos para esta correlação. Constata-se que a presença da distribuição de resíduos aleatória ao redor da média zero, ausentes de tendência.

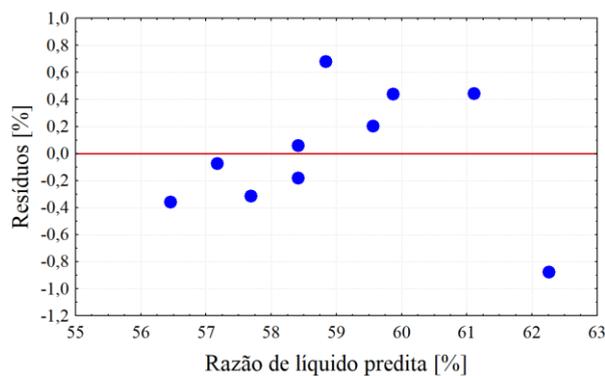


Figura 4.15 - Distribuição de resíduos para a razão de líquido do hidrociclone CR.

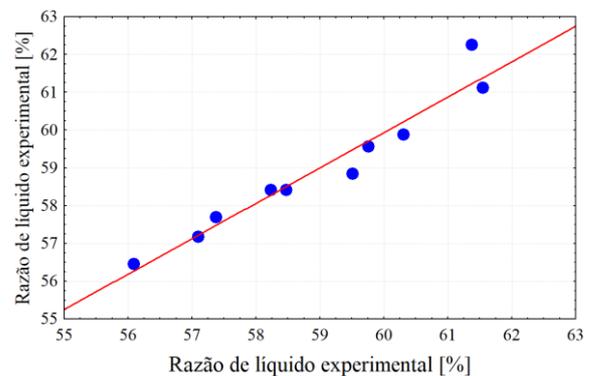


Figura 4.16 - Razão de líquido predita e experimental do hidrociclone CR.

Para o estudo feito com o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR), a Equação (4.7) apresenta a correlação obtida para a razão de líquido. O modelo correlacionado com os dados experimentais apresentou um R^2 de 0,85702.

$$R_{L-SR}[\%] = 59,9 - 3,972 \bar{P} \quad (4.7)$$

Pelo modelo, verifica-se que apenas a pressão influenciou significativamente na resposta, exercendo uma influência negativa. Em média, a razão de líquido do hidrociclone sem rampa foi 1,64% maior que a do hidrociclone com rampa.

Nas Figuras 4.17 e 4.18 encontram-se as distribuições de resíduos para este modelo. Visualmente, verifica-se que a distribuição de resíduos segue uma distribuição normal.

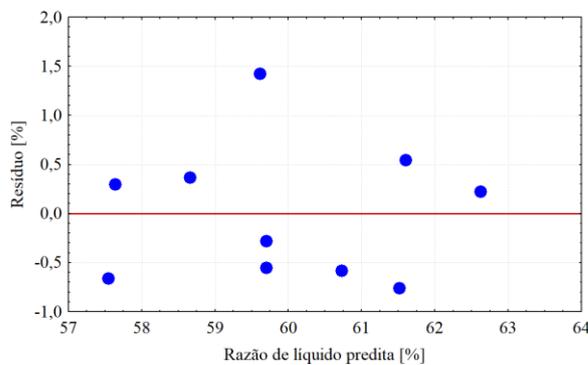


Figura 4.17 - Distribuição de resíduos para a razão de líquido do hidrociclone SR.

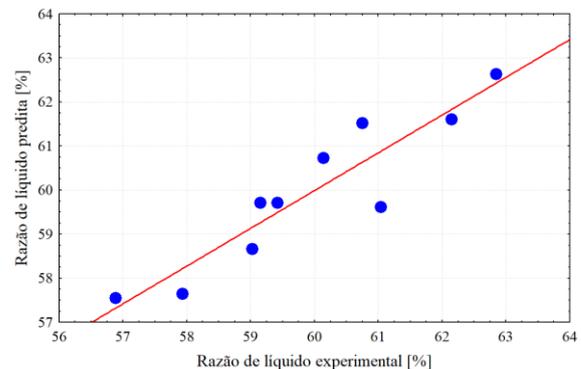


Figura 4.18 - Razão de líquido predita e experimental do hidrociclone SR.

Na Figura 4.19 é apresentada, de forma gráfica, os valores das Tabelas 4.6 e 4.7 para a razão de líquido, considerando os experimentos realizados com os dois hidrociclones propostos. Observa-se que, com exceção da configuração 3, as razões de líquido obtidas pelo equipamento com rampa de alimentação foram inferiores. Usualmente, estudos encontrados literatura destacam a influência da rampa de alimentação da eficiência de separação e, principalmente, na queda de pressão (MORGAN, 2005; OLSON; VAN OMMEN, 2004; SILVA, 2012). No entanto, como pode ser observado experimentalmente, esta modificação não convencional também possui influência na razão de líquido: uma rampa de alimentação, ao forçar a suspensão a se mover na direção do *underflow* e ao reduzir a turbulência do escoamento no interior do hidrociclone, indiretamente faz com que a o *vortex* ascendente, formado pela diferença de pressão, encontre menos resistência ao se mover para o *overflow*.

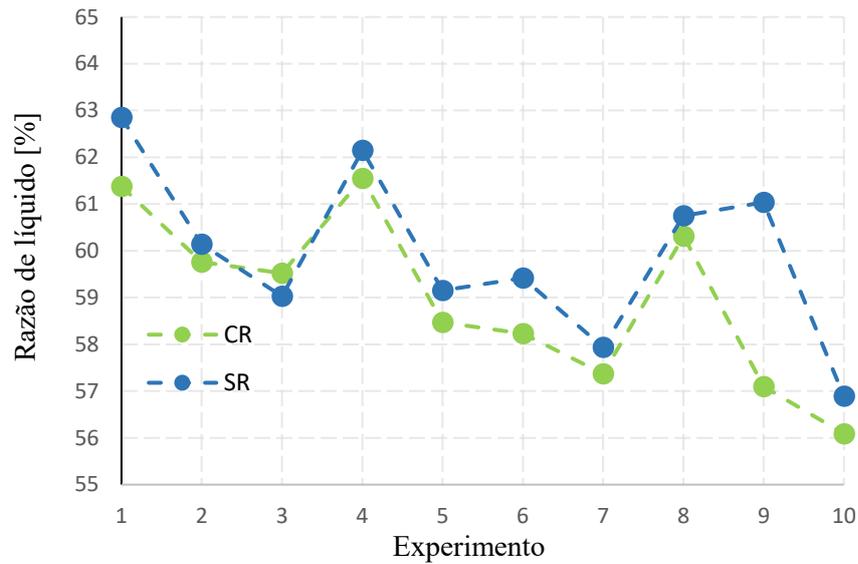


Figura 4.19- Comparação das respostas obtidas para a razão de líquido a partir dos experimentos realizados nos hidrociclones com rampa e sem rampa de alimentação.

Já para o mini-hidrociclone (MH), o modelo para a razão de líquido é apresentado na Equação (4.8). Tanto a concentração quanto a queda de pressão influenciaram significativamente na resposta, com ambos os termos lineares e quadráticos; todas as variáveis impactaram negativamente na resposta. O modelo apresentou um R^2 de 0,9908.

$$R_{L-MH}[\%] = 27,18 - 3,78 \bar{C} - 4,08 \bar{P} - 0,74 \bar{C}^2 - 0,71 \bar{P}^2 \quad (4.8)$$

Percebe-se que o mini-hidrociclone foi o equipamento que forneceu as menores razões de líquido. Isto acontece pelas restrições impostas ao escoamento do fluido, devido ao menor espaço interior no equipamento. Estas restrições dificultam o escoamento da corrente de *underflow*, favorecendo o *vortex* formado no interior do equipamento e, portanto, aumentando a vazão da corrente de *overflow*. Geralmente, uma baixa razão de líquido é desejável; no entanto, Svarovsky (2000) destaca o fato que altas taxas de razões de líquido favorecem o processo de clarificação do *overflow*, que é o objetivo proposto para a separação de coque. A eficiência de separação será abordada na seção seguinte.

Pelas Figuras 4.20 e 4.21 visualiza-se a distribuição normal de resíduos, sem a presença de tendências, para o modelo da razão de líquido. A distribuição demonstra que o modelo é satisfatório.

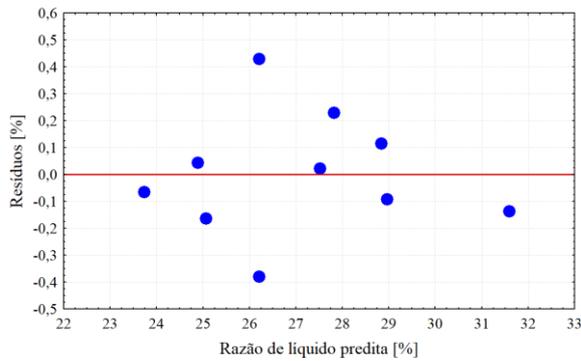


Figura 4.20 - Distribuição de resíduos para a razão de líquido do hidrociclone MH.

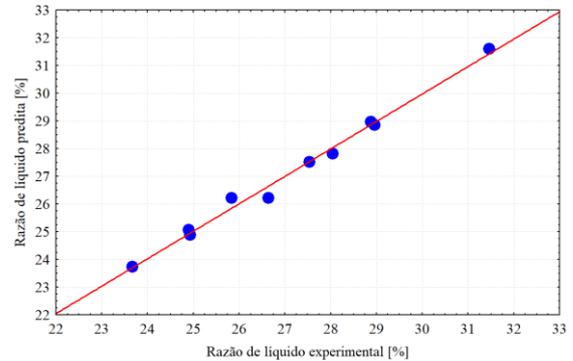


Figura 4.21 - Razão de líquido predita e experimental do hidrociclone MH.

É apresentado na Figura 4.22 uma comparação visual da razão de líquido obtida para cada queda de pressão estudada, considerando a concentração fixa de 4,75% (fator no nível 0), para os três hidrociclones estudados.

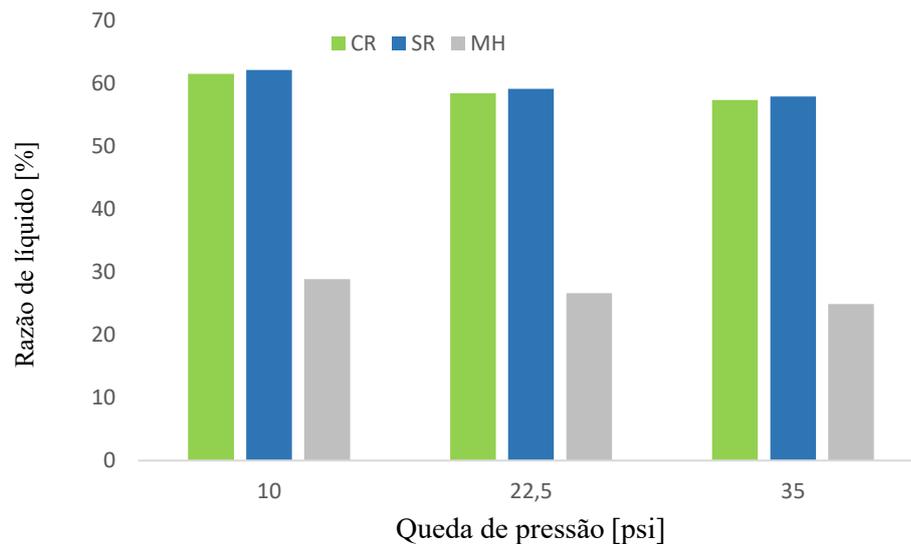


Figura 4.22 - Comparação da razão de líquido experimental, fixando a concentração em 4,75% e variando a queda de pressão, para os três hidrociclones estudados.

O mini-hidrociclone foi o equipamento que apresentou maiores variações na razão de líquido, justamente pelas maiores restrições geométricas: os valores observados se encontram entre 23,67% e 31,46%. Já nos hidrociclones maiores, os limites das razões de líquido observadas foram 56,09% e 61,55%, para o hidrociclone com rampa de alimentação, e 56,89% e 62,85% para o hidrociclone sem rampa de alimentação.

4.2.3. Eficiência total de separação

Com o tratamento estatístico dos resultados de eficiência total correlacionou-se empiricamente as variáveis independentes com a resposta observada. Nas equações são apresentados apenas os parâmetros que influenciaram significativamente a resposta com 95% de confiança.

Na Equação (4.9) encontra-se a correlação para a eficiência total de processamento obtida para o hidrociclone com rampa (CR). A maior e menor eficiência observadas experimentalmente foram, 95,83% e 93,15%, respectivamente.

$$\eta_{CR}[\%] = 94,29 + 1,81 \bar{P} \quad (4.9)$$

Observa-se por que apenas a queda de pressão influenciou significativamente na resposta, contribuindo positivamente para a mesma. O valor de R^2 obtido para o modelo foi de 0,8217.

As Figuras 4.23 e 4.24 possibilitam analisar graficamente a distribuição de resíduos para a Equação (4.9). Verifica-se que uma distribuição normal para os resíduos obtidos por meio do modelo ajustado.

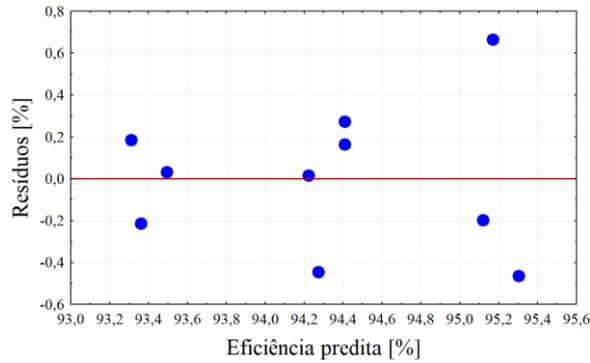


Figura 4.23 - Distribuição de resíduos para a eficiência de separação do hidrociclone CR.

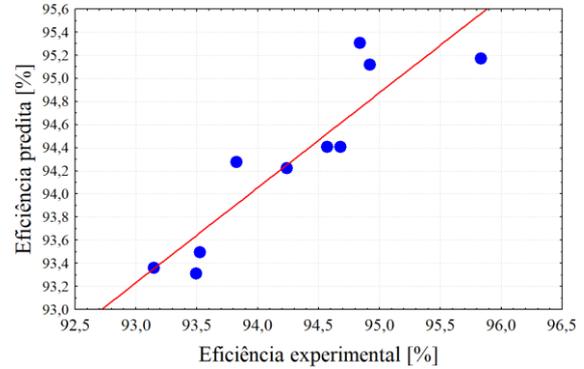


Figura 4.24 - Capacidade predita e razão de líquido experimental do hidrociclone CR.

Para o estudo feito com o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR), é apresentado na Equação (4.10) a correlação obtida para a eficiência total de separação. O modelo correlacionado com os dados experimentais apresentou um R^2 de 0,9296.

$$\eta_{SR}[\%] = 93,89 + 1,41 \bar{C} + 1,43 \bar{P} + 0,77 \bar{C}^2 \quad (4.10)$$

Pelo modelo da Equação (4.10), constata-se que todas as variáveis independentes afetaram significativamente a resposta. Matematicamente, observa-se que o modelo associa uma eficiência de separação mínima de 93,89% (termo constante) para o hidrociclone sem rampa nas condições estudadas. A maior e menor eficiência observadas experimentalmente foram, 95,14% e 92,77%, respectivamente.

Por meio das Figuras 4.25 e 4.26 é possível visualizar a distribuição de resíduos para o modelo de eficiência total de separação. Percebe-se que uma distribuição normal de resíduos, sem a presença de tendências.

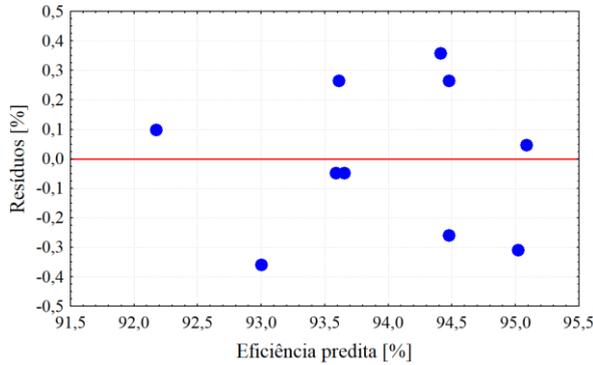


Figura 4.25 - Distribuição de resíduos para a eficiência de separação do hidrociclone SR.

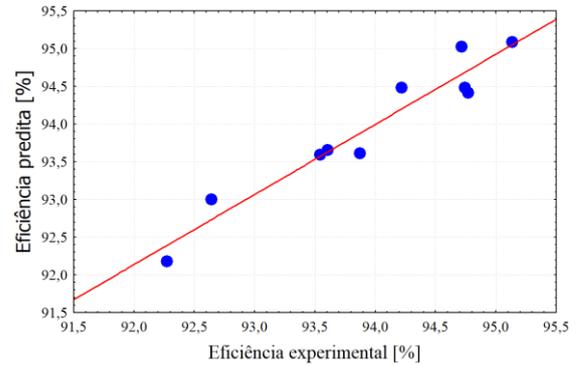


Figura 4.26 - Capacidade predita e razão de líquido experimental do hidrociclone SR.

Na Figura 4.27 os valores das Tabelas 4.6 e 4.7 para a eficiência de separação são apresentados, considerando os experimentos dos dois hidrociclones propostos. Observa-se o aumento da eficiência com a pressão e destaca-se o impacto causado pela presença da rampa de alimentação nas condições de menor concentração de sólidos. Uma discussão semelhante à encontrada na Seção 4.2.1 pode ser feita: os efeitos da rampa inclinada deixam de serem perceptíveis quando a suspensão se torna mais densa, devido as alterações do comportamento fluidodinâmico no fluido. Novamente, sendo assim, surge naturalmente a ideia de que uma rampa de alimentação com maior inclinação realçaria o efeito desta modificação na resposta estudada.

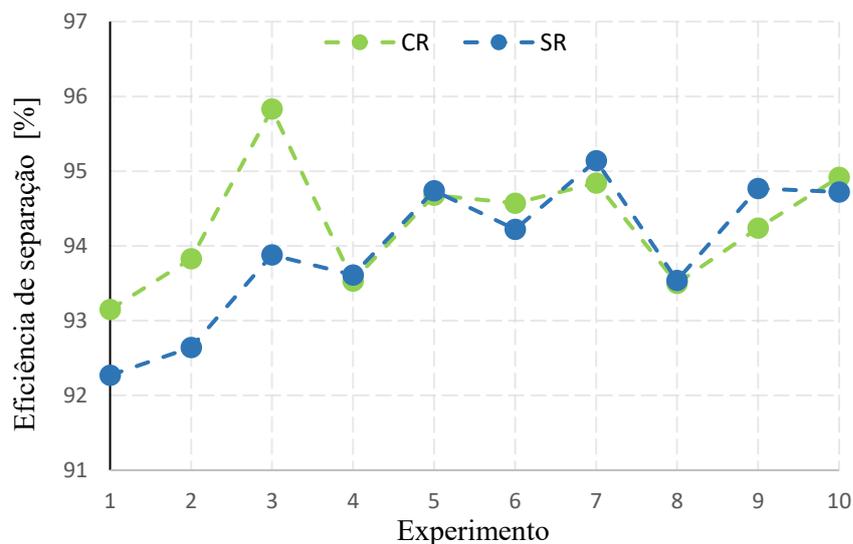


Figura 4.27 - Comparação das respostas obtidas para a eficiência de separação a partir dos experimentos realizados nos hidrociclones com rampa e sem rampa de alimentação.

Por fim, é indicado na Equação (4.11) o modelo para estimar a eficiência de separação o para o mini-hidrociclone (MH). Tanto a concentração quanto a queda de pressão influenciaram significativamente e positivamente na resposta. O modelo apresentou um R^2 de 0,9577.

$$\eta_{MH}[\%] = 86,00 + 2,18 \bar{C} + 3,04 \bar{P} \quad (4.11)$$

As menores eficiências de separação obtidas foram observadas ao utilizar o mini-hidrociclone. A máxima e a mínima eficiência observada foram 83,97% e 89,04%, respectivamente.

É apresentando graficamente, por meio das Figuras 4.28 e 4.29, a distribuição normal observada nos resíduos do modelo, indicando a adequação do modelo aos dados experimentais observados.

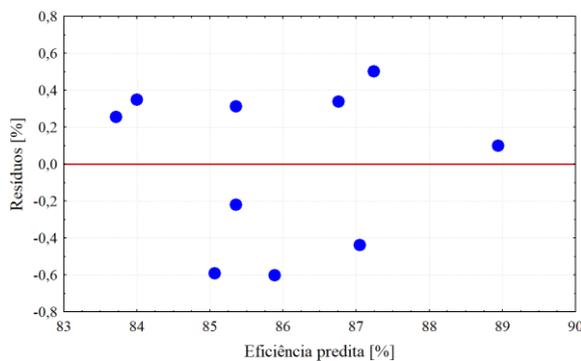


Figura 4.28 - Distribuição de resíduos para a eficiência de separação do hidrociclone MH.

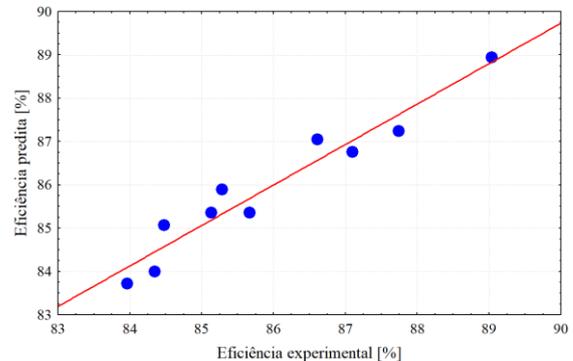


Figura 4.29 - Capacidade predita e razão de líquido experimental do hidrociclone MH.

Uma comparação gráfica da eficiência de separação obtida para cada queda de pressão estudada, considerando a concentração fixa de 4,75% (fator no nível 0), para os três hidrociclones estudado é apresentada na Figura 4.30. Observa-se que, em termos de eficiência, o mini-hidrociclone apresentou o pior desempenho. Já os hidrociclones com diâmetro de 5,0 cm apresentaram eficiências maiores, o que pode ser explicado pelas altas razões de líquido observadas nestes equipamentos: estas elevadas razões de líquido ajudam a clarificação da corrente de *overflow* devido ao efeito T discutido na Seção 2.4.3.3. Destaca-se também o fato

de que a presença da rampa de alimentação proporcionou um aumento na eficiência de separação. No geral, uma suspensão alimentada com mais pressão favoreceu o aumento da eficiência.

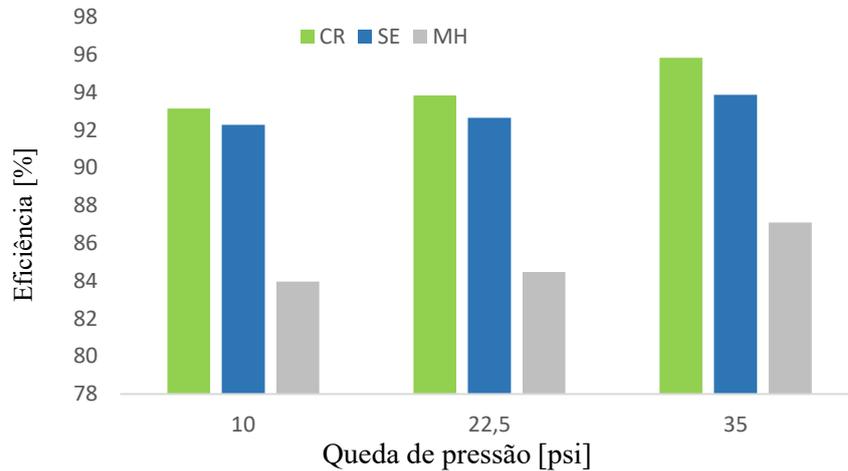


Figura 4.30 - Comparação da eficiência de separação experimental, fixando a concentração em 4,75% e variando a queda de pressão, para os três hidrociclones estudados.

4.2.4. Curvas de eficiência granulométrica reduzida

Uma vez que os três hidrociclones estudados apresentaram diferentes níveis de razões de líquido, o estudo da curva de eficiência granulométrica reduzida se torna interessante, pois permite que esta resposta, a razão de líquido, seja desconsiderada da análise, permitindo a estudar separadamente o poder de separação do equipamento sem considerar o efeito T.

As curvas de eficiência granulométrica reduzida foram geradas a partir dos dados de distribuição granulométrica das correntes do hidrociclone. A partir dessas curvas, é possível definir a eficiência total para cada tamanho de partícula estudado.

Na Figura 4.31 são apresentadas as curvas de eficiência granulométrica reduzida para o hidrociclone com rampa de alimentação (CR), o hidrociclone sem rampa de alimentação (SR) e o mini-hidrociclone (MH), na condição do planejamento de concentração 4,75% e queda de pressão de 10,0 psi. Observa-se um aumento nas eficiências reduzidas individuais na seguinte ordem, MH, SR, CR.

Por meio de um método matemático para resolução de equações não lineares, como o método de Newton-Raphson, é possível estimar o diâmetro de corte reduzido (d'_{50}), para as curvas de eficiência granulométrica reduzida. Para as curvas CR, SR e MH da Figura 4.31, os diâmetros de corte reduzidos foram, respectivamente, 7,82; 10,58 e 16,46 μm . Constatou-se, exemplificando por este ponto específico, que o hidrociclone de 5,0 cm e com rampa de alimentação (CR) apresentou a maior eficiência de separação individual, desconsiderando o arraste de partículas pelo efeito T. Este comportamento também é observado nos outros pontos experimentais dos planejamentos executados.

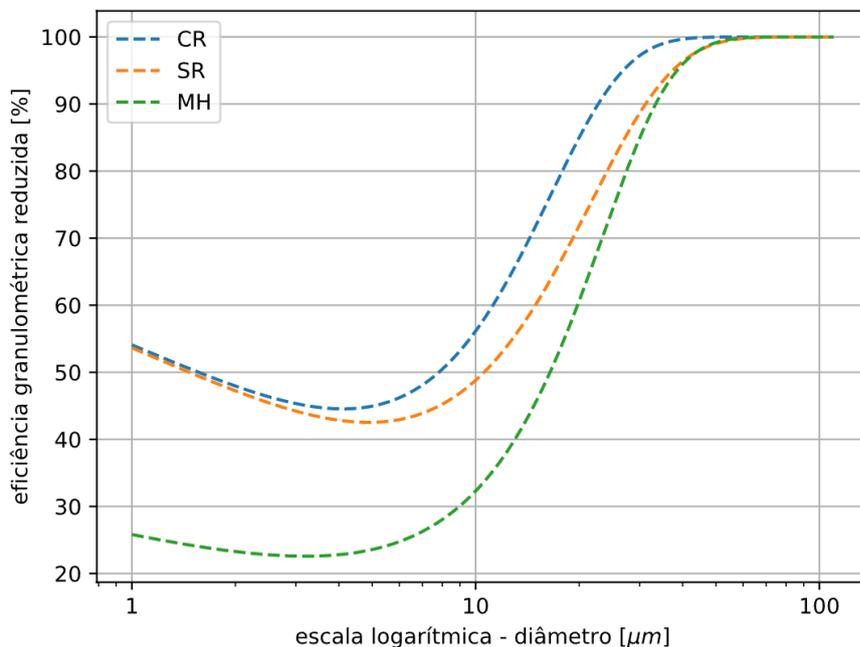


Figura 4.31 - Curvas de eficiência granulométrica reduzida para os três hidrociclones estudados, na condição de concentração 4,75% e queda de pressão de 10,0 psi.

Além disso, também se percebe a presença do efeito *fish-hook* nas curvas, principalmente nas curvas dos hidrociclones maiores. Com este efeito, ocorre um súbito aumento da eficiência em uma faixa de tamanho das partículas finas, o que altera a forma da curva de partição. Na literatura, não há consonância de ideias sobre a causa deste fenômeno. Alguns autores o consideram como um fenômeno físico: Bourgeois e Majumder (2013) o questionam, levantando a hipótese de que o efeito ocorre devido à restrições no número de Reynolds das partículas finas. Neesse *et al.* (2015) em seu trabalho discutem que o efeito ocorre a partir da interação entre as partículas finas e grossas. Outros autores participam da discussão,

levantando questões sobre a confiabilidade das medidas, apontando que o efeito *fish-hook* pode ser indicativos de erros de leituras relacionados à aglomeração de partículas mais finas.

4.2.5. Comparação da água clarificada obtida por processo de hidrociclonagem com o processo de sedimentação

Como mencionado anteriormente no presente trabalho, o processo de separação de finos de coque empregado pela Replan é feito por sedimentação. A água contendo o material particulado passa por uma série de compartimento, durante um longo tempo de residência, até que os sólidos se decantam. A Replan estima que a concentração de coque presente na água clarificada é de 0,05% a 0,10% em peso, enquanto que a concentração de coque presente na água contaminada, isto é, água antes de ser clarificada, é de 0,04% a 3,00%.

São apresentadas na Tabela 4.9 as concentrações de sólido obtidas nas correntes de *overflow* (água clarificada) de todos os experimentos executados para os três hidrociclones. Os valores sublinhados e em negrito são as concentrações que estão dentro do intervalo de concentração da água clarificada, informada pela refinaria.

Tabela 4.9 - Concentrações da água clarificada obtida pelo processo de hidrociclonagem, para os três equipamentos estudados.

Concentração da suspensão de alimentação [% , peso]	Queda de pressão [psi]	Concentração do <i>overflow</i> [peso, %]		
		CR	SR	MH
0,50	10,0	<u>0,082</u>	<u>0,086</u>	0,121
0,50	22,5	<u>0,076</u>	<u>0,088</u>	0,109
0,50	35,0	<u>0,054</u>	<u>0,073</u>	<u>0,092</u>
4,75	10,0	0,790	0,823	1,040
4,75	22,5	0,603	0,626	0,939
4,75	22,5	0,619	0,637	0,912
4,75	35,0	0,569	0,562	0,860
9,00	10,0	1,572	1,565	2,030
9,00	22,5	1,307	1,343	1,626
9,00	35,0	1,156	1,204	1,432

É observado que na menor concentração e em qualquer pressão estudada, os dois hidrociclones projetados realizam o processo de clarificação da água dentro da eficiência atingida pelo processo de purificação atual implementado na refinaria. Mesmo sendo que os dois processos de separação apresentam um resultado final parecido, o processo de hidrociclonagem se destaca por ser um sistema contínuo, atuando com grande capacidade de processamento de suspensão quando se utiliza uma bateria de equipamentos, enquanto que o processo de separação de coque por sedimentação usualmente utiliza-se de um grande tempo de residência para atingir esta mesma eficiência. Conclui-se, então, que a separação de finos de coque por hidrociclonagem é uma alternativa viável e de grande interesse, uma vez que traz vantagens em um ponto de vista técnico-econômico-temporal. Com o aumento da concentração de coque na água, ocorre também, conseqüentemente, um aumento na concentração de sólidos presentes no *overflow*. No caso específico da refinaria, por trabalharem com suspensões com concentrações de até 3,0%, os hidrociclones projetados ainda atuam de modo satisfatório, podendo, inclusive, atingir concentrações inferiores se arrançados em série. Este trabalho, ao coletar dados em concentrações mais elevadas, busca generalizar a aplicação dos equipamentos analisados.

O mini-hidrociclone também atingiu a mesma eficiência do processo de sedimentação somente no experimento com menor concentração de coque na alimentação e operando com a maior queda de pressão. No entanto, tanto sua eficiência de separação quanto sua capacidade de processamento são inferiores quando comparados com desempenho dos hidrociclones projetados. O fato do hidrociclone de maior diâmetro característico ter apresentado melhor desempenho em comparação ao mini-hidrociclone, na maioria dos pontos discutidos, com uma suspensão com sólido fino, retorna à atenção à influência das modificações não convencionais feitas nos hidrociclones projetados.

5. CONCLUSÃO E SUGESTÕES

Considerando os experimentos realizados e os principais resultados obtidos, destacam-se as seguintes conclusões:

- Foi possível caracterizar o coque verde de petróleo quanto a sua distribuição granulométrica e propriedades físicas. Verificou-se que se o coque é um material fino, puro e de baixa porosidade, composto, em sua maioria, de carbono. As estimativas das propriedades físicas se encontram dentro dos valores reportados pela literatura;
- Dois *softwares* foram projetados e implementados durante este trabalho. O *msanalyzer* foi desenvolvido para extrair e analisar os dados do *Mastersizer 2000*, fazendo a regressão não-linear de diversos modelos de distribuição de tamanho; esta ferramenta se demonstrou de grande utilidade para os usuários do laboratório. Uma outra ferramenta baseada em equações, denominada *HydroModel*, permite a fácil implementação de qualquer modelo matemático, possibilitando ao usuário resolver as equações de um sistema não-linear complexo, estimando quaisquer variáveis de interesse, de modo simples e prático. O *HydroModel* foi utilizado como base para o projeto das dimensões gerais de dois dos hidrociclones analisados;
- Por meio dos experimentos feitos com três hidrociclones diferentes, sendo dois hidrociclones projetados e usinados neste trabalho, foram obtidas expressões empíricas correlacionando as respostas de capacidade de processamento, razão de líquido e eficiência de separação com os fatores estudados de concentração de coque na suspensão e de queda de pressão observada no equipamento;
- Verificou-se que a pressão foi a variável de maior efeito positivo sobre a capacidade de processamento e sobre a eficiência de separação dos hidrociclones; e foi a variável de maior efeito negativo sobre a razão de líquido dos equipamentos. No cenário estudado, a queda de pressão foi sem dúvida a variável operacional que mais impactou nos resultados;
- A presença da rampa com inclinação de 11° no hidrociclone de 5,0 cm de diâmetro característico causou uma redução de cerca de 4,24% na queda de pressão do equipamento, e proporcionou um leve aumento na eficiência total de separação

quando comparado com o hidrociclone de mesmo diâmetro característico e ausente de rampa inclinada;

- Os hidrociclones de diâmetro característico de 5,0 cm apresentaram maiores capacidades, razões de líquido e eficiências de separação do que o mini-hidrociclone (de 3,5 cm). A eficiência, neste caso, está relacionada com a alta razão de líquido observada nos hidrociclones maiores: a separação de sólidos causada pelo efeito T auxiliou no aumento da eficiência de separação observada nestes equipamentos;
- Os hidrociclones projetados neste trabalho foram capazes de realizar a separação do coque verde de petróleo com eficiência similar ao atual processo de separação implementado pela Replan. Ao contrário da separação de sólidos por sedimentação, os hidrociclones funcionam em um processo contínuo e com alta capacidade de processamento, e, portanto, estes equipamentos surgem como uma alternativa viável e de grande interesse para as refinarias, trazendo vantagens técnicas, econômicas e temporais;
- O presente trabalho tem a ambição, em seus dados experimentais obtidos, de agregar ao conhecimento de separação de finos de coque utilizando hidrociclonagem como processo físico. Até o presente momento, existem poucos trabalhos na literatura que abordam este tema.

5.1. Sugestões para trabalhos futuros

Pela experiência obtida a partir deste trabalho, as seguintes sugestões para estudos futuros são apresentadas:

- Considerando que a rampa na alimentação com inclinação de 11° surtiu efeito reduzido sobre o desempenho do hidrociclone, seria interessante um estudo planejado do efeito do ângulo de inclinação no processo de hidrociclonagem;
- Sugere-se também o estudo experimental da relação entre o ângulo de inclinação da rampa e o tamanho característico do hidrociclone, objetivando investigar se a rampa de inclinação possui efeitos mais impactantes em um hidrociclone menor do que um hidrociclone maior;

- Sugere-se a inclusão de fatores geométricos nos planejamentos executados pelos novos hidrociclones propostos. Por exemplo, o estudo dos diâmetros do *underflow* e do *overflow* proporcionariam encontrar uma geometria ótima por meio da minimização da razão de líquido e da maximização da eficiência de separação juntamente com a capacidade de processamento;
- Recomenda-se, para ampliar a extensão do estudo do processo de hidrociclonagem, analisar a combinação de múltiplos hidrociclones. Por exemplo, estudar uma unidade na qual a água clarificada que deixa o hidrociclone maior (com mais capacidade) é alimentada em um mini-hidrociclone em série, buscando reduzir ainda mais a concentração de sólidos presente na suspensão;
- Avaliação da influência do *air core* nos novos hidrociclones usinados;
- Estudo numérico por técnicas de fluidodinâmica computacional, buscando comparar os dados experimentais obtidos com os resultados numéricos. As simulações também seriam de grande interesse para complementar as discussões, trazendo uma visão interna do escoamento.

REFERÊNCIAS

ALDRICH, C. **Hydrocyclones**. In: TARLETON, S. **Progress in filtration and separation**. 103. ed. United Kingdom: Academic Press, 2015. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384746-1.00001-X>.

ASTM D3173/D317-17A. **Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke**. Wes Conshohocken, PA: ASTM International, 2017. <https://doi.org/10.1520/D3173-03>.

ASTM D3174-02. **Standard Test Method for Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke**. Wes Conshohocken, PA: ASTM International, 2002. <https://doi.org/10.1520/D3174-12R18E01>.

ASTM D3175-07. **Standard Test Method for Volatile Matter in the Analysis Sample of Coal and Coke**. Wes Conshohocken, PA: ASTM International, 2007. <https://doi.org/10.1520/D3175-18>.

AUSTIN, L. G.; KLIMPEL, R. R. An improved method for analyzing classifier data. **Powder Technology**, v. 29, n. 2, p. 277–281, 1 jul. 1981. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(81\)87030-1](https://doi.org/10.1016/0032-5910(81)87030-1).

BICALHO, I. C. **Concentração de leveduras da fermentação alcoólica em hidrociclones**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia, 2011.

BIRGHILA, S.; POPOVICI, I. C. Evaluation of the Physical-Chemical Properties in Petroleum Coke. **Advances in Petroleum Exploration and Development**, v. 6, n. 2, p. 28–31, 26 dez. 2013. <https://doi.org/10.3968/j.aped.1925543820130602.1758>.

BORGES, C. **Modelagem matemática do processo industrial do coqueamento retardado**. Tese (Doutorado em Engenharia Química)—São Paulo, SP: Universidade de São Paulo, 2016. <https://doi.org/10.11606/T.3.2016.tde-29062016-162519>.

BOURGEOIS, F.; MAJUMDER, A. K. Is the fish-hook effect in hydrocyclones a real phenomenon? **Powder Technology**, v. 237, p. 367–375, 1 mar. 2013. <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2012.12.017>.

BOX, G. E. P.; HUNTER, J. S.; HUNTER, W. G. **Statistics for Experimenters: Design, Innovation, and Discovery**. 2. ed. New York: Wiley-Interscience, 2005. v. 1

BRADLEY, D. **The hydrocyclone**. Oxford: Pergamon Press, 1965.

BRAUN, T.; BOHNET, M. Influence of feed solids concentration on the performance of

hydrocyclones. **Chemical Engineering & Technology**, v. 13, n. 1, p. 15–20, 1 jan. 1990. <https://doi.org/10.1002/CEAT.270130104>.

CHU, L. et al. Enhancement of hydrocyclone performance by controlling the inside turbulence structure. **Elsevier**, v. 57, n. 1, p. 207–212, 2002. [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(01\)00364-5](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(01)00364-5).

CILLIERS, J. J.; HARRISON, S. T. L. The application of mini-hydrocyclones in the concentration of yeast suspensions. **The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal**, v. 65, n. 1, p. 21–26, 15 jan. 1997. [https://doi.org/10.1016/S0923-0467\(96\)03100-4](https://doi.org/10.1016/S0923-0467(96)03100-4).

COELHO, M. A. Z.; MEDRONHO, R. A. A model for performance prediction of hydrocyclones. **Chemical Engineering Journal**, v. 84, n. 1, p. 7–14, 15 set. 2001. [https://doi.org/10.1016/S1385-8947\(00\)00265-5](https://doi.org/10.1016/S1385-8947(00)00265-5).

COMMANDRÉ, J. M.; SALVADOR, S. Lack of correlation between the properties of a petroleum coke and its behaviour during combustion. **Fuel Processing Technology**, v. 86, n. 7, p. 795–808, 25 abr. 2005. <https://doi.org/10.1016/J.FUPROC.2004.08.001>.

CONCAWE. **Dossiê de produto nº 93/105: Coque de Petróleo**. Bruxelas: [s.n.].

CRUZ, O. C. **Desempenho de um hidrociclone de geometria Rietema como pré-filtro para sistemas de irrigação**. Tese (Doutorado em Agronomia)—Jaboticabal, SP: UNESP, 2008.

DHODAPKAR, S.; HEUMANN, W. L. Harnessing the power of a cyclone: simple construction and low costs established this technology long ago as a workhorse for gas-solid separation. These guidelines incorporate nearly a lifetime of experience, to bring even better performance within reach. **Chemical Engineering**, v. 118, n. 5, p. 34–44, 1 maio 2011.

ELLIS, P. J.; PAUL, C. A. Tutorial: Delayed coking fundamentals. **AIChE Spring National Meeting, International Conference on Refinery Processes Topical Conference Preprints**, p. 159–169, 1998.

FINCH, J. A. Modelling a fish-hook in hydrocyclone selectivity curves. **Powder Technology**, v. 36, n. 1, p. 127–129, 1 set. 1983. [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(83\)80018-7](https://doi.org/10.1016/0032-5910(83)80018-7).

FITZER, E. et al. IUPAC Recommendations: Recommended Terminology for the Description of Carbon as a Solid. **Pure and Applied Chemistry**, 1995. <https://doi.org/10.1351/pac199567030473>.

FLINTOFF, B. C.; PLITT, L. R.; TURAK, A. A. Cyclone modelling: a review of present technology. **CIM Bull.; (Canada)**, v. 80:905, 1987.

GARY, J. H. et al. **Coking and thermal process. In: Petroleum Refining : Technology and Economics, Fifth Edition**. [s.l.] CRC Press, 2007. <https://doi.org/10.4324/9780203907924>.

HWANG, K. J.; HWANG, Y. W.; YOSHIDA, H. Design of novel hydrocyclone for improving fine particle separation using computational fluid dynamics. **Chemical Engineering Science**, v. 85, p. 62–68, 14 jan. 2013. <https://doi.org/10.1016/J.CES.2011.12.046>.

JACKSON, J.; JOHNSON, J.; BARATHRAJ, G. V. Implementing the concept of IOT in combined grill and smoker machine. **International Journal of Engineering Research & Technology**, v. 8, n. 3, 2019.

KASHIWAYA, K. et al. Effect of particle shape on hydrocyclone classification. **Powder Technology**, v. 226, p. 147–156, 1 ago. 2012. <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2012.04.036>.

KELLY, E.; SPOTTISWOOD, D. J. **Introduction to mineral processing**. New York: John Wiley & Sons, 1982.

KRAIPECH, W. et al. An investigation of the effect of the particle–fluid and particle–particle interactions on the flow within a hydrocyclone. **Chemical Engineering Journal**, v. 111, n. 2–3, p. 189–197, 15 ago. 2005. <https://doi.org/10.1016/J.CEJ.2005.02.022>.

LAPA, A. S. **Proposta para o escoamento do coque verde de petróleo da Refinaria de Pernambuco: uma abordagem logística**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Recife, PE: Universidade Federal de Pernambuco, 31 jan. 2010.

LI, S. HAO et al. Removal of coke powders in coking wastewater using a hydrocyclone optimized by n-value. **Science of The Total Environment**, v. 752, p. 141887, 15 jan. 2021. <https://doi.org/10.1016/J.SCITOTENV.2020.141887>.

LIMA, R. DE O. **Pirólise térmica e catalítica de resíduos de vácuo gerados no refino de petróleo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Natal, RN: Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2012.

LIRA, T. K. B. **Controle da poluição ambiental em pátio de armazenamento de coque verde de petróleo**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Sanitária e Ambiental)—Campina Grande: Universidade Estadual da Paraíba, 5 jun. 2013.

LYNCH, A. J.; RAO, T. C. Modelling and scale-up of hydrocyclone classifiers . **In: Proceedings of the 11th International Mineral Processing Congress**, p. 245–269, 1975.

MACHACA, Y. Y. C. **Modelagem da classificação de polpas de bauxita e de fosfato em hidrociclones**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Metalúrgica)—Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2010.

MALAQUIAS, B. S. **Efeito da adição de coque verde de petróleo na microestrutura e características metalúrgicas do coque**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica)—Belo Horizonte, MG: Universidade Federal de Minas Gerais, 2019.

MELO, C. H. **Modelagem da classificação de minério de ferro em hidrociclones**. Trabalho de conclusão de curso (Engenharia Metalúrgica)—Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2010a.

MELO, R. G. DE. **Modelagem e infêrencia composicional para uma coluna de destilação de uma unidade de coqueamento retardado**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Recife, PE: Universidade Federal de Pernambuco, 2010b.

MÉNDEZ, M. O. A. **Síntese de materiais carbonosos ativados a partir de coque de petróleo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2005.

MOGNON, J. L. **Mini-hidrociclones aplicados ao sistema de controle de sólidos na perfuração de poços de petróleo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia, 2015. <https://doi.org/10.14393/ufu.di.2015.217>.

MORGAN, M. C. *Drilling Fluids Processing Handbook*. In: MA, USA: Elsevier Inc., 2005. p. 257–282.

MURTHY, Y. R.; BHASKAR, K. U. Parametric CFD studies on hydrocyclone. **Powder Technology**, v. 230, p. 36–47, 1 nov. 2012. <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2012.06.048>.

MYERS, R.; MONTGOMERY, D.; ANDERSON-COOK, C. **Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments (Wiley Series in Probability and Statistics)**. New York: Applied Probability and Statistics, 1995.

NAGESWARARAO, K. **Further developments in the modeling and scale-up of industrial hydrocyclones**. Ph.D. Thesis—Brisbane, Australia: University of Queensland (JKMRC), 1978. <https://doi.org/10.14264/uql.2014.459>.

NAGESWARARAO, K. A critical analysis of the fish hook effect in hydrocyclone classifiers. **Chemical Engineering Journal**, v. 80, n. 1–3, p. 251–256, 1 dez. 2000. [https://doi.org/10.1016/S1383-5866\(00\)00098-8](https://doi.org/10.1016/S1383-5866(00)00098-8).

NAGESWARARAO, K.; WISEMAN, D. M.; NAPIER-MUNN, T. J. Two empirical hydrocyclone models revisited. **Minerals Engineering**, v. 17, n. 5, p. 671–687, 1 maio 2004. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.01.017>.

NAPIER-MUNN, T.; WILLS, B. A. *Wills' Mineral Processing Technology*. **Wills' Mineral Processing Technology**, 2005. <https://doi.org/10.1016/B978-0-7506-4450-1.X5000-0>.

NASCIMENTO, J. T. **Uso de CFD na otimização de proporções geométricas de um hidrociclone para separação óleo/água**. Trabalho de Conclusão de Curso (Química)—Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2008.

NEESSE, T. et al. Using a high pressure hydrocyclone for solids classification in the submicron range. **Minerals Engineering**, v. 71, p. 85–88, 1 fev. 2015. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.10.017>.

OLSON, T. J.; VAN OMMEN, R. Optimizing hydrocyclone design using advanced CFD model. **Minerals Engineering**, v. 17, n. 5, p. 713–720, 1 maio 2004. <https://doi.org/10.1016/J.MINENG.2003.12.008>.

PASQUIER, S.; CILLIERS, J. J. Sub-micron particle dewatering using hydrocyclones. **Chemical Engineering Journal**, v. 80, n. 1–3, p. 283–288, 1 dez. 2000. [https://doi.org/10.1016/S1383-5866\(00\)00103-9](https://doi.org/10.1016/S1383-5866(00)00103-9).

PLITT, L. R. A mathematical model of the hydrocyclone classifier. **CIM Bulletin**, v. 69, p. 114–123, 1976.

POURREZAEI, P. et al. Impact of petroleum coke characteristics on the adsorption of the organic fractions from oil sands process-affected water. **International Journal of Environmental Science and Technology** 2013 11:7, v. 11, n. 7, p. 2037–2050, 7 nov. 2013. <https://doi.org/10.1007/s13762-013-0406-x>.

SALVADOR, F. F. **Estudo experimental do comportamento de um hidrociclone com cone e cilindro filtrantes**. Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia, 2019.

SCHUBERT, H. Which demands should and can meet a separation model for hydrocyclone classification? **International Journal of Mineral Processing**, v. 96, n. 1–4, p. 14–26, 15 set. 2010. <https://doi.org/10.1016/J.MINPRO.2010.04.003>.

SCHÜTZ, S.; GORBACH, G.; PIESCHE, M. Modeling fluid behavior and droplet interactions during liquid–liquid separation in hydrocyclones. **Chemical Engineering Science**, v. 64, n. 18, p. 3935–3952, 15 set. 2009. <https://doi.org/10.1016/J.CES.2009.04.046>.

SILVA, D. DE O. **Otimização da separação sólido-líquido em hidrociclones mediante modificações geométricas**. Tese (Doutorado em Engenharia Química)—Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia, 2012.

SILVA, J. P. **Caracterização dos hidrociclones utilizados nas etapas de classificação dos concentradores I e II da Samarco Mineração**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas)—Ouro Preto: Universidade Federal de Ouro Preto, 2014.

SILVA, J. T. T. **Hidrocliclonagem aplicada ao processamento físico de concentrado fosfático contendo minérios de terras raras**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química)—Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia, 2019. <https://doi.org/10.14393/ufu.di.2019.1508>.

SOARES, R. P. **Desenvolvimento de simulador genérico de processos dinâmicos**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2003.

SPEIGHT, J. G. **The chemistry and technology of petroleum chemical industries**. New York: Marcel Dekker, 1999. v. 3

SRIPRIYA, R. et al. Studies on the performance of a hydrocyclone and modeling for flow characterization in presence and absence of air core. **Chemical Engineering Science**, v. 62, n. 22, p. 6391–6402, 1 nov. 2007. <https://doi.org/10.1016/J.CES.2007.07.046>.

SVAROVSKY, L. **Hydrocyclones**. [s.l.] Technomic Publishing Co., Inc, 1984.

SVAROVSKY, L. Solid-liquid separation. 2000.

VIEIRA, L. G. **Otimização dos processos de separação em hidrociclones filtrantes**. Tese (Doutorado em Engenharia Química)—Uberlândia, MG: Universidade Federal de Uberlândia, 2006.

WEBB, P.; ORR, C. **Analytical methods in fine particle technology**. [s.l.] Micromeritics Instrument Corp, 1997.

WU, J. Conversion of Petroleum Coke to Porous Materials. 13 dez. 2020. <https://doi.org/10.11575/PRISM/37343>.

YANG, Q. et al. Solid/liquid separation performance of hydrocyclones with different cone combinations. **Separation and Purification Technology**, v. 74, n. 3, p. 271–279, 6 set. 2010. <https://doi.org/10.1016/J.SEPPUR.2010.06.014>.

ZHAO, Q. et al. Experimental Investigations on the Pressure Drop of a Two-cone Hydrocyclone for Separation Fine Particles from Waste Water. **AIP Conference Proceedings**, v. 1207, n. 1, p. 125, 5 mar. 2010. <https://doi.org/10.1063/1.3366353>.

APÊNDICE A - Interface gráfica e diagrama de blocos do sistema de controle implementado na unidade experimental.

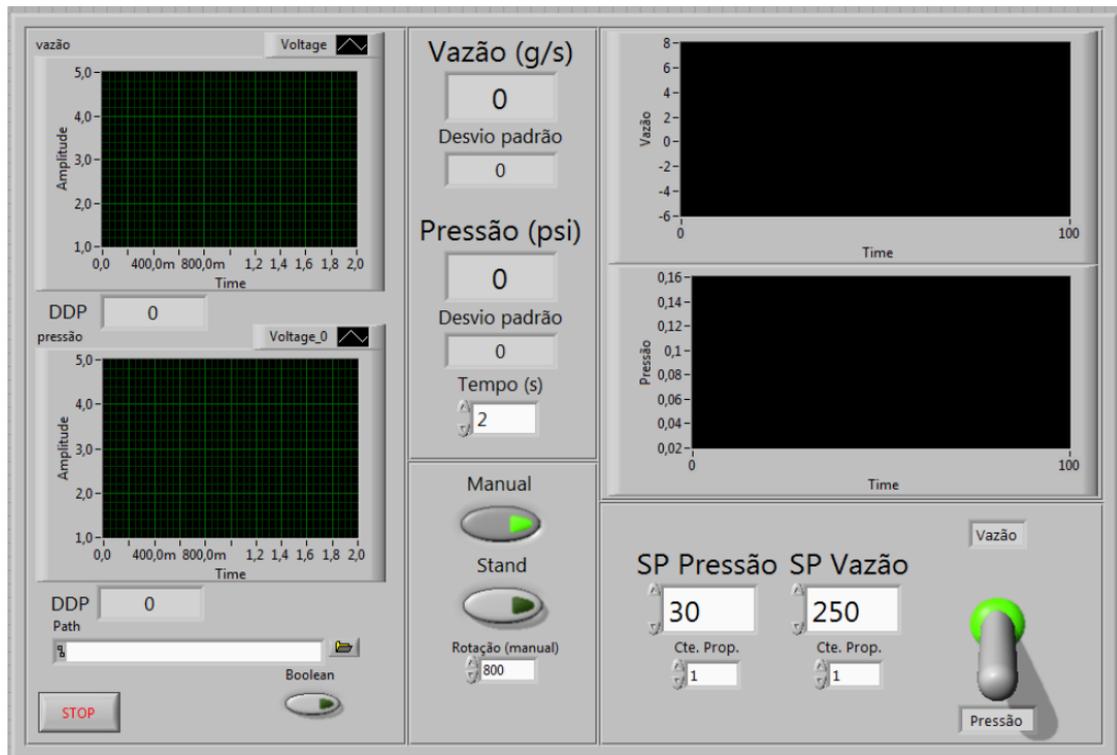


Figura A.1 - Interface gráfica para o usuário implementado no *software* LABVIEW.

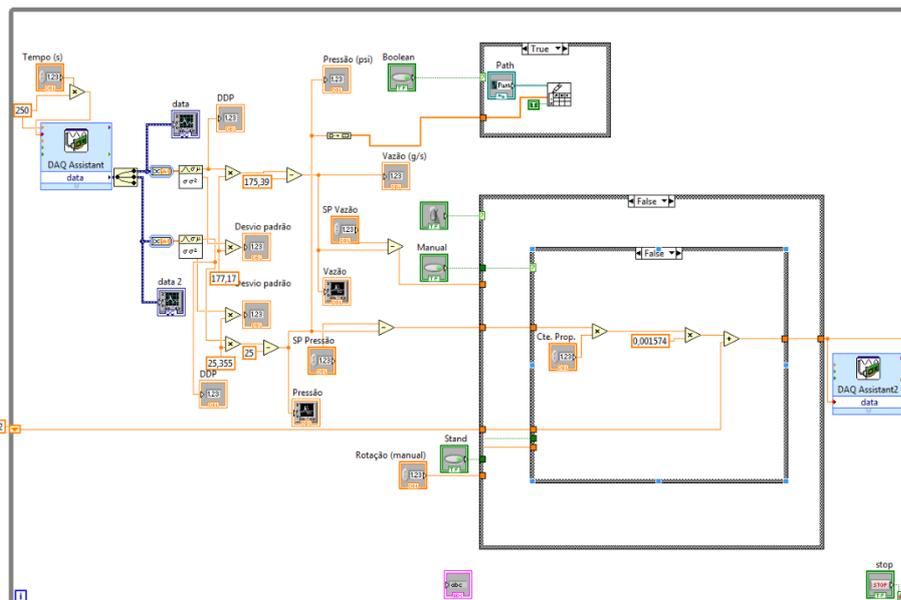


Figura A2 – Diagrama de blocos do fluxo de execução do programa implementado no *software* LABVIEW.

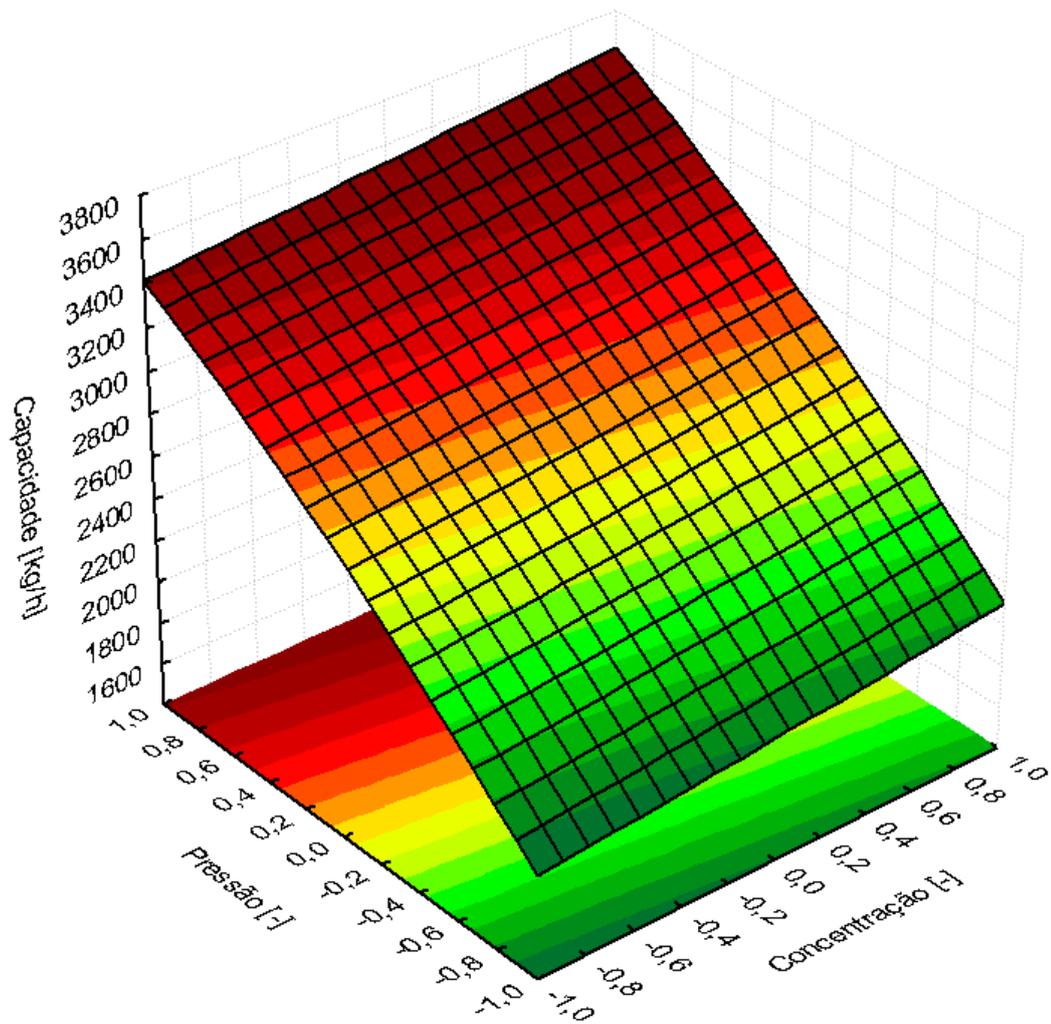
APÊNDICE B - Distribuição granulométrica do coque verde de petróleo.

Tabela B.1 – Dados da distribuição granulométrica do coque verde de petróleo.

Diâmetro médio [μm]	Fração volumétrica [%]	Diâmetro médio [μm]	Fração volumétrica [%]
0,946	0,050	21,185	2,270
1,062	0,060	23,770	2,400
1,192	0,070	26,671	2,520
1,337	0,090	29,925	2,640
1,500	0,100	33,576	2,770
1,683	0,130	37,673	2,910
1,888	0,150	42,269	3,070
2,118	0,180	47,427	3,250
2,377	0,220	53,215	3,450
2,667	0,260	59,708	3,640
2,993	0,310	66,993	3,830
3,358	0,370	75,167	3,980
3,768	0,440	84,339	4,080
4,227	0,510	94,630	4,130
4,743	0,600	106,177	4,120
5,322	0,700	119,132	4,050
5,971	0,810	133,668	3,940
6,699	0,930	149,979	3,800
7,517	1,050	168,279	3,640
8,434	1,180	188,812	3,430
9,463	1,310	211,851	3,160
10,618	1,450	237,701	2,820
11,913	1,590	266,704	2,370
13,367	1,730	299,248	1,820
14,998	1,870	335,761	1,230
16,828	2,010	376,730	0,330
18,881	2,150	422,697	0,020

APÊNDICE C - Superfícies de repostas dos modelos ajustados.

C.1 - Hidrociclone com rampa de alimentação.



4

Figura C.1 – Superfície de resposta para a capacidade de processamento do hidrociclone CR em função das variáveis operacionais.

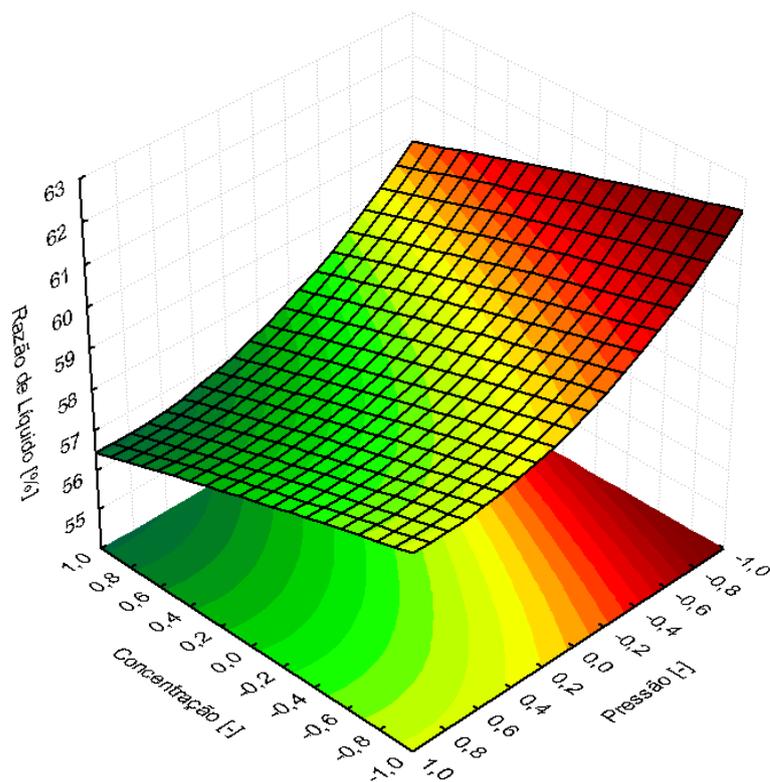


Figura C.2 – Superfície de resposta para a razão de líquido do hidrociclone CR em função das variáveis operacionais.

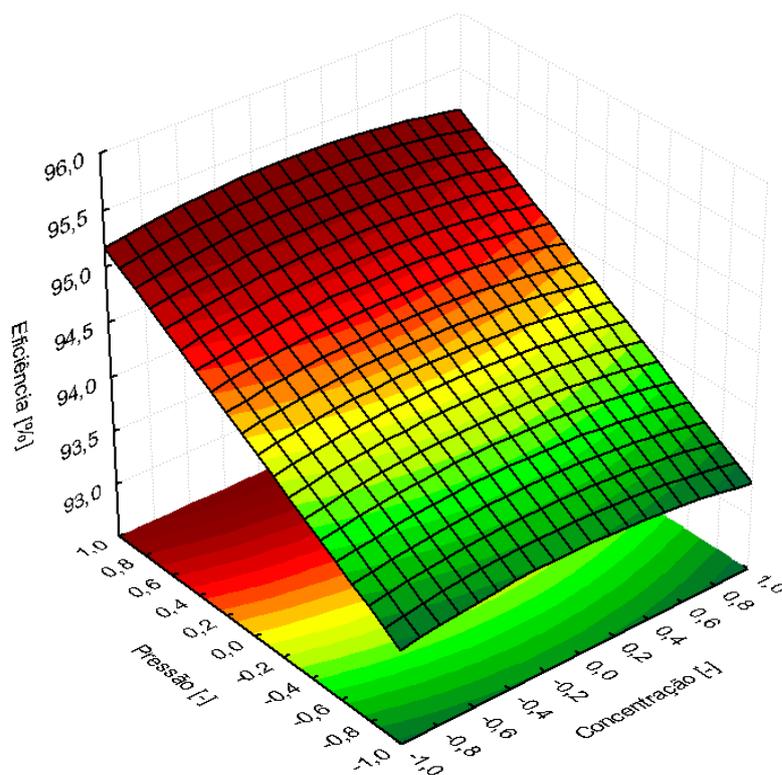


Figura C.3 – Superfície de resposta para a eficiência de separação do hidrociclone CR em função das variáveis operacionais.

C.2 - Hidrociclone sem rampa de alimentação.

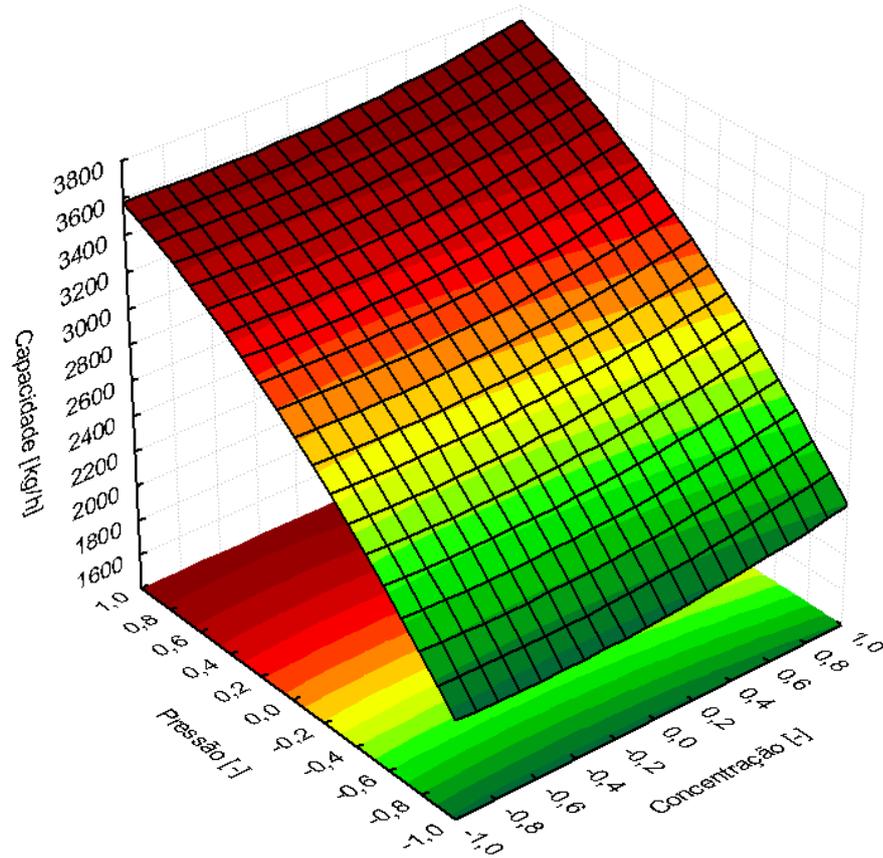


Figura C.4 – Superfície de resposta para a capacidade de processamento do hidrociclone SR em função das variáveis operacionais.

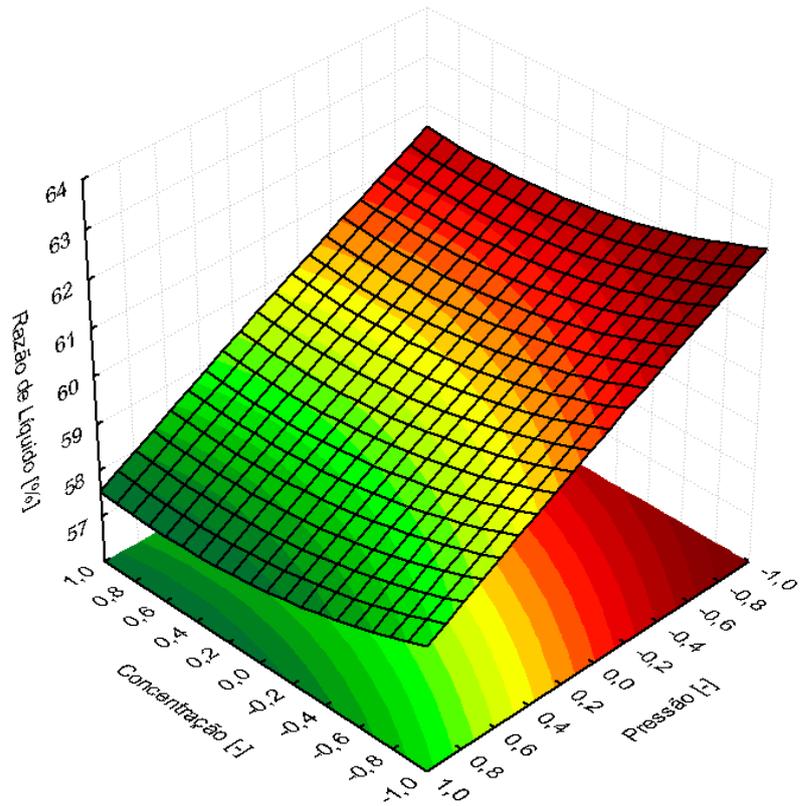


Figura C.5 – Superfície de resposta para a razão de líquido do hidrociclone SR em função das variáveis operacionais.

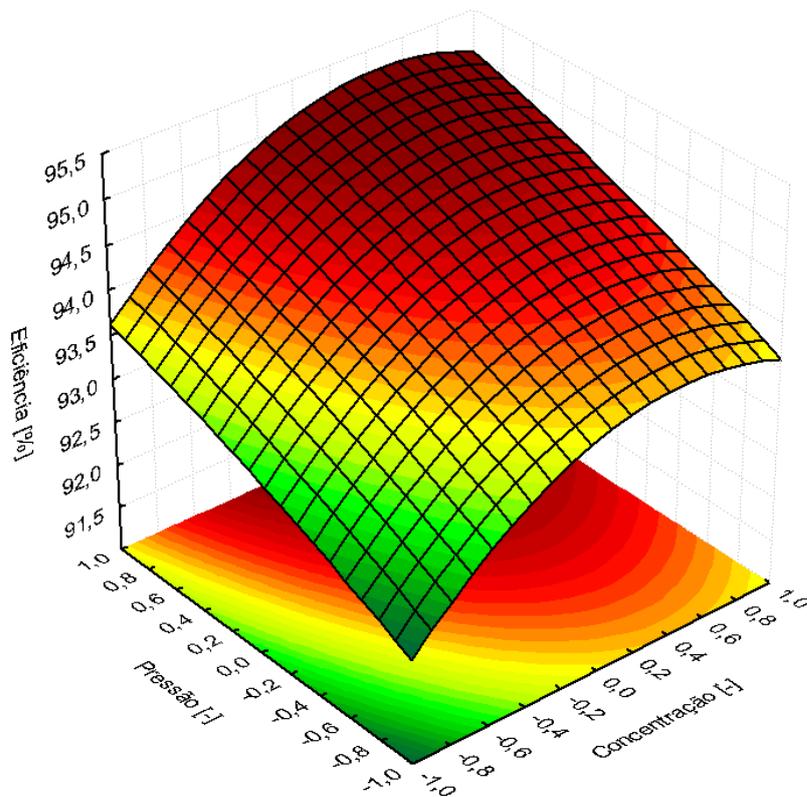


Figura C.6 – Superfície de resposta para a eficiência de separação do hidrociclone SR em função das variáveis operacionais.

C.3 – Mini-hidrociclone.

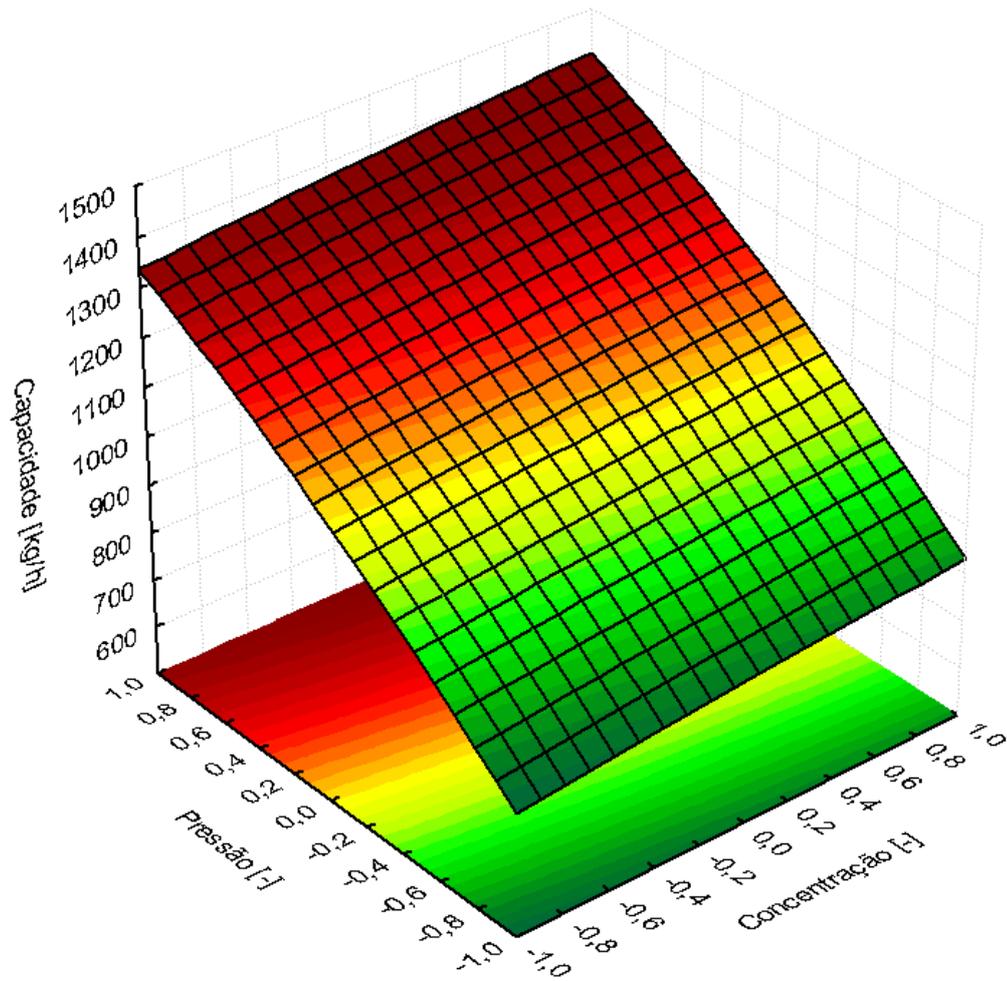


Figura C.7 – Superfície de resposta para a capacidade de processamento do hidrociclone MH em função das variáveis operacionais.

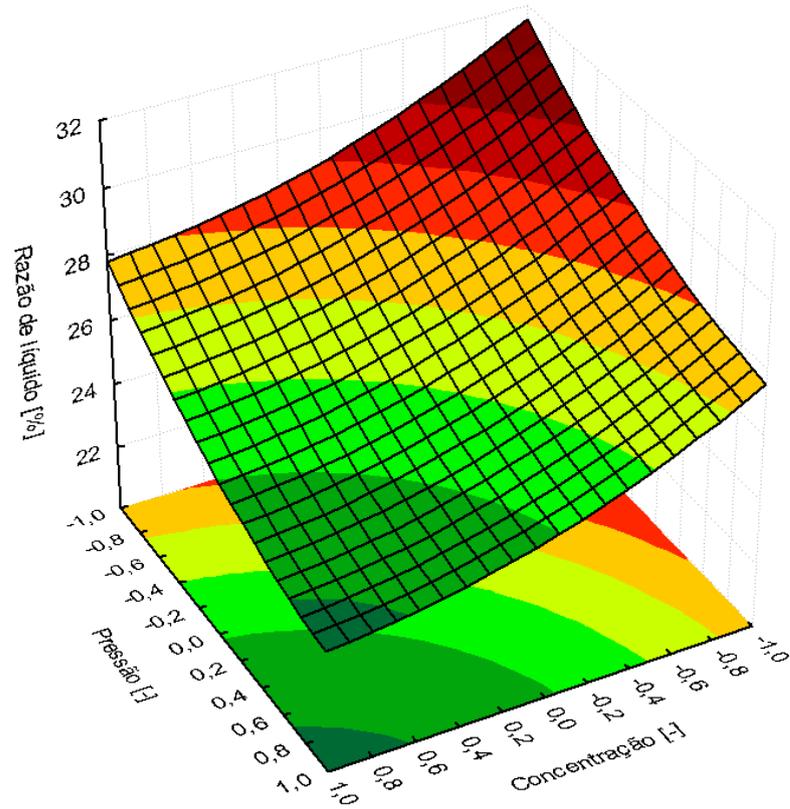


Figura C.8 – Superfície de resposta para a razão de líquido do hidrociclone MH em função das variáveis operacionais.

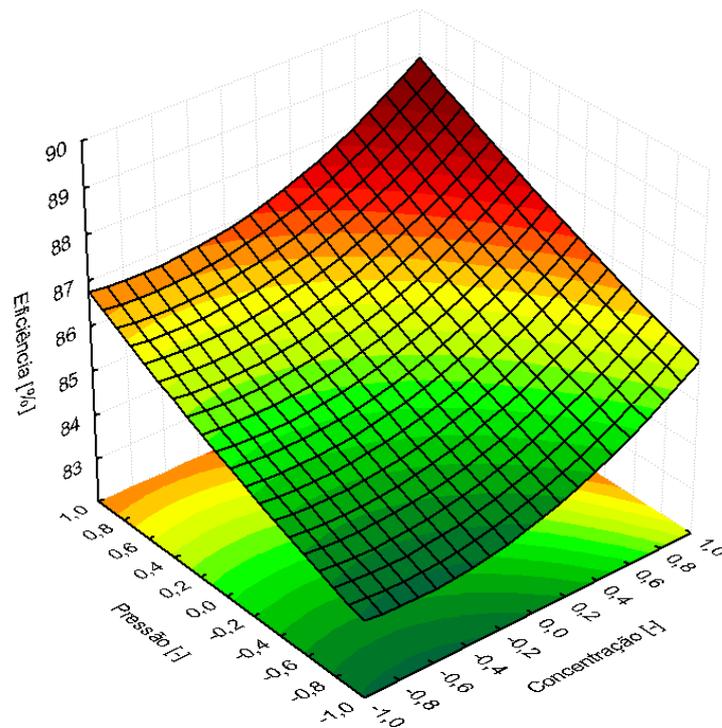


Figura C.9 – Superfície de resposta para a eficiência de separação do hidrociclone MH em função das variáveis operacionais.