

Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"



Programa Interunidades

Doutorado

Engenharia Civil e Ambiental

LÍVIA SAVIOLI MANETTA

DETERMINAÇÃO DE COEFICIENTE CINÉTICO DE AGREGAÇÃO COM USO DE MÉTODO DIRETO



LÍVIA SAVIOLI MANETTA

DETERMINAÇÃO DE COEFICIENTE CINÉTICO DE AGREGAÇÃO COM USO DE MÉTODO DIRETO

Tese apresentada como requisito para obtenção do título de Doutor em Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Área de Concentração Saneamento.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo B. Moruzzi

Bauru

M275d

Manetta, Lívia Savioli

DETERMINAÇÃO DE COEFICIENTE CINÉTICO DE AGREGAÇÃO COM USO DE MÉTODO DIRETO / Lívia Savioli

Manetta. -- Bauru, 2019 120 p.: il., tabs., fotos

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Arquitetura, Artes e Comunicação, Bauru Orientador: Rodrigo Braga Moruzzi

1. Coeficiente cinético. 2. Floculação. 3. Agregação. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Arquitetura, Artes e Comunicação, Bauru. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

unesp

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Bauru



ATA DA DEFESA PÚBLICA DA TESE DE DOUTORADO DE LÍVIA SAVIOLI MANETTA. DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL, DA FACULDADE DE ENGENHARIA - CÂMPUS DE BAURU.

Aos 01 días do mês de agosto do ano de 2019, às 09:30 horas, no(a) Instituto de Geociências e Ciências Exatas - Câmpus de Rio Claro, reuniu-se a Comissão Examinadora da Defesa Pública, composta pelos seguintes membros: Prof. Dr. RODRIGO BRAGA MORUZZI - Orientador(a) do(a) Departamento de Planejamento Territorial e Geoprocessamento - DEPLAN / Instituto de Geociências e Ciências Exatas (IGCE) de Rio Claro - UNESP, Prof. Dr. SIDNEY SECKLER FERREIRA FILHO do(a) Universidade de São Paulo, Prof. Dr. ANDRE LUIZ DE OLIVEIRA do(a) Departamento de Engenharia Civil / Universidade Federal de Uberlandia, Prof. Dr. SAMUEL CONCEIÇÃO DE OLIVEIRA do(a) Departamento de Bioprocessos e Biotecnologia / Faculdade de Ciências Farmacêuticas - UNESP - Araraquara, Profa. Dra. MARIA DA GRAÇA BONTEMPO VAZ RASTEIRO do(a) Enga Química / Universidade de Coimbra, sob a presidência do primeiro, a fim de proceder a arguição pública da TESE DE DOUTORADO de LÍVIA SAVIOLI MANETTA, intitulada DETERMINAÇÃO DE PROCEDIMENTO PARA A OBTENÇÃO DE COEFICIENTE CINÉTICO DE AGREGAÇÃO COM UTILIZAÇÃO DE MÉTODO DIRETO. Após a exposição, a discente foi arquida oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo recebido o conceito final: A PA D ME of O ____ . Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelos

membros da Comissão Examinadora.

arca são de Chinasa

Prof. Dr. SIDNEY SECKLER FERREIRA FILHO

Prof. Dr. ANDRE LUIZ DE OLIVEIRA

Profa. Dra. MARIA DA GRAÇA BONTEMPO VAZ RASTEIRO



PROPOSTA DE ALTERAÇÃO DO TÍTULO

A BANCA EXAMINADORA PROPÕE A ALTERAÇÃO DO TÍTULO DO TRABALHO DA ALUNA: LÍVIA SAVIOLI MANETTA

DE: "DETERMINAÇÃO DE PROCEDIMENTO PARA A OBTENÇÃO DE COEFICIENTE CINÉTICO DE AGREGAÇÃO COM UTILIZAÇÃO DE MÉTODO DIRETO"

de or exces com vo de un tede

Bauru, 01 de agosto de 2019

Prof. Dr. Rodrigo Braga Moruzzi Orientador



DEDICATÓRIA

Ao meu marído por todo incentívo e apoio dedicados ao longo desta trajetória.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", representados por todos os professores e funcionários que tão bem me receberam nesta casa e por primar pelo ensino de qualidade.

Ào professor Dr Rodrigo Braga Mouzzi, que esteve comigo desde o primeiro dia na UNESP, pela paciência, orientação e amizade, confiadas a mim ao longo desses anos. Pelo exemplo de dedicação a vida acadêmica e aos seus alunos.

Aos amigos Pablo Mendes e Rosiane Argeton, pelo incentivo, amizade e dedicação que sempre tiveram comigo.

A minha família que me apoiou neste desafio em minha vida.

RESUMO

Este trabalho visa estabelecer um procedimento para a obtenção de parâmetro cinético de agregação por método direto e dinâmico, livre de distúrbios analíticos significativos, como a sedimentação de partículas e com resultados obtidos através do auxílio do equipamento PDA (*Photometric Dispersion Analyser*) juntamente com técnica que utiliza análise digital de imagem com dados tratados por *software* específico. A modelagem do processo foi realizada por meio da adaptação da modelagem clássica de agregação e ruptura com vistas à obtenção dos parâmetros cinéticos do processo de floculação diretamente no início da etapa de agregação das partículas que ocorre nos primeiros segundos do processo de floculação. Foi possível estabelecer uma relação entre a resposta do equipamento PDA e apenas o crescimento no diâmetro dos agregados formados no início do processo de floculação, informação obtida por meio de técnica de análise de imagem, assim possibilitando a correlação entre ambos os parâmetros e obtenção do coeficiente de agregação do modelo cinético. Os resultados da pesquisa auxiliam no entendimento do fenômeno e do processo de floculação, etapa essa fundamental para o desempenho de sistemas de tratamento de água para abastecimento.

Palavras-chave: coeficiente cinético, floculação, agregação.

ABSTRATC

This work aims to establish a procedure for obtaining a kinetic parameter of aggregation by

direct and dynamic method, free of significant analytical disturbances, such as particle

sedimentation and with results obtained through the aid of PDA (Photometric Dispersion

Analyzer) equipment together with technique that uses digital image analysis with data

processed by specific software. The process modeling was performed by adapting the

classical aggregation and rupture modeling to obtain the kinetic parameters of the flocculation

process directly at the beginning of the particle aggregation step that occurs in the first

seconds of the flocculation process. It was possible to establish a relationship between the

response of the PDA equipment and only the growth in the diameter of the aggregates formed

at the beginning of the flocculation process, information obtained by image analysis

technique, thus enabling the correlation between both parameters and obtaining the

coefficient. of aggregation of the kinetic model. The results of the research help in

understanding the phenomenon and the flocculation process, a step that is fundamental for the

performance of water treatment systems for water supply.

Keywords: kinetic coefficient, flocculation, aggregation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Desempenho de floculação31
Figura 2 - Visão conceitual do modelo proposto por Marques e Ferreira Filho (2017)33
Figura 3 - Flutuações de turbidez em uma dispersão em fluxo (GREGORY, 1985)38
Figura 4 - Esquema da célula de fluxo e dos componentes óticos (GREGORY, 1985)40
Figura 5 - Aparato experimental para aquisição de imagens digitais. (Moruzzi et al., 2018)44
Figura 6 – Número de partículas encontradas para suspensão mãe sobrenadante49
Figura 7 – Número de partículas encontradas para suspensão mãe de fundo49
Figura 8 - Imagens das água de estudo suspensão mãe sobrenadante e de fundo, com todos os
valores de turbidez das partículas primárias antes do início do ensaio. (escala = 1 mm)51
Figura 9 – Número de partículas estratificadas no tempo de 1 minuto para o G_f de 20 s ⁻¹ e 30 s ⁻²
¹ , para as duas águas de estudo
Figura 10 – DTP de partículas primárias para suspensão mãe sobrenadante54
Figura 11 - DTP de partículas primárias para suspensão mãe de fundo
Figura 12 – DTP para o primeiro minuto e turbidez de 5 uT (sobrenadante)55
Figura 13– DTP para o primeiro minuto e turbidez de 5 uT (fundo)
Figura 14- DTP para o primeiro minuto e turbidez de 10 uT (sobrenadante)56
Figura 15- DTP para o primeiro minuto e turbidez de 10 uT (fundo)
Figura 16- Ordem da classe de DTP para 90 % do aparecimento de aglomerados para
suspensão sobrenadante
Figura 17 - Ordem da classe de DTP para 90 % do aparecimento de aglomerados para
suspensão de fundo
Figura $18 - DTP - suspensão mãe sobrenadante -5 uT - G_f 20 \text{ s}^{-1}$
Figura $19 - DTP - suspensão$ mãe sobrenadante - 10 uT - $G_f 20 \text{ s}^{-1}$
Figura $20 - DTP - suspensão$ mãe sobrenadante -15 uT - $G_f 20 \text{ s}^{-1}$ 60
Figura $21 - DTP - suspensão mãe sobrenadante -20 uT - G_f 20 s^{-1}60$
Figura $22 - DTP - suspensão$ mãe sobrenadante -25 uT - $G_f 20 \text{ s}^{-1}$ 60
Figura $23 - DTP - suspensão mãe de fundo -5 uT - G_f 20 s^{-1}61$
Figura $24 - DTP - suspensão mãe de fundo -10 uT - G_f 20 s^{-1}61$
Figura $25 - DTP - suspensão mãe de fundo -15 uT - G_f 20 s^{-1}61$
Figura $26 - DTP - suspensão mãe de fundo -20 uT - G_f 20 s^{-1}$
Figura $27 - DTP - suspensão mãe de fundo -25 uT - G_f 20 s^{-1}$
Figura 28 – Parâmetro β obtido da DTP para todos os G_f e todas as águas de estudo63
Figura 29 – Parâmetro A obtido da DTP para todos os G_f e todas as águas de estudo63

Figura 30 - Valor de R ² , obtidos pela linearização da equação de DTP para todos os valores de
G_f e todas as águas de estudo64
Figura 31 - Valores de FI para a turbidez de 5 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos
os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 32 - Valores de FI para a turbidez de 10 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos
os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 33 - Valores de FI para a turbidez de 15 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos
os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 34 - Valores de FI para a turbidez de 20 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos
os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 35 - Valores de FI para a turbidez de 25 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos
os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 36 - Valores de FI para a turbidez de 5 uT da suspensão mãe de fundo para todos os G_f
sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 37 - Valores de FI para a turbidez de 10 uT da suspensão mãe de fundo para todos os
G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay
Figura 38 - Valores de FI para a turbidez de 15 uT da suspensão mãe de fundo para todos os
G _f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay68
Figura 39 - Valores de FI para a turbidez de 20 uT da suspensão mãe de fundo para todos os
G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay69
Figura 40 - Valores de FI para a turbidez de 25 uT da suspensão mãe de fundo para todos os
G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay69
Figura 41 - Valores de FI para o gradiente de 40 s ⁻¹ e 60 s ⁻¹ em todos os valores de turbidez
estudados da suspensão mãe sobrenadante, sem picos - com e sem aplicação do filtro
Savitzky-Golay70
Figura 42 - Valores de FI para o gradiente de 40 s ⁻¹ e 60 s ⁻¹ em todos os valores de turbidez
estudados da suspensão mãe de fundo, sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-
Golay
Figura 43 – Tempo de rampa em aclive para as duas águas de estudo73
Figura 44 - Altura da rampa em aclive para suspensão mãe sobrenadante74
Figura 45 – Altura da rampa em aclive para suspensão mãe de fundo74
Figura 46 – Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe sobrenadante para
cada valor de turbidez estudado

Figura 47 - Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe de fundo para cada
valor de turbidez estudado76
Figura 48 - Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe sobrenadante para
cada G_f estudado
Figura 49 - Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe de fundo para cada G_{j}
estudado77
Figura 50 - Valores de FI para o Gf de 50 s ⁻¹ da suspensão mãe sobrenadante para todos os
valores de turbidez estudados, com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay78
Figura 51 – Diâmetros equivalente (μ m) e FI estratificadas no tempo de 1 minuto para o G_f de
30s ⁻¹ para suspensão mão sobrenadante e turbidez de 15 UT
Figura 52 – Número de partículas estratificadas no tempo de 1 minuto para o G_f de $30 \mathrm{s}^{\text{-1}}$ para
suspensão mão sobrenadante79
Figura 53 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir
dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 20 s ⁻¹ 82
Figura 54 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir
dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 30 s ⁻¹ 82
Figura 55 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir
dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 40 s ⁻¹ 82
Figura 56 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir
dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 50 s ⁻¹ 83
Figura 57 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir
dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 60 s ⁻¹ 83
Figura 58 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir
dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 20 s^{-1} 83
Figura 59 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir
dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 30 s ⁻¹ 84
Figura 60 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir
dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 40 s^{-1} 84
Figura 61 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir
dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 50 s ⁻¹ 84
Figura 62 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir
dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 60 s ⁻¹ 85

Figura 63 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para
suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro
geométrico e G_f de 20 s ⁻¹ 86
Figura 64 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para
suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro
geométrico e G_f de 30 s ⁻¹
Figura 65 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para
suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro
geométrico e G_f de 40 s ⁻¹
Figura 66 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para
suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro
geométrico e G_f de 50 s ⁻¹
Figura 67 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para
suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro
geométrico e G_f de 60 s ⁻¹
Figura 68 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação $K_{\!A}$ obtido para
suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico
e G_f de 20 s ⁻¹
Figura 69 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação $K_{\!A}$ obtido para
suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico
e G_f de 30 s ⁻¹
Figura 70 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação $K_{\!A}$ obtido para
suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico
e G_f de 40 s ⁻¹
Figura 71 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação $K_{\!A}$ obtido para
suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico
e G_f de 50 s ⁻¹ 90
Figura 72 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para
suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico
e G_f de 60 s ⁻¹ 90
Figura 73 - Valores de K_A considerando dados de FI e número de partículas primárias para
suspensão sobrenadante
Figura 74 - Valores de K_A considerando dados de FI e número de partículas primárias para
suspensão de fundo

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Parâmetros da aplicação do filtro Savitzky-Golay	46
Tabela 2- Determinação de sólidos para todas as águas de estudo	47
Tabela 3 – Quantidade de partículas primária para as duas águas de estudo	48
Tabela 4 – Descrição das etapas observadas nas curvas de FI	72
Tabela 5 – Valores médios de FI para Fase 1 com filtro SG	72
Tabela 6 - Valores médios de FI para fase 3 (dados com aplicação do filtro SG)	78
Tabela 7 – Correlação entre FI x diâmetros (turbidez de 5 UT e 10 UT)	80
Tabela 8 - Correlação entre FI x diâmetros (turbidez de 15 UT)	80
Tabela 9 - Correlação entre FI x diâmetros (turbidez de 20 UT e 25 UT)	81
Tabela 10 — Valores de K_A considerando valores de FI	91
Tabela 11 - Valores de K_A considerando número de partículas primárias	91

LISTA DE SÍMBOLOS

A fator de colisão

ε energia total dissipada por unidade de massa (N m/s kg)

H microescala de turbulência de Kolmogorof (cm)

 Φ_f fração volumétrica dos flocos

v viscosidade cinemática do fluido (m 2 /s) μ viscosidade absoluta do fluido (N s/m 2)

μ_i flutuação dos valores de velocidade instantânea

π constante matemática da razão da circunferência de um círculo com o

seu diâmetro (aproximadamente 3,14159)

D diâmetro da partícula (m)

d_{fes} tamanho do floco estável (cm)

dn/dt Variação do número de partículas primárias em relação ao tempo (s⁻¹)

G_f gradiente médio de velocidade na floculação (s⁻¹)

G_{med} gradiente médio de velocidade (s⁻¹)

G_{mr} gradiente médio de velocidade de reação (s⁻¹)

H_{ii} número de contatos por unidade de tempo entre partículas de raio R_i e

 $R_{i} (s^{-1})$

I número de câmaras em série subtraído de 1 (m⁻¹)

 $k_{1b} e k_{2b}$ constantes para uma água em particular

K_A coeficiente de agregaçãoK_B coeficiente de ruptura (s)

K_{ag} coeficiente empírico que depende das características químicas do

sistema e físicas da mistura

K_{fes} coeficiente relacionado com a resistência do floco estável (cm s^{k fes})

M número de câmaras

N número de encontros por unidade de volume no tempo t=0 (s⁻¹m⁻³)

N₀ turbidez inicial do sobrenadante (uT)

N₁ turbidez final do sobrenadante após tempo de sedimentação longo

(uT)

N_m número de medidas da velocidade instantânea

n	número de partículas por unidade de volume no tempo t (m ⁻³)
n_0	número de partículas por unidade de volume no tempo t=0 (m ⁻³)
n_{1}^{0}	número de partículas por unidade de volume no tempo t (m ⁻³)
n_i	número de partículas de raio i por unidade de volume (m ⁻³)
n_j	número de partículas de raio j por unidade de volume (m ⁻³)
n_1^{0}	número de partículas primárias por unidade de volume presentes no
	início da floculação (m ⁻³)
n_1^r	número de partículas primárias remanescentes por unidade de volume
	após o tempo T_d (m ⁻³)
n_1^m	número de partículas primárias por unidade de volume presentes na
	saída da m-ésima câmera (m ⁻³)
$\frac{n_1^{i-1}}{n_1^i}$	relação entre o número de partículas primárias (ou turbidez) efluente e
n_1^i	afluente de câmaras de floculação em sequência
P	potência útil introduzida ao sistema (N m/s)
pН	potencial hidrogeniônico
Q	vazão (m ³ /s)
R_{ij}	raio de interação entre duas partículas i e j, isto é, a distância entre o
	centro de duas partículas (m)
T_d	tempo de detenção (s)
T_{f}	tempo de floculação (s)
T_{mr}	tempos de mistura rápida (s)
U_{i}	velocidade instantânea
U_{med}	média da velocidade instantânea
V	volume útil do reator(m ³)
Vs	Velocidade de sedimentação (cm/min)

Al(OH)₃ hidróxido de alumínio

SUMÁRIO

R	ESU	MO		vi
S	UMÁ	ÁRIO		xv
1.	IN	NTROD	UÇÃO	17
2.	O	BJETI	VO GERAL	20
3.	Н	IPÓTE	SE	21
4.	R	EVISÃ	O BIBLIOGRÁFICA	22
	4.1.	Flocula	ção	22
		4.1.1. A	Agregação	25
		4.1.2. A	Agregação e Ruptura	26
		4.1.3. 0	Coeficientes de Agregação e Ruptura	30
	4.2.	Contag	em e Tamanho de Partícula	33
		4.2.1. I	Diâmetro equivalente	34
		4.2.2. I	Distribuição de Tamanho de Partículas	35
	4.3.	Turbide	PZ	36
	4.4.	PDA		38
5.	M	IETOD(OLOGIA	41
	5.1.	Mate	riais	41
	5.2.	Méto	dos	42
		5.2.1.	Suspensão mãe	42
		5.2.2.	Coagulante e Soluções Estoque	42
		5.2.3.	Determinação de sólidos	43
		5.2.4.	Ensaios de Floculação em batelada	43
		5.2.5.	Aquisição e tratamento de imagens	43
		5.2.6.	Determinação da distribuição de tamanho de partículas e coeficiente $\beta \dots$	45
		5.2.7.	PDA	46
6.	R	ESULT	ADOS E DISCUSSÕES	47
	6.1.	Dete	minação de sólidos	47
	6.2.	Aqui	sição de imagem	47
		6.2.1.	Àgua de estudo	47
		6.2.2. I	Ensaio	51
	6.3.	Distr	ibuição de tamanho de partículas e coeficiente β	53
		6.3.1.	Água de estudo	53

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS			
7. CO	ONCLUSÕES	94	
6.6.	Coeficiente cinético de agregação	81	
6.5.	Análise de sensibilidade de FI versus diâmetro	78	
6.4.	PDA	64	
	6.3.2. Ensaio	55	

1. INTRODUÇÃO

A coagulação e a floculação são processos necessários à remoção de impurezas. Segundo Gregory (2009) os processos de agregação (coagulação / floculação) são amplamente utilizados em muitas indústrias, incluindo fabricação de papel, processamento de minerais e tratamento de água e águas residuais, entre outros. A coagulação consiste na desestabilização das partículas e é realizada com adição de produtos químicos com o auxílio de agitação rápida. Na floculação, mediante o uso de agitação lenta, promove-se a agregação das partículas gerando flocos para posterior sedimentação. A eficiência de floculação pode ser estimada experimentalmente e por meio de modelos matemáticos. O modelo clássico proposto por Argaman e Kaufaman (1970) e aprimorado por Bratby (1981) considera os fenômenos de agregação e ruptura como governantes do processo.

O pioneiro a propor uma modelagem matemática que delineasse os encontros entre partículas foi Smoluchowski ¹ em 1916, cujo modelo foi aprimorado por Camp e Stein (1943) ao introduzirem o conceito de gradiente de velocidade médio. Argaman e Kaufman (1970) analisaram modelos matemáticos que descrevem a cinética de encontros entre partículas durante o processo de floculação, os quais incorporam coeficientes de agregação e ruptura (K_A e K_B) cujos valores são determinados a partir de ensaios em reatores de escoamento contínuo em escala piloto. Estes experimentos necessitam de equipamentos onerosos e por esse motivo Bratby (1981) desenvolveu uma metodologia para otimizar os valores dos gradientes de velocidade médios de floculação em unidades com escoamento contínuo baseado em ensaios realizados em reatores estáticos com longo tempo de sedimentação, por se tratar de um procedimento experimental de baixo custo. Os resultados podem ser extrapolados para

¹ Von SMOLUCHOWSKI, M.. Drei Vorträge über Diffusion, Brownshe Molecularbeweging und Koagulation von Kolloidteilchen. Physik. K. 17:557, 1916.

projetos de sistemas contínuos com uma ou mais câmaras de floculação em série (MORUZZI e OLIVEIRA, 2013).

Segundo Bratby (1981), para a determinação dos coeficientes de agregação e ruptura na floculação, torna-se necessária a realização de ensaios de coagulação e floculação em tempo infinito (tempo a partir do qual não é observada melhora significativa na qualidade do sobrenadante) e sedimentação para condições adequadas. A partir dos dados obtidos são elaboradas as curvas de eficiência de remoção em função do tempo de floculação para cada gradiente de velocidade médio estudado, visando relacionar o número de partículas primárias com o valor de turbidez. Bratby (1981) enfatiza a necessidade de se conhecer a diferença de comportamento entre o sistema estático e a unidade de mistura completa com escoamento contínuo.

Em simulações matemáticas realizadas por Manetta (2014), foi verificado que as constantes cinéticas de agregação e ruptura, atreladas diretamente às velocidades de sedimentação, impactam no tempo de floculação requerido, sugerindo que o tempo de sedimentação impacta no desempenho do processo de floculação.

Analisando as técnicas e operações de uma ETA, constata-se que a floculação estabelece ponto decisivo em seu processo, pois a qualidade dos flocos formados tem relação direta com as características da água bruta, dos produtos químicos e da tecnologia empregada, sendo que as características das partículas floculentas formadas determinam a eficiência dos processos seguintes. Descrita por diversos autores, a caracterização das partículas apresenta-se como promissora ferramenta no campo do tratamento de água (MORUZZI, 2005).

Os sistemas de tratamento no Brasil, não possuem nenhum tipo de equipamento capaz de avaliar de forma *on-line* as características das partículas floculentas geradas, sendo que a aplicação de um monitoramento contínuo da geração de flocos possibilitaria um ganho de qualidade e eficiência nas unidades de floculação. A *University College London* – UCL desenvolveu, por volta de 1984, um equipamento de monitoramento de partículas floculentas, baseando-se no princípio das flutuações da turbidez (*turbidity fluctuations*), no qual uma amostra fluindo por um tubo é iluminada por um estreito feixe de luz e a luz transmitida apresenta variações aleatórias de intensidade. Um equipamento comercial baseado nesta técnica está disponível há vários anos no mercado (*Photometric Dispersion Analyser*, PDA 2000, Rank Brothers Ltd., Cambridge, Reino Unido). As variações de intensidade geradas pelo PDA podem estar diretamente relacionadas com o tamanho do floco nas etapas de formação, quebra e recrescimento dos flocos. Neste âmbito, juntamente com a UCL, as

instituições ITA, SABESP e UNESP, encontram-se em fase final de desenvolvimento do Equipamento de Monitoramento Contínuo de Floculação (EMCF). Gregory (2009) afirma ser muito útil a utilização de métodos de monitoramento do processo de agregação, pois estes auxiliam em várias tarefas como: otimizar a dosagem de aditivos, medir a taxa de agregação, avaliar as propriedades dos agregados formados, como tamanho, densidade e resistência e em estudos fundamentais de agregação de partículas.

Moruzzi (2015) estudou a dinâmica de floculação, em modo batelada e contínua, por meio de parâmetro característico da função de distribuição de tamanho de partículas floculentas. Por meio do uso de técnica de análise de imagens o autor verificou a possibilidade de acompanhar o processo sem a interferência de medidas indiretas e etapas intermediárias. Dessa forma, a modelagem do processo foi realizada diretamente, por meio da adaptação da modelagem clássica de agregação e ruptura. Usando a mesma técnica de análise de imagem desenvolvida por Moruzzi (2015), Moruzzi *et al.* (2015) obtiveram as correlações funcionais e efetuaram a calibração do equipamento PDA em sua versão desenvolvida no Brasil, em parceria da UNESP com o ITA. Assim, foi atribuído significado físico ao sinal gerado pelo PDA, abrindo diversas possibilidades de aplicação.

Nesse contexto, esta pesquisa de doutorado visou expandir os resultados obtidos por meio da aplicação do equipamento PDA, com vistas à obtenção dos parâmetros cinéticos de floculação. Assim, a hipótese deste trabalho é de que a determinação da constante cinética de agregação possa ser realizada de forma *on-line*, a partir da flutuação de turbidez gerada pelo equipamento PDA diretamente na etapa de floculação / agregação inicial das partículas, possibilitando o aprimoramento da eficiência obtida em processos de separação sólido-líquido sem interferência da etapa de sedimentação.

2. OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo geral estabelecer um procedimento para a determinação de parâmetros cinéticos de agregação e ruptura por método direto e dinâmico, livre de distúrbios analíticos significativos, como a sedimentação de partículas, e com resultados obtidos com auxílio do equipamento PDA e por meio de técnica que utiliza análise digital de imagem.

Constituem-se em objetivos específicos:

- Estudar a distribuição de tamanho de partículas diretamente na fase inicial do processo de floculação, no qual se concentra a fase de agregação de partículas;
- Avaliar a sensibilidade da distribuição de tamanho de partículas quando representada em forma de potência para diferentes águas de estudo.
- Caracterização do sinal obtido pelo equipamento PDA frente à diferentes valores
 de turbidez e de gradientes médios de floculação para o início do processo de
 floculação, caracterizando assim a fase inicial de agregação de partículas.
- Estudar a cinética de floculação para diferentes valores de turbidez, avaliando aspectos relacionados à floculação por meio de análise de imagem;
- Avaliar a sensibilidade do sinal emitido pelo equipamento PDA frente aos diâmetros equivalentes obtidos no processo de floculação;
- Realizar análise comparativa entre os dados obtidos com o equipamento PDA (variações de turbidez) e por análise de imagem (característica da partícula).

3. HIPÓTESE

A hipótese desta tese é a de que o coeficiente cinético de agregação, constituinte da modelagem matemática da floculação, possa ser determinado de forma *on-line*, diretamente no processo de floculação, especificamente no início da floculação no qual ocorre de forma mais acentuada a agregação de partículas, possibilitando o aprimoramento da eficiência obtida em processos de separação sólido-líquido.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é realizada uma revisão com enfoque nos fundamentos envolvidos na floculação, princípios de tamanho de partículas e técnica de monitoramento baseado no princípio de flutuações de turbidez. Também são revisados aspectos relacionados à cinética e modelagem matemática do processo de floculação.

4.1. Floculação

A ocorrência do fenômeno de floculação depende das condições de mistura dos fluídos e das características das partículas envolvidas (CRITTENDER, 2005). Alguns parâmetros são de fundamental importância para o processo de floculação de um sistema de tratamento de água, dentre os quais podem ser citados o gradiente médio de velocidade de floculação, o tempo teórico de detenção, o número de Camp (medida de oportunidade de choques entre partículas presentes no fluido), os de agregação e ruptura de flocos, o volume dos flocos e a distribuição do tamanhos das partículas.

A floculação visa à formação de flocos / agregados com tamanho e massa específica que favoreçam sua remoção por sedimentação, flotação ou filtração rápida. Nesta etapa são fornecidas condições para facilitar o contato e a agregação de partículas previamente coaguladas. A floculação é influenciada pelos seguintes fatores: tipo de coagulante, pH de coagulação, temperatura da água, concentração e idade da solução de coagulante, tempo e gradiente de velocidade da mistura rápida, tipo e geometria do equipamento de floculação e qualidade da água bruta.

A formação dos flocos / agregados é regida pelo transporte de partículas para que ocorram os encontros entre partículas e pela adesão por meio da qual as partículas previamente desestabilizadas no processo de coagulação interagem e se aglomeram formando assim os flocos / agregados.

A interação entre partículas decorre da ação de três mecanismos distintos: *interação pericinética* – em decorrência da energia térmica (movimento Browniano), as moléculas da água causam movimento aleatório das partículas, favorecendo encontros entre as mesmas, esta interação é restrita a partículas muito pequenas, segundo Bratby *et al.* (1977) para partículas com diâmetro de aproximadamente 1μm; *interação ortocinética* – tanto no escoamento laminar como no turbulento, os gradientes de velocidade são responsáveis pelos encontros entre as partículas; *sedimentação diferenciada* – partículas com diferentes velocidades de sedimentação podem se encontrar (DI BERNARDO e DANTAS, 2005).

O pioneiro a propor uma modelagem matemática que delineasse as expressões básicas para as frequências de colisões foi Smoluchowski ² (1916) apud Di Bernardo e Dantas (2005), apresentada pela Equação (1).

$$\frac{dn_k}{dt} = \frac{1}{2} \sum k_{ij} n_i n_j - n_k \sum k_{ik} n_i \tag{1}$$

Em que: dn_k/dt representa a taxa de formação de agregados k por colisão de qualquer par de partículas de tamanho i e j, de tal forma que i+j=k (L^3T^{-1}); i e j representam partículas discretas, respectivamente, de tamanho i e j; k representa partícula de tamanho k; k_{ij} é a taxa de colisão entre partículas i e j (L^3T^{-1}); n_i , n_k e n_j representam, respectivamente, o número de partículas i, k e j (L^{-3}); k_{ik} é a taxa de colisão entre partículas i e k (L^3T^{-1}); nesta equação o choque é contabilizado duas vezes, então foi inserido o termo ½ à equação; o sinal negativo representa o desaparecimento do agregado k por colisão com outros agregados.

Smoluchowski (1917) propôs 6 hipóteses: 1- a eficiência das colisões é semelhante para todas as partículas; 2- o fluxo do fluído é laminar; 3- partículas monodispersas (mesmo tamanho); 4- não há quebra dos flocos formados; 5- as partículas são esféricas mesmo após as colisões; 6- colisões ocorrem apenas entre duas partículas. Assim propôs um modelo matemático para descrever a frequência de colisões pericinética e ortocinéticas, dada pelas Equações (2) e (3).

$$H_{ij} = \frac{2}{3} \frac{kT}{\mu} \frac{1}{\left(d_i d_j\right)} \left(d_i + d_j\right) \tag{2}$$

² Von SMOLUCHOWSKI, M.. Drei vorträge über diffusion, brownshe molecular beweging und koagulation von kolloidteilchen. **Physik.** K. 17:557, 1916.

$$H_{ij} = \frac{1}{6} \frac{dv}{dt} \left(d_i + d_j \right)^3 \tag{3}$$

Em que: H_{ij} é a taxa de colisão entre as partículas (L³T⁻¹);k é a constante de Boltzmann(M L² t⁻² T⁻¹); T é a temperatura (K); μ é a viscosidade absoluta (ML⁻¹t⁻¹); dv/dt é a velocidade do fluido (t⁻¹); di e dj são partículas discretas de tamanho i e j (L) respectivamente.

Camp e Stein (1943) generalizaram a equação de Smoluchowski incluindo as condições de escoamento turbulento e definiram o conceito de gradiente de velocidade médio. Segundo Camp e Stein (1943) os gradientes de velocidade variam consideravelmente no interior de uma câmara de mistura. Porém, sob condições estáveis de trabalho fornecido por unidade de volume e tempo à água da câmara, definiu-se o parâmetro de gradiente médio de velocidade, dado pela Equação (4), o qual passou a ser adotado como um parâmetro usual de projeto de unidades de floculação e mistura rápida sendo a parte central de uma unidade de tratamento de água.

$$G_m = \sqrt{\frac{P}{\mu V}} \tag{4}$$

Onde G_m é o gradiente de velocidade médio (t^{-1}); P é a potência útil introduzida no sistema (ML^2t^{-3}); V é o volume útil (L^3) e μ é a viscosidade absoluta do fluido ($ML^{-1}t^{-1}$).

Desta forma a frequência de colisão definida por Camp s Stein (1943) passa a ser expressa pela Equação (5).

$$H_{ij} = \frac{4}{3} n_i n_j R_{ij}^3 G (5)$$

Em que: H_{ij} é a frequência de contatos por unidade de tempo entre partículas de raio R_i e R_j (L^3T^{-1}), n_i e n_j são o número de partículas de raio i e j, respectivamente, por unidade de volume (L^3) e R_{ij} é o raio de interação entre duas partículas i e j, isto é, a distância entre o centro de duas partículas (L).

A modelagem matemática da cinética dos encontros visa estimar o desempenho da floculação, a partir da descrição dos fenômenos de agregação e ruptura. Os encontros entre partículas causam agregação e consequentemente formação de flocos. O aumento do gradiente de velocidade médio e do tempo de floculação causa aumento da taxa de encontros, entretanto, com agitação muito intensa, as forças de cisalhamento podem causar a ruptura dos

flocos. Também, a partir de certo período de floculação, ocorre erosão dos flocos (DI BERNARDO E DANTAS, 2005). A seguir é apresentada a modelagem matemática de agregação e ruptura desenvolvida por Argaman e Kaufman (1970).

4.1.1. Agregação

Primeiramente, será considerada agregação decorrente de encontros ortocinéticos, considerado o fator de colisão $\alpha_0=\alpha$, para uma suspensão de partículas primárias de mesmo tamanho, $d_i=d_j=d$, e mesmo número, $n_i=n_j=n$, fornece:

$$(N)_0 = \frac{\alpha}{6} n^2 (2d)^3 G_{med} \tag{6}$$

Em que: N é o número de encontros por unidade de volume no tempo t=0 ($T^{-1}L^{-3}$); α é o fator de colisão (adimensional); n é o número de partículas por unidade de volume no tempo (L^{-3}); d é o diâmetro das partículas (L) e G_{med} é o gradiente de velocidade médio (t^{-1}).

A fração volumétrica dos flocos, Φ_f , definida como o volume de flocos por unidade de volume de suspensão, resulta, para flocos esféricos, em:

$$\Phi_f = \frac{\pi d^3}{6} n \tag{7}$$

Como para cada encontro em que ocorre agregação há o desaparecimento de duas partículas primárias, tem-se:

$$(N)_0 = -2\frac{dn}{dt} \tag{8}$$

A combinação das Equações (6),(7) e (8) fornece:

$$\frac{dn}{dt} = -\frac{4\alpha}{\pi} \Phi_f n G_{med} = -K_{ag} \Phi_f n G_{med} \tag{9}$$

Na Equação (9), K_{ag} é um coeficiente empírico que depende das características químicas do sistema e físicas da mistura. Para uma unidade ou um reator de mistura completa, de volume V_0 (L^3), quando se tem escoamento contínuo com vazão Q (L^3/t), o balanço de massa fornece:

$$V_0 \frac{dn}{dt} = Q(n^0 - n) - \left(K_{ag} \Phi_f n G_{med}\right) V_0 \tag{10}$$

Para um reator estático (como o jarro de um equipamento de *jartest*) ou de escoamento do tipo pistão, Bratby, Miller e Marais (1977) propuseram a seguinte equação, a qual não leva em conta o fenômeno de ruptura dos agregados:

$$\frac{n_1^r}{n_1^0} = e^{-K_{ag}\Phi_f G_{med}T_d} \tag{11}$$

Em que: n_1^0 é o número de partículas primárias por unidade de volume presentes no início da floculação (L³); n_1^r é o número de partículas primárias remanescentes por unidade de volume após o tempo T_d (L⁻³) e T_d é o tempo de detenção (t).

4.1.2. Agregação e Ruptura

Segundo Parker, Kaufman e Jenkins (1972), dois mecanismos são responsáveis pela desagregação: (i) erosão superficial de partículas primárias presentes nos flocos: é provocada pelo arraste da água atuando por interferência das forças de cisalhamento na superfície dos flocos, com escoamento turbulento; (ii) fragmentação de flocos: se dá em função das diferenças de pressão dinâmica em lados opostos dos flocos, deformando-o e fragmentando-o.

Intuitivamente percebe-se da simultaneidade da agregação e ruptura (desagregação) que ocorre um estado de equilíbrio durante a floculação, resultando em flocos com tamanhos estáveis quando as condições não são alteradas, conforme confirmado por Speilman (1978), Argaman e Kaufman (1970) e Parker, Kaufman e Jenkins (1972). Os últimos propuseram a seguinte expressão para definir o tamanho do floco estável:

$$d_{fes} = K_{fes} (G_{med})^{k_{fes}} \tag{12}$$

Na Equação (12) $d_{\it fes}$ representa o tamanho do floco estável (cm), $K_{\it fes}$ o coeficiente relacionado com a resistência do floco estável (cm s) e $k_{\it fes}$ (coeficiente adimensional), o coeficiente que depende do modo com que ocorre a ruptura do floco e do turbilhonamento que causam esta ruptura. Quando ocorre a erosão de flocos maiores que η tem-se $k_{\it fes}$ = 2 e para

flocos menores que η , resulta $k_{\it fes}$ = 1. Quando a ação predominante é a de fragmentação $k_{\it fes}$ = 0,5 para as duas condições de tamanho de flocos em relação à η . Resultados de alguns experimentos com $k_{\it fes}$ = 1 indicaram que o tamanho máximo do floco é inversamente proporcional a $G_{\it med}$ (DI BERNARDO e DANTAS, 2005).

Estudos intensivos sobre floculação sugeriram as seguintes relações entre $d_{\it fes}$ e $G_{\it med}$ para obtenção do tamanho do floco estável, com o coeficiente $k_{\it fes}$ englobando os mecanismos de erosão e de fragmentação:

$$d_{fes}\alpha(G_{med})^{\theta} \text{ para } d_{fes} < \eta \text{ } e \text{ } \theta = 0,66 \text{ } a \text{ } 0,76$$

$$\tag{13}$$

$$d_{fes}\alpha(G_{med})^{\gamma}$$
 para $d_{fes} > \eta \ e \ \gamma = 0.8 \ a \ 1.0$ (14)

Harris *et al.* (1966) e Parker, Kaufman e Jenkins (1972) expressaram a taxa de produção de partículas primárias decorrentes da ruptura dos flocos como apresentado na Equação (15).

$$\frac{dn^1}{dt} = K_B n_0 (G_{med})^{K_{es}} \tag{15}$$

onde K_B é o coeficiente de ruptura (T) se k_{es} =2, n_0 é o número de partículas por unidade de volume (L⁻³) no tempo t=0 e o coeficiente k_{es} é igual a 4 para flocos com tamanho maior que η e igual a 2 para flocos com tamanho menor que η .

Considerando-se a Equação (9) com $K_A=K_{ag}\Phi_f$, em que K_A é o coeficiente de agregação, obtém-se:

$$\frac{dn^{1}}{dt} = -K_{A}n^{1}G_{med} = -K_{ag}\Phi_{f}n_{0}G_{med}$$
(16)

Combinando as Equações (15) e (16), resulta a equação geral da floculação:

$$\frac{dn^{1}}{dt} = -K_{A}n^{1}G_{med} + K_{B}n_{0}(G_{med})^{K_{es}}$$
(17)

Argaman e Kaufman (1970), fazendo $k_{es}=2$, aplicaram a Equação (17), em estado estacionário para uma unidade de floculação constituída de m câmaras (reatores) de mistura completa (G_f constante), em série, resultando na Equação (18).

$$\frac{n_1^m}{n_1^0} = \frac{1 + K_B G_1^2 \frac{T_d}{m} \sum_{i=0}^{m-1} (1 + K_A G_f \frac{T_d}{m})^i}{(1 + K_A G_f \frac{T_d}{m})^m}$$
(18)

Em que: n_1^0 é o número de partículas primárias por unidade de volume presentes no início da floculação (L⁻³); n_1^m é o número de partículas primárias por unidade de volume presentes na saída da m-ésima câmara (L⁻³); G_f é o gradiente de velocidade médio na floculação (t⁻¹); m é o número de câmaras e $\frac{n_1}{n_1^m}$ é a relação entre o número de partículas primárias (ou turbidez) efluente de câmaras de floculação em série.

Argaman e Kaufman (1970) apresentam um modelo que contempla variações para o G_f , decrescente da primeira para a última câmera de floculação na Equação (19), em que $\frac{n_1^{i-1}}{n_1^i}$ é a relação entre o número de partículas primárias (ou turbidez) afluente e efluente da i-ésima câmaras de floculação.

$$\frac{n_1^{i-1}}{n_1^i} = \frac{1 + K_{Ai}G_{fi}\frac{T_d}{m}}{1 + \frac{n_1^0}{n_1^{i-1}}K_{Bi}G_{fi}^2\frac{T_d}{m}}$$
(19)

Para apenas uma câmara de floculação (*m*=1), tem-se na Equação (19):

$$\frac{n_1^m}{n_1^0} = \frac{1 + K_B G_f^2 T_d}{1 + K_A G_f T_d} \tag{20}$$

Para obter a eficiência de floculação em porcentagem basta utilizar a Equação (21), na qual $R=n_I^0/n_I^m$. Assim para R=10 a eficiência seria de 90%.

$$E = \left(1 - \frac{1}{R}\right)100\% \tag{21}$$

De acordo com Argaman e Kaufman (1970), a determinação dos valores dos coeficientes K_A e K_B deve ser realizada a partir de ensaios em instalações piloto de escoamento contínuo. Tal fato dificultou a utilização do modelo em razão do custo envolvido e também do tempo relativamente longo necessário à execução dos ensaios. Assumindo que K_A e K_B permaneçam constantes nas equações (18) e (19), as quais aplicou-se a câmaras de mistura completa em série, tais coeficientes, segundo Bratby, Miller e Marais (1977), não deveriam, de acordo com a teoria, ser alterados se o número de câmaras tendesse para o infinito, ou seja, para o escoamento tipo pistão ou reator estático. Segundo este raciocínio a equação que delineia a cinética de floculação em reator estático é dada por:

$$\frac{dn^1}{dt} = -K_A n_t^1 G_f + K_B n_0^1 (G_f)^2$$
 (22)

Em que: n_0^1 é o número de partículas primárias por unidade de volume no tempo t=0 (L⁻³); n_t^1 é o número de partículas primárias por unidade de volume no tempo t (L⁻³) e d_n^1/d_t é a variação do número de partículas primárias por unidade de volume em relação ao tempo (t^{-1} L⁻³).

Integrando a Equação (22) e rearranjando, obtém-se a Equação (23) em que *Tf* é o tempo de floculação (t).

$$\frac{n_0^1}{n_{Tf}^1} = \left[\frac{K_B}{K_A} G_f + \left(1 - \frac{K_B}{K_A} G_f \right) e^{-K_A G_f T_f} \right]^{-1}$$
(23)

Bratby, Miller e Marais (1977) assumem que o número de partículas primárias é igual à turbidez remanescente e obtêm a equação abaixo:

$$\frac{N_0}{N_1} = \left[\frac{K_B}{K_A} G_f + \left(1 - \frac{K_B}{K_A} G_f \right) e^{-K_A G_f T_f} \right]^{-1}$$
 (24)

onde N_0 é a turbidez inicial do sobrenadante (uT) e N_I é a turbidez final do sobrenadante após tempo de sedimentação longo (uT).

4.1.3. Coeficientes de Agregação e Ruptura

Segundo Bratby (1981), para a determinação dos coeficientes de agregação e ruptura na floculação, torna-se necessário a realização de ensaios de coagulação, floculação e sedimentação "infinita" (tempo a partir do qual não é observada melhora significativa na qualidade do sobrenadante) para condições otimizadas de mistura rápida e com diferentes valores de tempo de agitação e de gradiente de velocidade de floculação. A partir dos dados obtidos são elaboradas as curvas de eficiência de remoção em função do tempo de floculação, para cada gradiente de velocidade estudado visando relacionar o número de partículas primárias com o valor de turbidez.

Com base nas equações (22) e (24) é possível determinar os coeficientes K_B e K_A . Igualando a Equação (22) a zero, ou seja, supondo que não haja agregação nem desagregação das partículas secundárias, obtém-se a Equação (25).

$$\frac{K_B}{K_A} = \frac{1}{G_f \frac{N_0}{N}} \tag{25}$$

O desenvolvimento matemático sugerido acima pode ser visto abaixo (eq. (25 = 0):

$$\frac{dn^{1}}{dt} = -K_{A}n_{t}^{1}G_{f} + K_{B}n_{0}^{1}(G_{f})^{2} \rightarrow 0 = -K_{A}n_{t}^{1}G_{f} + K_{B}n_{0}^{1}(G_{f})^{2}$$

$$K_{A}n_{t}^{1}G_{f} = K_{B}n_{0}^{1}(G_{f})^{2} \rightarrow \frac{K_{A}}{K_{B}} = \frac{n_{0}^{1}(G_{f})^{2}}{n_{t}^{1}G_{f}} \rightarrow \frac{K_{B}}{K_{A}} = \frac{n_{0}^{1}}{n_{0}^{1}G_{f}}$$

A metodologia de Bratby (1981) é composta das seguintes etapas:

- A partir da porção horizontal da curva de melhor ajuste de todos os dados experimentais (os ensaios são conduzidos até que uma porção horizontal significativa é encontrada), conforme mostrado na Equação (26), tem-se o valor N₀/N, na qual a razão K_B/K_A é determinada, sendo G_f conhecido.
- Tomando pontos sucessivos nas curvas de melhor ajuste para cada valor de G_f , os valores de K_A são determinados a partir da Equação (24), representada por:

$$K_{A} = \frac{1}{G_{f}T_{f}} \ln \left(\frac{\left(1 - \frac{K_{B}}{K_{A}}G_{f}\right)}{\left(\frac{1}{N_{0}} - \frac{K_{B}}{K_{A}}G_{f}\right)} \right)$$

$$(26)$$

A partir dos valores de K_A calculados para cada ponto da curva e para cada valor de G_f em particular, o valor médio é calculado e, dos valores de K_B/K_A para cada curva, os valores de K_B são determinados.

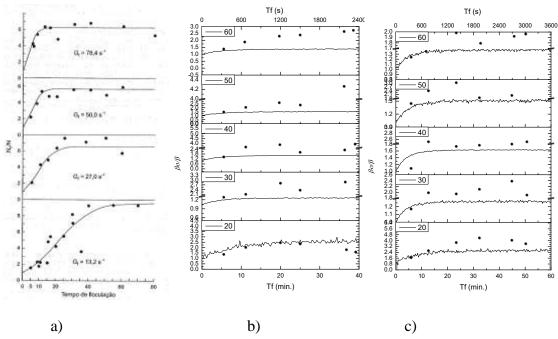


Figura 1 - Desempenho de floculação.

a) Desempenho de floculação (N_0/N). Desempenho da floculação (N_0/N) para uma faixa de valores de T_f e G_f (utilizado Sulfato de Alumínio= 15 mg/L; pH= 7,6; N_0 = 3,13 uT, Gmr= 500 s⁻¹ e Tmr= 10s). Fonte: Bratby (1981); b) Desempenho da floculação em escoamento contínuo para 3 câmaras em série medido diretamente por meio do parâmetro da função de distribuição de tamanho de partícula (β); c) Desempenho da floculação em escoamento contínuo para 4 câmaras em série medido diretamente por meio do parâmetro da função de distribuição de tamanho de partícula (β). Extraído de Moruzzi (2015).

• Constrói-se uma curva em que são plotados os valores de K_B na ordenada e $\ln(G_f)$ na abscissa. O valor de K_B para qualquer valor de G_f normalmente segue a relação da forma:

$$K_B = k_{1b} \ln G_f + k_{2b} \tag{27}$$

Em que: k_{1b} e k_{2b} são constantes para uma água em particular.

Segundo Bratby (1981) a relação empírica entre o coeficiente de ruptura K_B e G_f apresentada na Equação (27) foi admitida por conveniência de análise. Segundo o mencionado autor, esta inadequação não se torna importante desde que os resultados dos ensaios em reatores estáticos possam ser aplicados diretamente aos projetos de mistura completa com escoamento contínuo.

Pádua (1994) ao estudar a aplicabilidade da metodologia de Bratby (1981) propôs outra metodologia (pode ser visualizada também em Manetta, 2014), pois na análise dos resultados obtidos pelo autor não foi possível ser observada a tendência assintótica da eficiência de remoção de turbidez com o aumento do T_f , requisito exigido pela metodologia a fim de se determinar os coeficientes de agregação (K_A) e ruptura (K_B).

Libânio (1995) igualmente questionou a metodologia proposta por Bratby (1981) ao comentar que diversos trabalhos experimentais têm confirmado nítida redução da eficiência de floculação com o aumento do período de agitação. Segundo o mencionado autor, em função das características da água e das condições de mistura rápida e de floculação, os flocos atingem seu tamanho máximo a partir do qual passa a prevalecer o mecanismo de ruptura e, assim, o aumento do período de floculação tende a reduzir as dimensões dos flocos e a eficiência de floculação.

Em decorrência das indagações anteriores apresentados, Brito (1998) propôs dois métodos para calcular os coeficientes de agregação e ruptura, o primeiro é o Método da Equação de Agregação e Ruptura (MEAR), com base nas equações (22) e (24), cujo procedimento é semelhante ao descrito por Bratby (1981), ao invés de obter o valor de N_0/N , da porção horizontal da curva de melhor ajuste dos dados experimentais, esta será correspondente ao ponto que fornecer maior eficiência para o menor tempo de floculação, e o segundo é o Método da Primeira Derivada Parcial em relação a G_f (MPDPG), esta proposta utiliza a primeira derivada parcial da Equação (24) em relação ao parâmetro G_f (valor ótimo com máxima eficiência para o T_f).

Em Marques e Ferreira Filho (2017) foi realizada uma proposta de melhoria no modelo cinético de floculação apresentado por Argaman e Kaufman incluindo um novo termo que explica o processo irreversível de separação de flocos, segundo Equação (28). Os autores sugerem que o equilíbrio entre o processo de agregação e ruptura pode não ser constante ao longo do tempo, ou seja, uma parte dos flocos quebra de forma irreversível conforme demonstrado na Figura 2.

$$\frac{dF}{dt} = K_A G N - K_B N_0 G^2 - K_C G F \tag{28}$$

Em que: dF/dt é a taxa de mudança na concentração de partículas F, F são os flocos com separação irreversível, K_C é a nova constante.

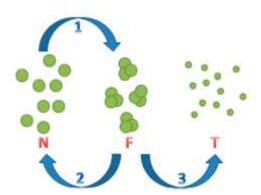


Figura 2 - Visão conceitual do modelo proposto por Marques e Ferreira Filho (2017). Nota: N é a partícula primária; F são as partículas formadas durante o processo de agregação e removíveis por sedimentação; T são as partículas residuais permanentes não sujeitas a agregação e / ou remoção por sedimentação.

4.2. Contagem e Tamanho de Partícula

As características físicas de formato dos flocos formados na etapa de floculação dependem de características intrínsecas do processo e das substâncias envolvidas, delimitando o sucesso nas etapas subsequentes do tratamento.

Quanto à geometria dos agregados, Junker (2006) explicita que o diâmetro de uma partícula pode ser obtido por meio de medições diretas, como por exemplo, área e diâmetro máximo e mínimo, ou por meio de cálculo de diâmetro equivalente, assumindo a forma esférica como representativa, visto que essa é a única que pode ser representada por um único número.

4.2.1. Diâmetro equivalente

Entre as expressões existentes para retratar o diâmetro equivalente esférico pode-se citar o geométrico e o aritmétrico. Segundo Santos *et al.* (2004) dentre as técnicas de determinação de tamanho de partículas existem as sem fracionamento da amostra, nas quais não é aplicado nenhum mecanismo de separação, consequentemente as frações de tamanho presentes na amostra são determinadas por uma única medição e quando a análise do tamanho da partícula é processada a partir de técnicas de imagem, pode-se utilizar o comprimento máximo, a área projetada ou perímetro como referências de equivalência ao diâmetro.

A seguir são apresentadas diferentes equações para obtenção do diâmetro equivalente utilizando-se dados gerados por técnica de análise de imagem.

O diâmetro equivalente médio em área pode ser obtido pela Equação (29). Onde: d_A é o diâmetro médio equivalente da área, A_i é o valor de área projetada no plano da imagem capturada e n é o número total de partículas estudadas (por faixa ou total) em determinado G_f .

$$d_A = \frac{\left(\frac{\sum \sqrt{4A_i}}{\pi}\right)}{n} \tag{29}$$

O diâmetro médio do perímetro da elipse é obtido pela Equação (30). Neste, o diâmetro equivale ao de uma esfera com mesmo valor correspondente ao perímetro da elipse circunscrita ao agregado. Onde: d_P representa o diâmetro médio equivalente da elipse e P_i é o perímetro da elipse.

$$d_P = \frac{\left(\frac{\sum P_i}{\pi}\right)}{n} \tag{30}$$

O diâmetro aritmético (d_a) é determinado conforme Equação (31). Este diâmetro equivalente utiliza o atributo dado pelo comprimento médio (d_i) do agregado, sendo que o comprimento por agregado é definido pela média das medidas de 2 em 2 graus a partir do centro geométrico da partícula.

$$d_a = \frac{(\sum d_i)}{n} \tag{31}$$

O diâmetro médio geométrico (d_g) é obtido pela Equação (32). Para isto são utilizados valores de diâmetro máximo $(d_{M\acute{A}X})$ e diâmetro mínimo $(d_{M\acute{I}N})$ de todos as partículas classificadas em faixas de interesse.

$$d_g = \frac{\left(\sum \sqrt{d_{MAX} \cdot d_{MIN}}\right)}{n} \tag{32}$$

4.2.2. Distribuição de Tamanho de Partículas

Segundo Crittender *et. al* (2005) o número de partículas, é importante em relação ao método a ser usado para sua remoção, e requer compreensão da heterogeneidade especialmente em relação ao tamanho (LAWLER, 2005). As partículas podem ser agrupadas por faixas de tamanhos visando avaliar a frequência em cada faixa, por meio da distribuição de tamanho de partículas (DTP), a DTP representa os efeitos dos choques, agregação e ruptura dos flocos (ZHANG, 2011). Crittender (2005) descreve que a distribuição de tamanho das partículas (DTP) em águas naturais pode ser definida com base em número de partículas, massa de partículas, diâmetro de partícula, área de superfície da partícula ou volume de partículas e a distribuição de frequência do número de partículas F(d) pode ser expressa como a concentração numérica de partículas dN, em relação à mudança incremental no tamanho da partícula d(dp), representada pela Equação (33).

$$F(d_p) = \frac{dN}{d(d_p)} \tag{33}$$

Em que: F(dp)é a função que define a frequência de distribuição de tamanho de partículas (d1, d2, d3...); dN é a concentração do número de partículas em termos da variação incremental dos diâmetros das partículas (d(dp)) e d(dp) é a variação incremental dos diâmetros das partículas.

Conforme descrito em Crittender *et al.* (2005), a distribuição de tamanho de partículas pode ser representada na forma de potência, conforme Equação (34). Nessa equação, o primeiro termo a esquerda representa a concentração incremental do número de partículas (dN) em relação à variação incremental no diâmetro de partícula d(dp). No termo da direita, β representa o coeficiente de inclinação da equação de potência e A o coeficiente de densidade. Para a obtenção dos valores dos parâmetros β e A, para cada G_f e em cada diâmetro equivalente, foi utilizada a Equação (35) resultante da linearização da Equação (34).

$$\frac{dN}{d(d_p)} = A(d_p)^{-\beta} \tag{34}$$

$$\log\left[\frac{dN}{d(d_p)}\right] = \log(A) - \beta \log(d_p) \tag{35}$$

A eficácia de cada processo de separação sólido / líquido depende em parte da distribuição de tamanho de partículas (LAWLER, 2005) e por este motivo seu entendimento é de grande importância.

Segundo Moruzzi (2015) o parâmetro β , que é o coeficiente que caracteriza a distribuição de tamanho de partículas pela representação da inclinação da função contínua, pode ser utilizado como novo parâmetro de processo no lugar da turbidez, para obtenção dos coeficientes cinéticos, a substituição ocorre como demonstrado nas Equações (36) e (37) em que pode-se dizer que $\beta_0/\beta \approx N_0/N$. da equação clássica de Argaman e Kaufman (1970).

$$\frac{N_0}{N} \approx \frac{\beta_0}{\beta} \approx \left[\frac{K_B}{K_A} G_f + \left(1 - \frac{K_B}{K_A} G_f \right) e^{-K_A G_f T_f} \right]^{-1}$$
(36)

$$\frac{dn^{1}}{dt} = -K_{A}n_{t}^{1}G_{f} + K_{B}n_{0}^{1}(G_{f})^{2} \to \frac{dn^{1}}{dt} = -K_{A}\beta G_{f} + K_{B}\beta_{0}(G_{f})^{2}$$
(37)

4.3. Turbidez

A seguir são apresentados conceitos para turbidez definidos por Jethra (1993). A propriedade óptica de turbidez é devida à interação entre a luz e as partículas em suspensão na água. Um feixe de luz direcionado permanece relativamente inalterado quando transmitido através de água absolutamente pura. As moléculas em um fluido puro dispersam a luz até certo ponto. Em amostras contendo sólidos em suspensão, a maneira pela qual a água interfere com a transmissão de luz depende de fatores como: o tamanho da partícula; a forma da partícula; a composição das partículas e o comprimento de onda da luz incidente. Uma partícula interage com a luz incidente absorvendo a energia da luz e depois irradiando a energia da luz em todas as direções. A forma da partícula e o índice de refração também afetam a distribuição e a intensidade da dispersão, sendo que o índice de refração de uma partícula é a medida de como redireciona a luz que a atravessa através de outro meio, como o fluido de suspensão. O índice de refração das partículas em suspensão deve ser diferente do fluido da amostra (suspensão) para que a dispersão ocorra e, a medida que essa diferença

aumenta, a dispersão torna-se mais intensa, ou seja, se intensifica à medida que aumenta a concentração de partículas. Não é correta a comparação entre a turbidez e a quantidade (mg/L ou ppm) de material suspenso de uma amostra, a turbidez é uma medida das propriedades de dispersão de luz das partículas de uma amostra e a medição direta de sólidos em suspensão deve ser feita através de análise de sólidos. Deve ser estabelecida uma curva de correlação entre a turbidez resultante e quantidade de sólidos contidos em uma amostra.

Segundo Gregory e Nelson (1986) para uma dada suspensão, a turbidez depende da concentração e das propriedades de dispersão da luz das partículas em suspensão. Se a suspensão contém apenas partículas idênticas, a turbidez é dada por pela Equação (38). Na prática, a luz pode ser absorvida ou dispersa pelas partículas, na qual uma parte da luz dispersa pelas partículas pode ser recebida pelo detector, dependendo do seu ângulo de aceitação. Esse efeito pode causar uma redução significativa na turbidez medida. A altas concentrações de partículas é transmitida mais luz do que seria previsto e a turbidez é menor do que o esperado com base na Equação (38).

$$T = NC (38)$$

Em que T é a turbidez, N é o número de partículas por unidade de volume e C é a seção de dispersão de luz.

Para partículas menores do que o comprimento de onda da luz a turvação específica aumenta substancialmente com o tamanho de partícula. No entanto, para partículas de um tamanho comparável ao comprimento de onda da luz ou maior, a turbidez diminui com o aumento do tamanho de partícula (e, portanto, com a agregação). Nesta região, geralmente não é possível obter informações quantitativas sobre a formação de agregados a partir de medições de turbidez. Para partículas bastante grandes, a seção transversal de dispersão tornase diretamente proporcional à área de seção transversal geométrica de uma partícula e a informação de tamanho de partícula pode ser obtida. (GREGORY e NELSON, 1986).

Quando a turbidez mostra uma mudança significativa (geralmente uma diminuição) à medida que as partículas são agregadas, ela pode ser usada como indicação empírica de agregação e ruptura dos flocos. Além disso, para suspensões muito diluídas, uma redução significativa na turbidez só pode provocar um aumento muito pequeno na intensidade da luz transmitida.

Para utilização de turbidez na medição de taxa de agregação, conforme descrito em Gregory (2009), observa-se que para partículas menores do que o comprimento de onda da luz, a turbidez aumenta com o tamanho da partícula e à medida que as partículas pequenas agregam, assume-se que a taxa inicial de aumento da turbidez é proporcional à taxa de agregação inicial. Para partículas maiores a turbidez diminui com a agregação.

4.4. PDA

Conforme manual de operações do equipamento (Rank Brothers, 2015) o PDA destina-se a monitorar suspensões e emulsões fluidas, fornecendo uma indicação sensível de mudanças no estado de agregação e ruptura de uma suspensão. A base da técnica é o fato de que, em qualquer suspensão ou emulsão, mesmo bem misturada, há pequenas variações locais em sua composição.

Os princípios fundamentais desta técnica de monitoramento foram previamente discutidos por Gregory e Nelson (1984) e Gregory (1985) e suas aplicações para o monitoramento da floculação foram descritas por Brown *et al.* (1985) e Gregory e Nelson (1986). Resumidamente, a intensidade de um estreito feixe de luz transmitida através de uma suspensão fluindo por um tubo é monitorada por um sensível foto-detector, consistindo os resultados de uma componente estável (*dc*) e uma parte flutuante (*ac*). A componente estável (*dc*) é simplesmente uma medida da intensidade média de luz transmitida e depende da turbidez (e, portanto, da concentração e tamanho de sólidos) da suspensão. As flutuações (*ac*) no sinal da luz transmitida surgem de variações aleatórias oriundas da composição da amostra no feixe de luz, a qual está sendo continuamente renovada pelo fluxo (ver **Erro! Fonte de referência não encontrada.**) e traduzem as variações aleatórias no número de partículas.

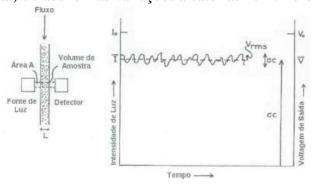


Figura 3 - Flutuações de turbidez em uma dispersão em fluxo (GREGORY, 1985).

As variações dc e ac surgem da não uniformidade da suspensão e seguem a distribuição estatistica de Poisson conforme Equação (39) em que v é o número médio de

partículas no volume observado e P(n) é a probabilidade de encontrar n partículas no volume, sendo a variância igual a média, e portanto, o desvio padrão do valor médio é simplesmente a raiz quadrada do valor médio. Isto implica que o valor médio da raiz quadrada (rms) deste sinal flutuante depende da raiz quadrada da concentração e do tamanho de partículas. Na prática, é conveniente dividir o valor de rms pela componente estável (dc) para dar uma razão, R (rms/dc). A razão (rms/dc) proporciona uma medida sensível do estado de agregação das partículas (GREGORY e NELSON, 1986).

$$P(n) = \frac{exp(-v)v^2}{n!} \tag{39}$$

O valor da razão será denominado de índice de floculação (*IF*). O valor de *IF* é fortemente relacionado com o tamanho do floco e sempre aumenta à medida que os flocos crescem (GREGORY e CHUNG, 1995). Gregory e Hiller (1995) encontraram uma forte relação empírica entre o valor de *IF* e vários resultados obtidos com ensaio de coagulação/floculação/sedimentação, como por exemplo, a turbidez residual após a sedimentação e o tamanho médio dos flocos. Apesar de não ser possível obter informações quantitativas em relação ao tamanho do floco com este equipamento (PDA), o valor de *IF* proporciona uma avaliação relativa do crescimento, quebra e recrescimento dos flocos, e permite que sejam feitas comparações entre diferentes coagulantes e entre diferentes intensidades da força de cisalhamento (YUKSELEN e GREGORY, 2004). Quando as partículas se agregam, a concentração do número de partículas diminui e a seção transversal de dispersão do agregado é geralmente maior do que a das partículas originais (GREGORY e NELSON, 1986).

Este valor não é afetado pela contaminação (*fouling*) das superfícies óticas ou interferências eletrônicas. Esses efeitos afetam os valores de *dc* e *rms* relativamente da mesma maneira e, portanto a razão (*IF*) não é afetada. Essa é uma das maiores vantagens no monitoramento de águas com alta turbidez, para as quais as medidas de turbidez em escoamento contínuo podem ser seriamente afetadas pela contaminação (*fouling*).

Pode ser demonstrado que o *IF* depende da concentração e tamanho das partículas em suspensão, assim como da dimensão do volume da amostra iluminada. Para o caso geral de uma suspensão heterodispersa, o valor da razão *IF* é dado por:

$$IF = (L/A)^{1/2} \left(\sum_{i} N_i C_i^2 \right)^{1/2} \tag{40}$$

Em que: L é o comprimento do caminho ótico e A é a área efetiva da seção transversal do feixe de luz. A soma leva em conta todos os tipos de partículas i, com concentração N_i e seção transversal de dispersão da luz C_i (a qual depende do tamanho e forma das partículas). A natureza da soma na Equação (40) é tal que as menores partículas contribuem relativamente pouco para o valor da razão e que, num sistema de agregação, os maiores agregados têm uma maior influência em R. (Nota: o valor da razão R é denominado Índice de Floculação, IF, ou $Flocculation\ Index,\ FI$).

Segundo Gregory (1985) apud Gregory (2009) o *IF* é fortemente influenciado por partículas maiores (com secções transversais de dispersão mais altas) e aumenta a medida que a agregação de partículas ocorre.

Na Figura 4 está apresentado um esquema da célula de fluxo e seus componentes. Foi verificado que os valores medidos de *rms* são independentes da vazão (GREGORY, 1985) e que o valor da razão *R* fornece uma indicação muito sensível da formação dos agregados (GREGORY e LI, 1991; LI e GREGORY, 1991).

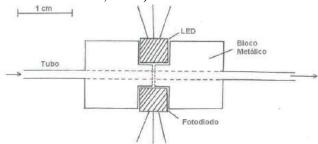


Figura 4 - Esquema da célula de fluxo e dos componentes óticos (GREGORY, 1985).

Quanto ao processamento do sinal emitido pelo equipamento existe um limitador que reduz os efeitos causados por bolhas de ar ocasionais e partículas grandes não representativas, este monitora o valor instantâneo do sinal flutuante e o compara com o valor médio nos últimos cinco segundos. As leituras instantâneas superiores a 2,5 vezes a média são ignoradas e não influenciam a leitura rms (RANK BROTHERS, 2015).

Ainda segundo Gregory e Nelson (1986) em uma suspensão real submetida à floculação, a distribuição do tamanho dos agregados e as propriedades de dispersão da luz não poderiam ser tão facilmente calculadas e seria extremamente difícil prever a maneira como a turbidez e o sinal flutuante variariam, no entanto, o *IF* quase sempre aumentará à medida que ocorre a floculação.

5. METODOLOGIA

Para a obtenção da constante cinética de agregação foi realizado monitoramento dinâmico da etapa de floculação, no qual utilizou-se do equipamento PDA acoplado a uma câmera para geração de imagens dos agregados visando relacionar o sinal transmitido pelo equipamento às imagens geradas. A etapa de floculação foi realizada pelo procedimento tradicional do ensaio de jartest (descrito em Pádua, 1994), no qual o jarro é preenchido com 2L da suspensão de caulinita e, então, otimizado o par de valores 'dosagem x pH'. As imagens dos agregados proporcionam informações mais detalhadas das propriedades dos flocos do que as que podem ser obtidas com procedimentos convencionais de monitoramento, permitindo que o parâmetro cinético de agregação possa ser obtido no exato momento em que ocorre a floculação, ou seja on-line, e sem nenhuma interferência adicional da etapa de sedimentação. A técnica de analise digital de imagem é empregada para quantificar / qualificar as partículas geradas. Os resultados foram avaliados por meio de métodos estatísticos descritivos, utilizando ferramentas de análise de distribuição. A função de distribuição de tamanho de partículas foi obtida por ajuste aos dados experimentais. Foi analisado o primeiro minuto de teste, pois, foi verificado que dentro deste intervalo de tempo ocorre a agregação das partículas de forma acentuada e localizada. As variações de intensidade geradas pelo PDA proporciona uma avaliação relativa ao tamanho do floco nas etapas de formação, quebra e recrescimento resultando em conhecimento das propriedades dos flocos e a obtenção dos parâmetros cinéticos de agregação e ruptura.

5.1. Materiais

Foram utilizados para o desenvolvimento deste projeto: equipamento de bancada *Jartest*; pHmetro; Câmera *High-Speed Vision Research Miro EX4*; Objetivas intercambiáveis; Conjunto de lentes de 50 mm; *Software Image Pro-Plus 7.0*; Laser de 2.000 mW de potência com feixe colimado (comprimento de onda 532 nm); Suporte para câmera e laser; PDA

(*Photometric Dispersion Analyser*); Coagulante sulfato de alumínio (Al₂(SO₄)₃.14H₂O); solução de NaOH 1M, Caulinita; Água deionizada, Filtro de papel de fibra de vidro de porosidade de 1,2 μm, Mufla, Cadinho de Gooch, Estufa, Pinça metálica, Dessecador. Todos os equipamentos necessários estão disponíveis no laboratório LATARE do Instituto de Geociências e Ciências Exatas do Campus de Rio Claro na Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho – UNESP que é uma das unidades integrantes do Programa de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia de Bauru da UNESP.

5.2. Métodos

5.2.1. Suspensão mãe

O preparo da suspensão padrão para as amostras de água que foram utilizadas nos testes foram produzidas em laboratório conforme descrito por Pádua (1994). Com o uso de um *jartest* promover agitação constante de 1000 s⁻¹ de água deionizada e caulinita, na proporção 1L:40g por 2 horas, posteriormente a suspensão ficou em descanso por 12 horas. O sobrenadante foi utilizado como suspensão mãe de topo ou sobrenadante, coletado aproximadamente 900ml do total e foi diluído para obter a turbidez necessária para os testes. A porção de fundo foi utilizada para realização de ensaios com suspensão mãe de fundo e foi diluído para obter a turbidez necessária para os testes. Os testes foram realizados com dois tipos de água visando, desta forma, obter um grupo de tamanho de partículas estratificadas, sendo no sobrenadante partículas de menor diâmetro e na porção de fundo, partículas com maior diâmetro. A turbidez utilizada para os testes variou de 05 a 25 ± 2 uT com incrementos de 5 uT.

5.2.2. Coagulante e Soluções Estoque

O coagulante utilizado foi o sulfato de alumínio comercial 40% ($Al_2(SO_4)_3.14H_2O$), foi preparada solução estoque com dosagem de 46,708 \pm 0,002g de coagulante para 1L de água deionizada sendo a concentração de alumínio em cada ml de 10^{-3} g/L. Para o ajuste de pH foi utilizado NaOH 1M, com dosagem de 10g de NaOH para cada 250ml de água deionizada.

5.2.3. Determinação de sólidos

Foi realizada a determinação de sólidos suspensos totais (*SSt*) atraves de procedimento especificado pela NBR 10664 (ABNT, 1989).

5.2.4. Ensaios de Floculação em batelada

Os ensaios de floculação em batelada foram conduzidos em equipamento *jartest* de bancada. Foram utilizadas 10 águas de estudo variando turbidez e suspensão mãe, sendo a turbidez de 5 uT a 25 uT (incremento de 5 uT) para cada suspensão mãe especificada (sobrenadante e de fundo). A dosagem de alumínio foi de 5 mgAl/L e pH de 7,0. O gradiente médio de mistura rápida (G_{mr}) foi fixado em 1200 s⁻¹ pelo tempo de mistura rápida (T_{mr}) de 10s e para o gradiente médio de velocidade de floculação (G_f) foi realizado ensaios com 20 s⁻¹, 30 s⁻¹, 40 s⁻¹, 50 s⁻¹ e 60 s⁻¹, com tempo de floculação (T_f) de 5 minutos, pois o objetivo deste estudo era investigar o que ocorria na etapa inicial de agregação das partículas primárias.

5.2.5. Aquisição e tratamento de imagens

A aquisição de imagens dos flocos em suspensão foi realizada em diferentes condições de floculação por método não intrusivo (sem extração de amostras), com auxílio de câmera *High-Speed Miro EX-*4 com objetivas intercambiáveis acoplada a um conjunto de lentes. As imagens foram adquiridas utilizando resolução de imagem de 800x600 unidades de pixel, quantidade de imagens obtidas em 10fps, tempo de exposição em 800 μs, com uso de conjunto de lentes de 50 mm F2.8, F4 e F3,5; fonte de iluminação a laser (comprimento de onda de 532 nm) de 2.000 mW de potência (plano de laser posicionado perpendicular à direção do foco com feixe de luz colimado). O arranjo experimental pode ser visto na Figura 5. As imagens dos flocos foram obtidas desde o momento de agitação rápida até 5 minutos de floculação de forma contínua.

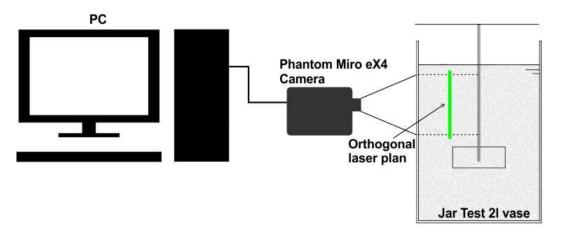


Figura 5 - Aparato experimental para aquisição de imagens digitais. (Moruzzi *et al.*, 2018).

O tratamento das imagens, calibração e obtenção das feições de interesse foram realizados empregando-se o *Software ImagePro-Plus* versão 7.0. A calibração do sistema, que permite a obtenção do tamanho correspondente do pixel através da medição de uma determinada distância entre pontos cuja dimensão é conhecida, foi realizada nas condições de ensaio anteriormente a sua realização, em procedimento de calibração do referido *Software*. Esta etapa é fundamental na determinação do tamanho das partículas por análise de imagem. O tratamento das imagens foi realizado utilizando um comando macro com a finalidade de automatização do procedimento de tratamento das imagens, conforme rotina descrita por Moreno (2015) e no Anexo 1 com as modificações aplicadas a este trabalho. Para a obtenção das imagens foi utilizado limiar de 100 a 255 para a definição da imagem e foi utilizado o filtro de aprimoramento chamado *Rank* contido no *Software* que remove o ruído de impulso de uma imagem, o filtro *Rank* substitui o pixel central por um valor de pixel classificado a partir do kernel conforme das etapas a seguir, quando a diferença de valor cinza é maior do que o valor limite. Os valores utilizados para a aplicação deste filtro foram Threshold (%): 0, Rank (%): 50 e Passes: 1 para kernel de 7x7.

- cada pixel na vizinhança da imagem é multiplicado pelo conteúdo do elemento correspondente no kernel de filtragem
- 2. os resultados da multiplicação são somados e divididos pela soma do kernel,
- 3. o resultado é escalado e aumentado e usado para substituir o pixel central na vizinhança da imagem

5.2.6. Determinação da distribuição de tamanho de partículas e coeficiente β

Para análise da DTP considerou-se apenas o primeiro minuto de ensaio, pois, é dentro desta faixa de tempo que ocorre de forma acentuada a agregação das partículas.

Foi utilizado o diâmetro equivalente geométrico, calculado a partir da Equação (32) utilizando os valores de diâmetro máximo $(d_{M\acute{A}X})$ e diâmetro mínimo $(d_{M\acute{I}N})$ de todos as partículas. Foi contabilizado o número de partículas por faixa de DTP (n_i) e definido a frequência do diâmetro por faixa (f_i) como sendo a quantidade de partículas presente na faixa (n_i) de DTP dividido pelo total de partículas encontradas (n_t) , apresentada na Equação (41). Posteriormente, foi calculado o diâmetro ponderado representativo (DP) de cada faixa de DTP expresso pela Equação (42), que conjectura a concentração de partículas de diâmetro médio da faixa (d_i) multiplicada pela frequência correspondente f_i .

$$f_i = \frac{n_i}{n_t} \tag{41}$$

$$DP = \sum_{i=1}^{n} f_i d_i \tag{42}$$

A distribuição de tamanho de partículas é representada na forma de potência, conforme Equação (34) e foi realizada a regressão linear do conjunto de dados que representa os valores dos parâmetros β , A e valor de R^2 para todos os G_f , para as duas águas de estudo e em todas as suas concentrações. A equação usada na regressão linear é uma equação do tipo $y = a_1 \cdot x + a_2$, o valor (a_I) acompanhado da incógnita x, coeficiente angular, é o valor de β e o valor somado a este (a_2) , coeficiente linear, é o valor de $\log(A)$. O valor literal gerado da regressão deve ser aplicado na Equação (35) para obtenção do valor dos parâmetros β e A.

Segundo Crittenden *et. al* (2005), o coeficiente angular β é uma medida do número relativo de partículas em cada intervalo de tamanhos. Assim, se β <1, a distribuição de tamanho de partícula é dominada por partículas grandes; se β = 1, todos os tamanhos de partículas são representados de forma igual; e se β > 1, a distribuição do tamanho da partícula é dominada por partículas pequenas. O valor do coeficiente linear A aumenta conforme o número total de partículas em cada intervalo de tamanho aumenta.

5.2.7. PDA

Para a realização do experimento com a utilização do PDA foi realizado primeiramente análise em branco com água desmineralizada para verificação do sinal gerado. Para que a deerminação da constante cinética de agregação possa ser realizada de forma *online*, a partir da flutuação de turbidez gerada pelo equipamento PDA diretamente na etapa de floculação, os passos necessários consistem em: aquisição das imagens; tratamento digital; calibração; determinação das feições de interesse e dos tamanhos das partículas, obtenção das curvas de distribuição acumulada, obtenção de sinal emitido pelo PDA, correlação de distribuição de tamanho de partículas encontrado com o sinal gerado, possibilitando o aprimoramento da obtenção de eficiência de processos de separação sólido-líquido sem interferência da etapa de sedimentação. Para o aparato experimental com sistema de leitura pelo PDA foi utilizada uma bomba peristáltica para recalque com vazão de 2,5L/h e célula de leitura do PDA de 3mm. Faz-se necessário observar e tomar medidas antecipadas para não haver passagem de bolhas de ar pelo sensor do PDA, pois a presença de ar pode resultar na obtenção de picos inválidos e que não representam a ocorrência e a leitura de partículas.

Para uma melhor eficiência na análise dos dados gerados, foi aplicado um filtro de suavização de sinal chamado Savitzky-Golay com auxílio do *Software The Unscrambler* com o objetivo de minimização de ruído. Conforme Savitzky e Golay (1964) este filtro deriva diretamente de uma formulação particular do problema de suavização de dados no domínio do tempo e tornam visíveis as larguras e alturas relativas ao sinal analisado preservando as características dos dados através de análise polinomial de mínimos quadrados. Neste trabalho foram realizadas 2 análises distintas quanto da utilização deste filtro sendo esta: aplicação de filtro com picos relativos às bolhas de ar entrantes no sistema e aplicação de filtro sem picos relativos às bolhas de ar entrantes no sistema. Na Tabela 1 estão apresentados os parâmetros do filtro aplicados a cada situação, escolhidos a fim de não deformação da inclinação da reta ajustada a partir dos dados obtidos.

Tabela 1 – Parâmetros da aplicação do filtro Savitzky-Golay

Picos referentes a bolhas de ar	Tipo de água	Ordem polinomial	Número de pontos laterais (direito e esquerdo)
Com picos	Sobrenadante	1	10
	De Fundo	1	10
Sem picos	Sobrenadante	1	2
	De Fundo	1	2

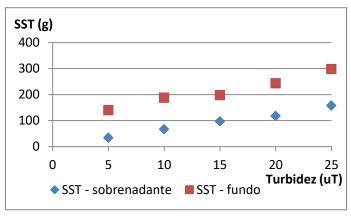
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1. Determinação de sólidos

Na Tabela 2 encontram-se os resultados da determinação de SS_t para todas as águas de estudo. Pode-se verificar que o resultado do teor de sólidos acompanha o crescimento da turbidez, como esperado, para cada água de estudo. Quanto maior a turbidez maior a concentração de sólidos, em massa, na amostra.

Tabela 2- Determinação de sólidos para todas as águas de estudo

Turbidez (uT)	Sólidos Suspensos Totais (g)		
(u1)	Sobrenadante	Fundo	
5	34	140	
10	67	188	
15	97	198	
20	118	243	
25	158	298	



6.2. Aquisição de imagem

6.2.1. Àgua de estudo

Nas condições investigadas o tamanho do pixel da imagem foi de 8,6µm. Realizada a caracterização das partículas no primeiro minuto de teste, contabilizou-se um total de 600

imagens para cada concentração, em cada G_f e em cada água de estudo, totalizou-se um total de 30.000 imagens analisadas.

Foi realizado o estudo separado das partículas primárias para todas as concentrações nas duas águas de estudo. A quantidade de partículas primárias obtidas foi de 100 imagens para cada água de estudo e em cada concentração, ou seja, o tempo total de 10s de análise, totalizando 1.000 imagens, pode ser visualizado na Tabela 3. Ao analisar o aspecto turbidez nota-se que a quantidade de partículas aumenta conforme o aumento da turbidez. Ao analisar as duas águas distintas pode ser verificado que a quantidade de partículas é maior para a suspensão mãe sobrenadante do que para a suspensão mãe de fundo, confirmando o que era esperado visto que ao realizar a estratificação das duas águas o objetivo foi que cada água contivesse partículas com tamanhos diferentes de diâmetro, pretendeu-se que a suspensão mãe sobrenadante comtemplasse partículas menores e a suspensão mãe de fundo contivesse partículas com maiores dimensões. Existem dois casos em que isso não ocorre, para a suspensão mãe sobrenadante com 20 uT e para a suspensão mãe de fundo com 25 uT, podendo ter ocorrido erro de análise. Partindo do princípio de que é necessário uma quantidade maior de partículas pequenas do que de partículas grandes, relativamente, para se atingir a mesma turbidez a resposta foi satisfatória.

Tabela 3 – Quantidade de partículas primária para as duas águas de estudo

Suspensão mãe	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT
Sobrenadante	24.915	73.462	85.914	51.800	104.120
Fundo	8.741	51.169	57.133	152.719	69.153

A quantidade de partículas obtidas para o primeiro minuto de experimento pode ser visualizado na Figura 6 para suspensão mãe sobrenadante e na Figura 7 para suspensão mãe de fundo, perfazendo em todas as concentrações e em todos os G_f estudados um total de 570.844 partículas para suspensão mãe sobrenadante e 610.963 partículas para suspensão mãe de fundo.

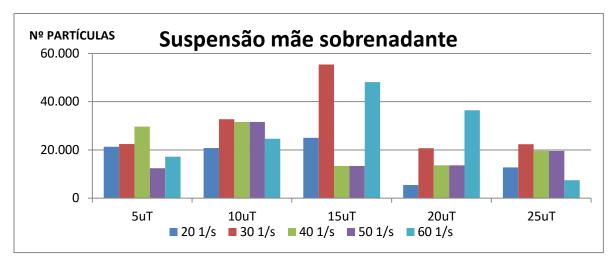


Figura 6 – Número de partículas encontradas para suspensão mãe sobrenadante

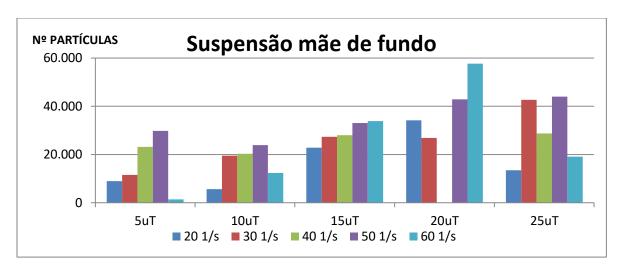
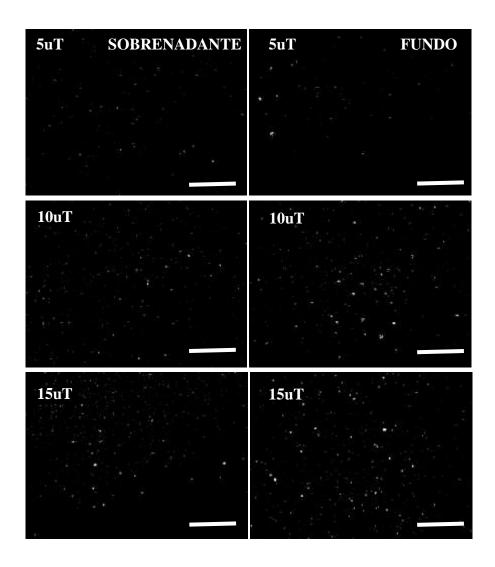


Figura 7 – Número de partículas encontradas para suspensão mãe de fundo

Era esperado que o número total de partículas obtido na análise de imagem para cada G_f , e cada concentração, aumentasse à medida que G_f aumentasse e à medida que a concentração da água de estudo aumentasse, analisando a Figura 6 percebe-se que esta tendência de crescimento não ocorre de forma linear, ocorrendo um crescimento para a turbidez de 5 uT e 10 uT e um declínio para a turbidez de 15 uT e novamente um posterior crescimento no número de partículas para as concentrações subsequentes. Existem duas explicações para este resultado: 1. o aumento de partículas nas menores faixas de DTP e à resolução do pixel no qual foi realizado este estudo não ser suficiente para obter a imagem das partículas. 2. devido ao erro de captura de imagem possivelmente ligado ao foco. Na Figura 7 pode-se notar que isto só ocorre para a turbidez de 25 uT nos G_f de 20 s⁻¹ e 60 s⁻¹, obtendo resposta geral dentro do espera, isto é, do crescimento linear com aumento de turbidez e G_f .

Na Figura 8 está representada em escala (1 mm) uma das imagens obtidas para a água de estudo sobrenadante e de fundo, com todos os valores de turbidez, sendo estes de 5 uT, 10 uT, 15 uT, 20 uT e 25 uT, das partículas primárias contidas nas soluções antes do início do ensaio de coagulação / floculação. É possível visualizar um aumento na concentração de partículas com o aumento da turbidez. Também é possível verificar uma diferença no tamanho das partículas entre as duas águas de estudo, sendo, para a suspensão mãe sobrenadante partículas menores do que para a suspensão mãe de fundo como já era esperado e objetivo desta estratificação na preparação das duas águas de estudo.



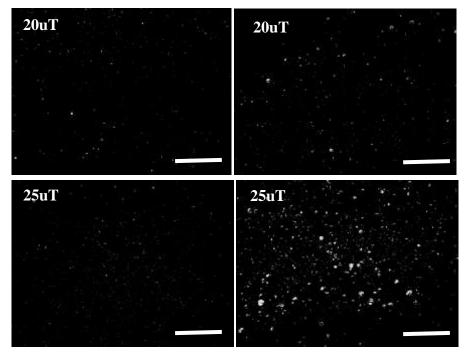
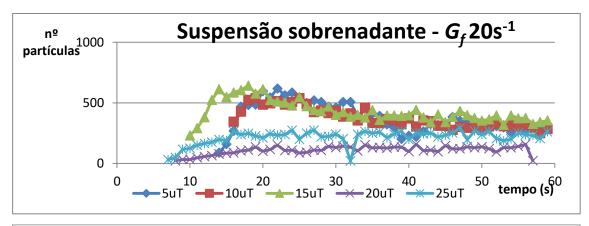
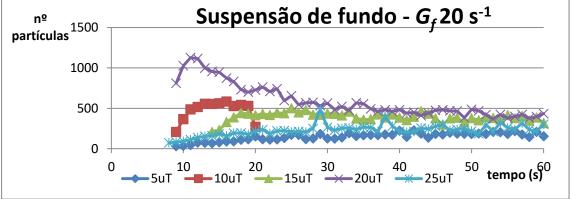


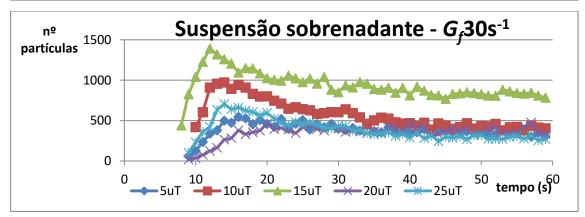
Figura 8 - Imagens das água de estudo suspensão mãe sobrenadante e de fundo, com todos os valores de turbidez das partículas primárias antes do início do ensaio. (escala = 1 mm)

6.2.2. Ensaio

É sabido que o número total de partículas primárias se mantém o mesmo no decorrer do ensaio. A mudança que ocorre é resultante da agregação e floculação, sendo que o número resultante de agregados reduz-se com relação ao número de partícula inicial, este declínio pode ser visualizada na Figura 9, porém não para todas as concentrações de estudo o que pode demonstrar erro na captura de imagem (iluminação ou foco) com relação aos menores diâmetros devido ao reduzido tamanho do pixel. Pode-se perceber também que não há resultados de número de partículas agregadas para os 10 primeiros segundos (em média), pois sofrem forte ação da mistura rápida impossibilitando a obtenção de dados de leitura por captura de imagem devido a forte turbulência e a passagem de bolhas de ar na zona de captura de imagem (os gráficos para todos os G_f encontram-se no Anexo 2).







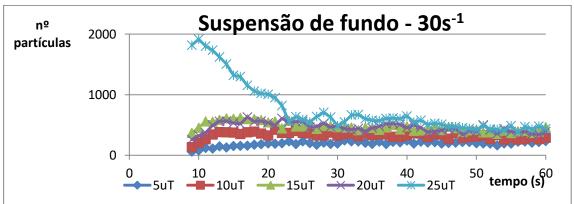


Figura 9 – Número de partículas estratificadas no tempo de 1 minuto para o G_f de 20 s⁻¹ e 30 s⁻¹, para as duas águas de estudo

No início da resposta gráfica percebe-se apenas aumento no número de agregados, este aumento é justificado, pela ação de agregação das partículas primárias, atrelado ao fato de que o tamanho do pixel estudado não contempla todas as partículas primárias existentes na água de estudo, ou seja, partículas menores do que 8,6µm não podem ser rastreadas, caracterizando a fronteira de entrada dos dados a serem compilados, sendo que, nada menor do que o tamanho do pixel pode ser analisado. As partículas primárias ao sofrerem a ação de agregação começam a aumentar de tamanho, e consequentemente começam a ser visualizadas pela técnica empregada ao ultrapassarem o tamanho do pixel, neste momento visualiza-se apenas aumento no número de agregados (pela variação de tempo de 10 s em média), esta etapa pode ser descrita como fortemente resultante da ação de agregação das partículas e sem a ação da ruptura que ocorre neste processo (este tema será novamente abordado ao discutir o diâmetro dos agregados x FI).

6.3. Distribuição de tamanho de partículas e coeficiente β

6.3.1. Água de estudo

A DTP para partículas primárias pode ser visto na Figura 10 para suspensão mãe sobrenadante e na Figura 11 para suspensão mãe de fundo. Pode ser observado que para a suspensão mãe sobrenadante, em média, 55% das partículas se concentram na faixa de tamanho entre 8 e 9 μm o que para suspensão mãe de fundo esta porcentagem cai para 40 %, em média; esta classe de DTP contempla todas as partículas menores do que o valor de 8μm pois o tamanho do pixel obtido neste estudo é de 8,6 μm, ou seja, para partículas de tamanho menor do que o pixel não é possível identificar. A suspensão mãe sobrenadante atinge 90 % da constituição de suas partículas para o diâmetro de 23 a 24 μm enquanto que para a suspensão de fundo o diâmetro necessário para atingir 90% das partículas analisadas é de 37 a 38 μm, este fato demostra que as duas soluções possuem estratificação de diâmetro de forma diferente sendo alcançado objetivo inicial de preparação das soluções de uma suspensão (sobrenadante) contemplar um grupo de partículas com diâmetro menor e a outra suspensão (de fundo) contemplar um grupo de partículas com diâmetro maior.

Foi estudado por Moruzzi e Reali (2010) o erro referente ao tratamento de imagem, considerando este como uma razão teórica entre a área do pixel da imagem e da partícula estudada, resultando em erros menores que 1% quando o tamanho da partícula é 10 vezes maior do que o tamanho do pixel. Foi também discutido por Chakraborti *et al.* (2003) a influência do tamanho relativo do pixel obtido em relação ao tamanho da partícula ponderando que a área de uma partícula pertencente a menores DTPs pode ser superestimada.

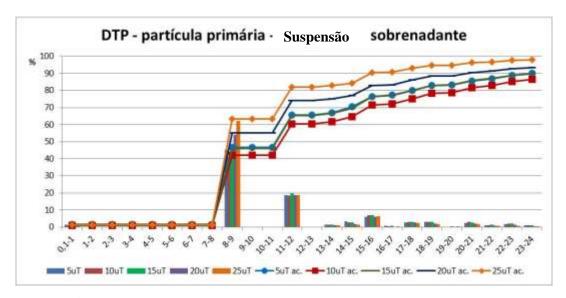


Figura 10 – DTP de partículas primárias para suspensão mãe sobrenadante

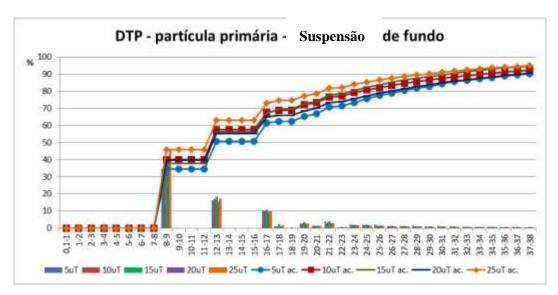


Figura 11 - DTP de partículas primárias para suspensão mãe de fundo

6.3.2. Ensaio

Para a análise de DTP para o teste realizado, a classificação em faixas de interesse foi realizada a fim de se obter a melhor estratificação dos dados. Para isso, as partículas foram classificadas em 90 classes de tamanho com incrementos de 18 μ m entre faixas excetuando a primeira faixa que foi de 1 a 9 μ m em função do tamanho do pixel obtido, sendo este número de classes escolhido para melhor obtenção dos coeficientes angular e linear das curvas. Nas Figuras a seguir (Figura 12 a Figura 16) se encontram as curva de DTP para as duas águas em concentrações, a título de exemplo, de 5 e 10 UT e em todos os G_f estudados. Percebe-se que nas curvas de DTP para a suspensão mãe de fundo, o montante de 90 % de suas partículas é alcançado nas maiores faixas de DTP conforme crescimento das concentrações, ou seja, o aparecimento de aglomerados para as maiores DTP cresce conforme aumento de concentração da suspensão mãe. Para a suspensão mãe sobrenadante os valores se mantêm em média para todas as concentrações e G_f , o que pode ser verificado na Figura 16 e Figura 17.

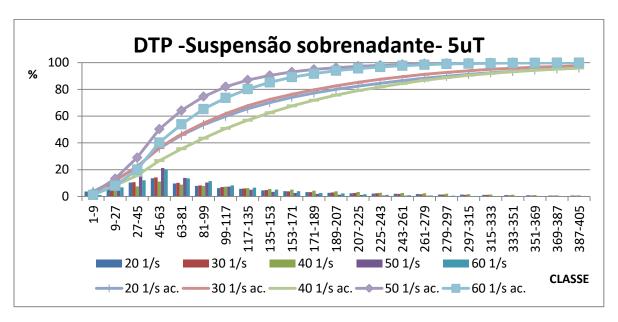


Figura 12 – DTP para o primeiro minuto e turbidez de 5 uT (sobrenadante)

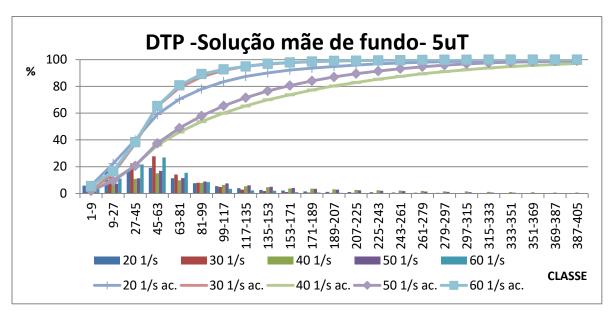


Figura 13- DTP para o primeiro minuto e turbidez de 5 uT (fundo)

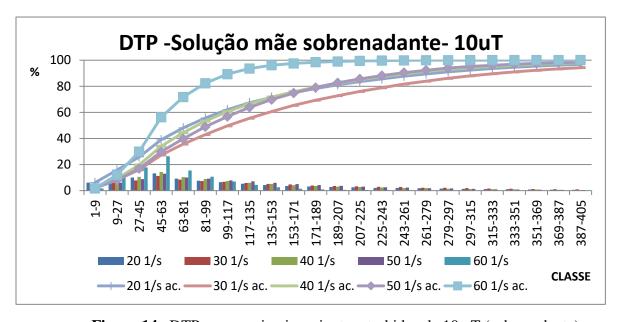


Figura 14– DTP para o primeiro minuto e turbidez de 10 uT (sobrenadante)

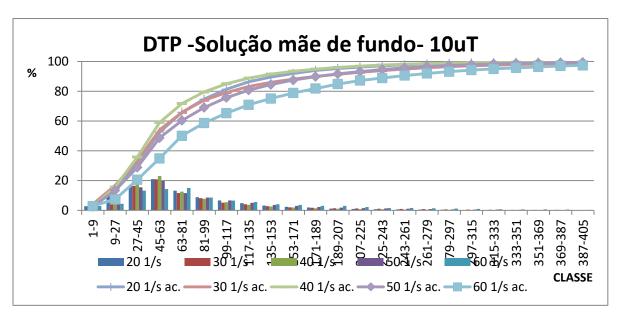


Figura 15– DTP para o primeiro minuto e turbidez de 10 uT (fundo)

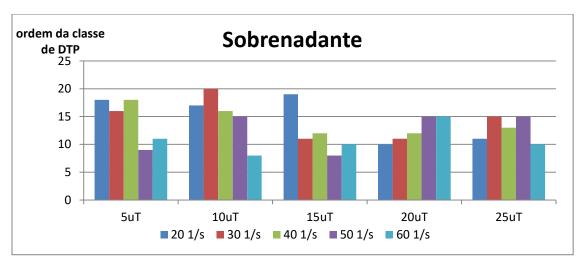


Figura 16– Ordem da classe de DTP para 90 % do aparecimento de aglomerados para suspensão sobrenadante.

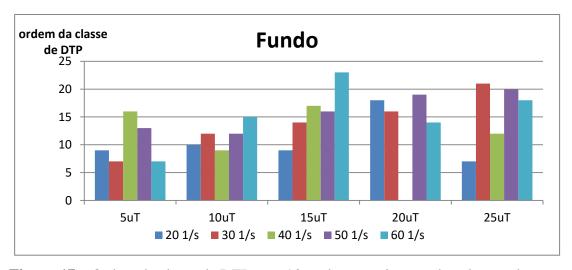


Figura 17 – Ordem da classe de DTP para 90 % do aparecimento de aglomerados para suspensão de fundo.

Para visualização do crescimento do tamanho dos aglomerados formados na etapa de floculação e assim, verificação a fase inicial de agregação das partículas, foi necessário avaliar de segundo a segundo do experimento, que totaliza em 1 minuto. As imagens foram obtidas a 10fps, isso significa que cada segundo resultou em 10 imagens, então as imagens foram agrupadas de 10 em 10, o que representa 1 segundo de dados. Foi realizada a DTP para cada segundo e posterior aplicado o conceito de diâmetro ponderado representativo para cada classe de DPT em cada segundo através das Equações (41) e (42). Pode-se visualizar no conjunto de figuras que englobam da Figura 18 a Figura 22, a DTP obtida para o G_f de 20 s⁻¹ e para todas as concentrações da suspensão mãe sobrenadante e da Figura 23 a Figura 27 para a suspensão mãe de fundo, em cada figura é apresentado também o valor médio do diâmetro por segundo obtido pela soma dos DP. Observa-se que o aparecimento de aglomerados aumenta, e o número de partículas contabilizadas aumenta, com o aumento do tempo e o tamanho do diâmetro também aumenta com o aumento do tempo para os 10s iniciais de dados tratados nos gráficos. As figuras contem um traço em vermelho que demonstra o tempo de rampa gerado pelo PDA, no qual ocorre apenas o aumento do sinal gerado (será discutido a seguir) este representa o tempo em que possivelmente ocorre apenas agregação inicial das partículas, observa-se que neste tempo sinalizado que ocorre apenas o aumento do diâmetro médio dos aglomerados e o início de variação deste diâmetro ao final deste tempo simbolizado pela primeira queda de diâmetro ao final do tempo demarcado em vermelho, este fato demonstra que a ocorrência apenas de agregação no início do ensaio e o início da

ocorrência de agregação e ruptura simultaneamente ao final do tempo demarcado na maioria dos casos.

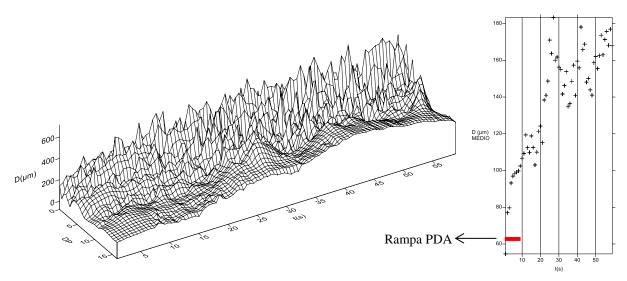


Figura 18 – DTP – suspensão mãe sobrenadante -5 uT - G_f 20 s⁻¹.

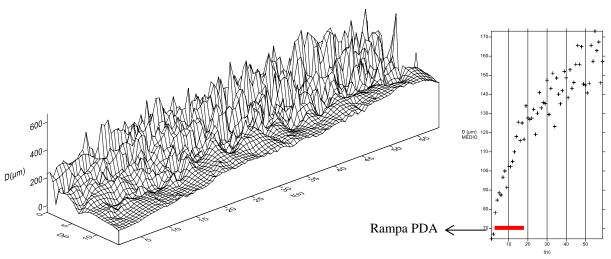


Figura 19 – DTP – suspensão mãe sobrenadante -10 uT - G_f 20 s⁻¹.

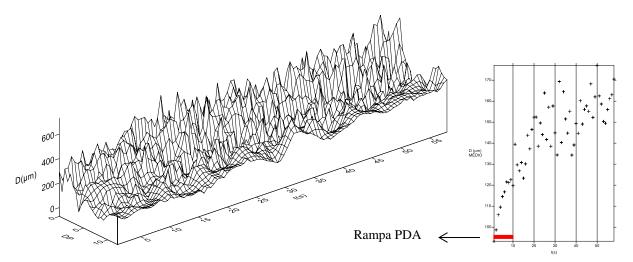


Figura 20 – DTP – suspensão mãe sobrenadante -15 uT - G_f 20 s⁻¹.

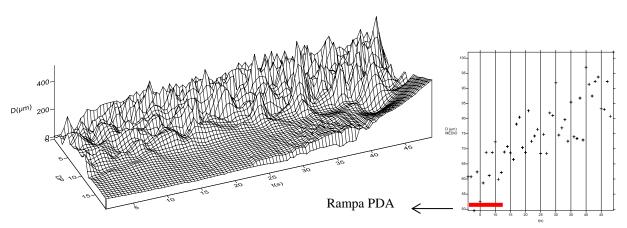


Figura 21 – DTP – suspensão mãe sobrenadante -20 uT - G_f 20 s⁻¹.

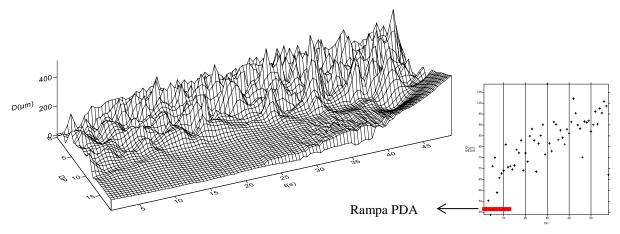


Figura 22 – DTP – suspensão mãe sobrenadante -25 uT - G_f 20 s⁻¹.

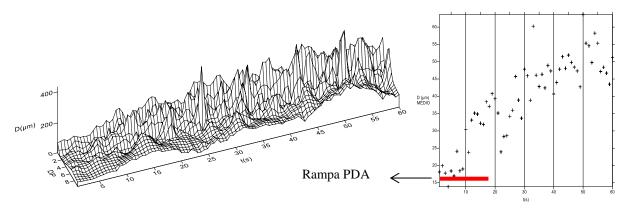


Figura 23 – DTP – suspensão mãe de fundo -5 uT - G_f 20 s⁻¹.

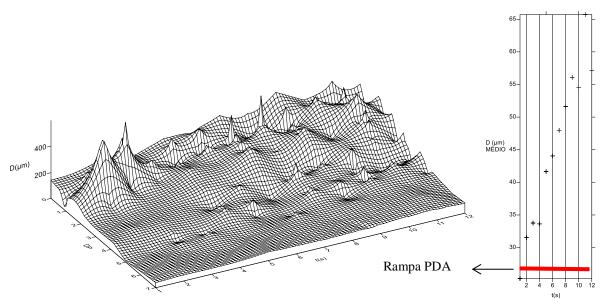


Figura 24 – DTP – suspensão mãe de fundo -10 uT - G_f 20 s⁻¹.

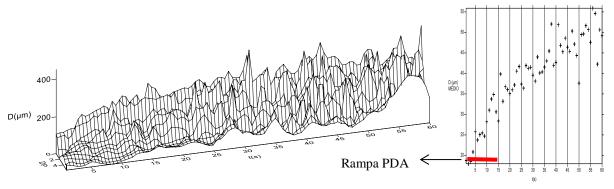


Figura 25 – DTP – suspensão mãe de fundo -15 uT - G_f 20 s⁻¹.

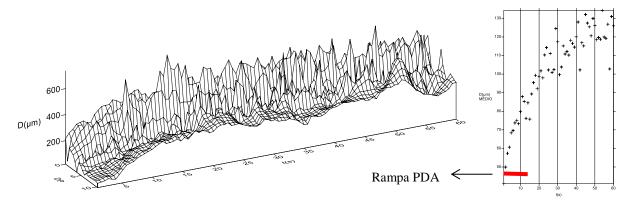


Figura 26 – DTP – suspensão mãe de fundo -20 uT - G_f 20 s⁻¹.

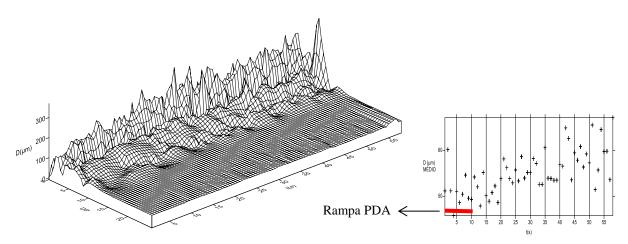


Figura 27 – DTP – suspensão mãe de fundo -25 uT - G_f 20 s⁻¹.

A partir dos dados tratados foram determinados os valores dos parâmetros da equação de potência e estão apresentados a seguir. O valor de β encontrado, apresentado na Figura 28, é sempre negativo, o que conforme já exposto, demonstra que a DTP é representada por partículas pequenas, o que neste caso era esperado por se tratar da análise do início do processo de floculação. Percebe-se que conforme o G_f aumenta a tendência de β é diminuir, o que era esperado, pois aumentam os choques entre partículas, sendo o valor de β inversamente proporcional ao valor do diâmetro equivalente conforme pressupõe equação. Para os valores de β encontrados para a água de estudo suspensão mãe sobrenadante percebe-se que com o aumento da concentração de sólidos para a turbidez de 5 uT a 15 uT, estes valores diminuem e posteriormente aumentam para os maiores valores de turbidez, fazendo a mesma análise para a água de estudo suspensão mãe de fundo, percebe-se uma tendência geral de resposta de redução dos valores obtidos conforme água de estudo analisada, ou seja quanto maior a concentração de partículas na água mais próximo de 0 (zero) é o valor de β .

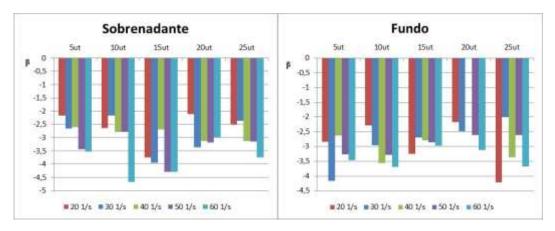


Figura 28 – Parâmetro β obtido da DTP para todos os G_f e todas as águas de estudo

Os valores do coeficiente *A* encontrados estão apresentados na Figura 29, este corresponde e representa o número de partículas estudadas em cada uma das situações de ensaio, o esperado era que os valores de *A* correspondessem ao número de partículas obtidas por análise de imagem, o que ocorre para a maioria dos casos. Como o coeficiente *A* sofre influencia direta do montante de partículas encontrado em cada situação, quanto maior o número de partículas encontrado melhor será o ajuste do modelo, este fato pode ter influenciado nas respostas obtidas, visto que o número de partículas encontrado dentro de uma mesma água resultou em uma variação de valores que pode ter resultado da qualidade das imagens obtidas. Este fato ocorreu, por exemplo, para a água suspensão mãe sobrenadante com turbidez de 20 uT com o *Gf* de 20 s⁻¹ que obteve um total de número de partículas de 5.427, valor inferior aos outros ensaios para a mesma água.

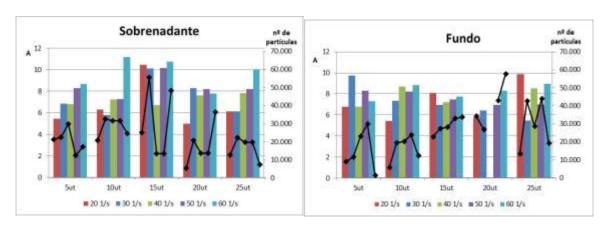


Figura 29 – Parâmetro A obtido da DTP para todos os G_f e todas as águas de estudo

Os valores de R² obtido para o ajuste da linearização da equação de potência são apresentados na Figura 30, estes apresentaram um bom ajuste do modelo pois resulta em valores acima de 80% o que representa um bom ajuste do modelo.

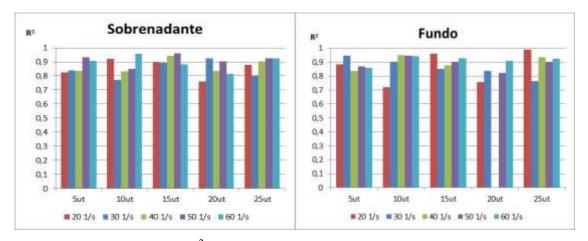


Figura 30 - Valor de R^2 , obtidos pela linearização da equação de DTP para todos os valores de G_f e todas as águas de estudo.

6.4. PDA

O sinal *FI* obtido pela leitura feita pelo equipamento PDA e o mesmo sinal com aplicação de suavização de sinal pela utilização do filtro Savitzky-Golay (SG) está apresentado a seguir. A partir da Figura 31 até a Figura 40 - **Valores de FI para a turbidez de 25 uT da suspensão mãe de fundo para todos os** *G_f*, **sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.** será apresentado o conjunto de dados sem os picos gerados pela passagem de bolhas de ar pelo leitor. As bolhas de ar causam grande interferência no sinal gerado pelo equipamento devendo assim ser evitadas que passem pelo leitor ou devem ser excluídas do conjunto de dados para posterior análise. Neste trabalho, nos ensaios de bancada, foi muito difícil a não passagem de bolhas de ar pelo leitor visto que a agitação rápida causa grande turbulência da amostra, foram tomadas medidas corretivas com a finalidade de não análise de bolhas de ar, como por exemplo, o posicionamento da cânula de sucção do equipamento em região com menor índice de turbulência próximo à aresta do frasco do *jartest*.

A análise foi realizada a fim de contemplar o início da floculação, visto que era desejado observar a etapa inicial de agregação das partículas representadas nas figuras como a primeira mudança de patamar dos resultados de todas as curvas (Obs.: na legenda das figuras relacionadas ao PDA os nomes das linhas sem FSG são referentes aos dados brutos e os

nomes com FSG são referentes à aplicação do Filtro Savitzky-Golay para a suavização das curvas).

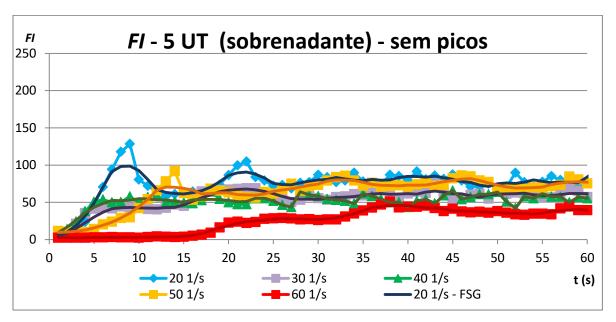


Figura 31 - Valores de FI para a turbidez de 5 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

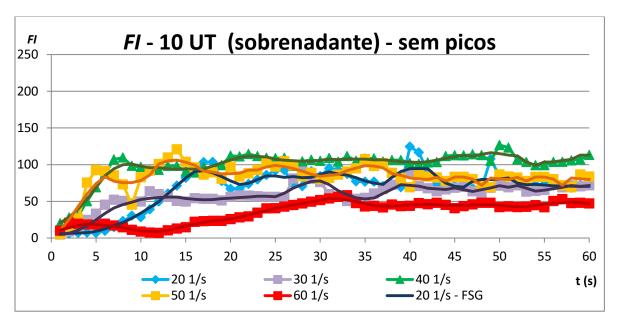


Figura 32 - Valores de FI para a turbidez de 10 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

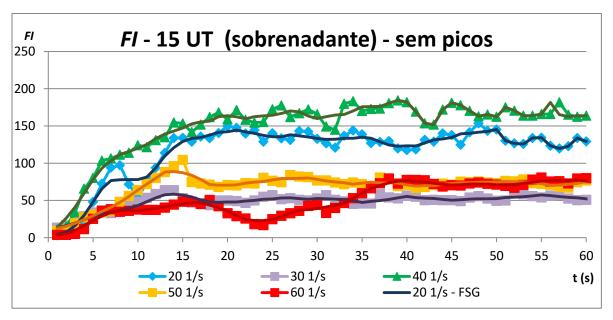


Figura 33 - Valores de FI para a turbidez de 15 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

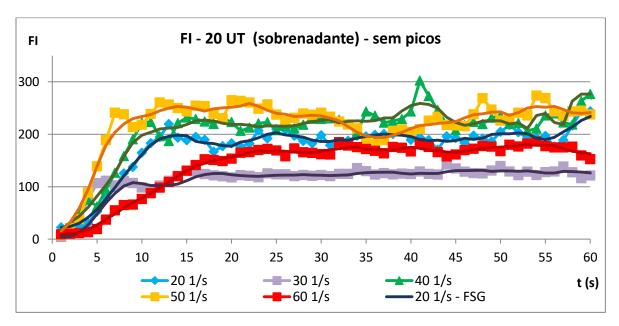


Figura 34 - Valores de FI para a turbidez de 20 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

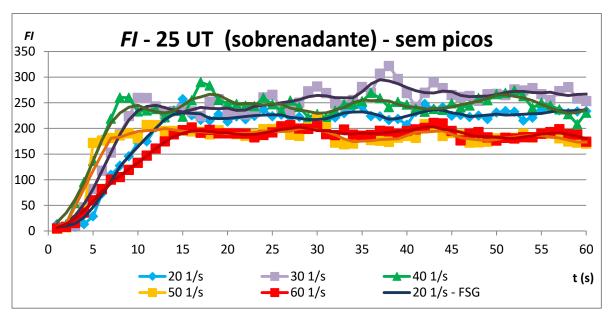


Figura 35 - Valores de FI para a turbidez de 25 uT da suspensão mãe sobrenadante para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

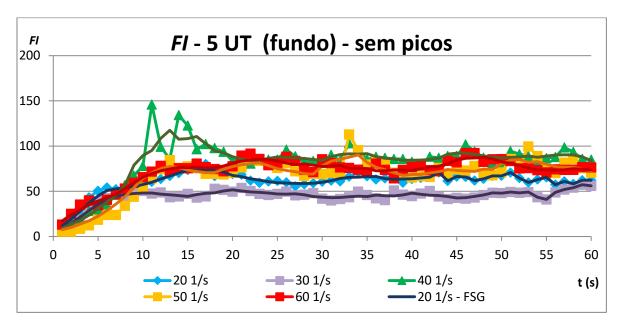


Figura 36 - Valores de FI para a turbidez de 5 uT da suspensão mãe de fundo para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

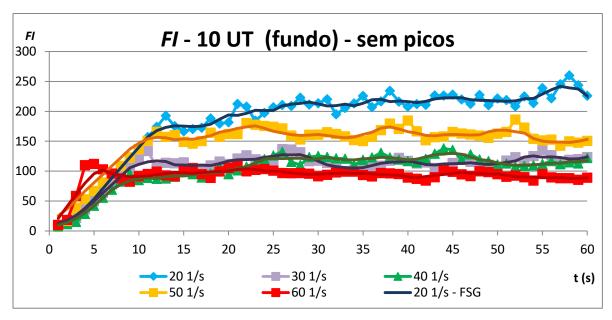


Figura 37 - Valores de FI para a turbidez de 10 uT da suspensão mãe de fundo para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

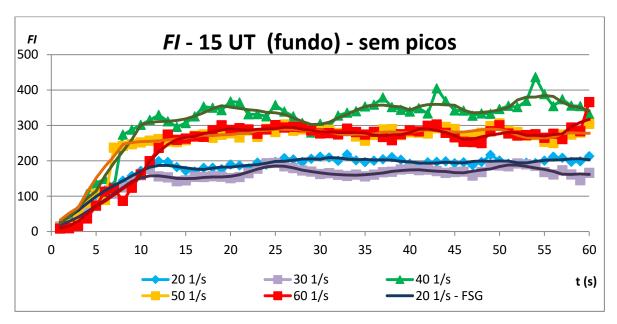


Figura 38 - Valores de FI para a turbidez de 15 uT da suspensão mãe de fundo para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

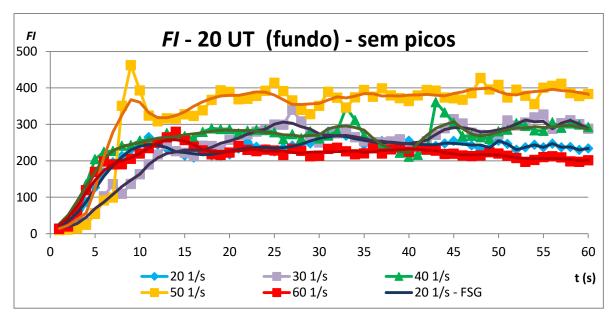


Figura 39 - Valores de FI para a turbidez de 20 uT da suspensão mãe de fundo para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

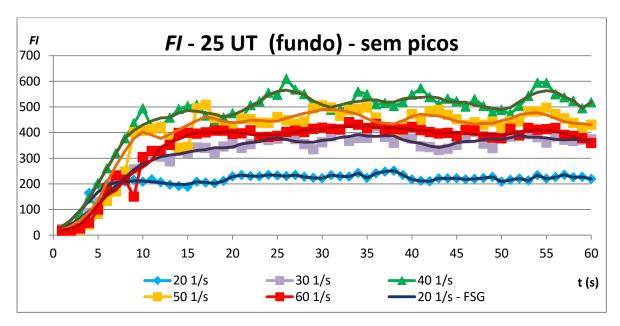
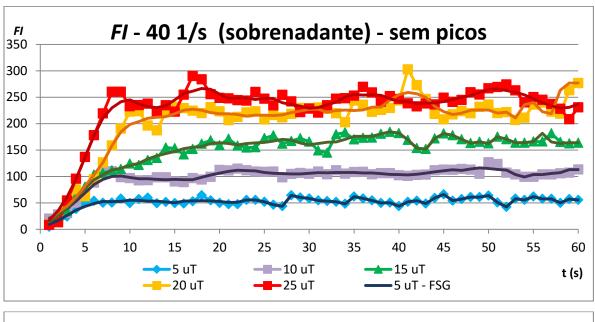


Figura 40 - Valores de FI para a turbidez de 25 uT da suspensão mãe de fundo para todos os G_f , sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

Percebe-se ao analisar as curvas resultantes do sinal de *FI* gerado que o aumento do gradiente de 20 s⁻¹ a 40 s⁻¹ resulta em aumento do sinal de *FI*. Ao aplicar gradientes maiores de 50 s⁻¹ e 60 s⁻¹, o sinal de *FI* diminui como resultado da maior agitação, causando ruptura dos agregados recém-formados, informação esta explicitada em Figura 41 e Figura 42, respectivamente para suspensão mão sobrenadante e de fundo. Observa-se ainda que a

inclinação de subida do sinal acentua-se com o aumento de G_f de 20 a 50 s⁻¹, e reduz-se para G_f de 60 s⁻¹, caracterizando, comparativamente, maior influência da ruptura dos agregados.



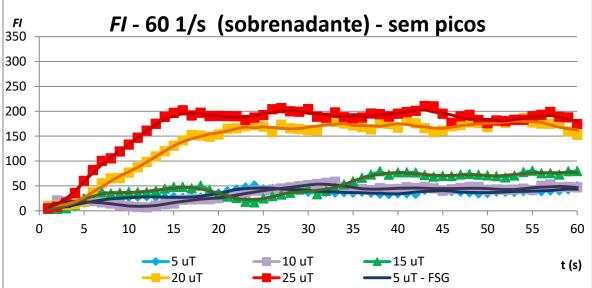
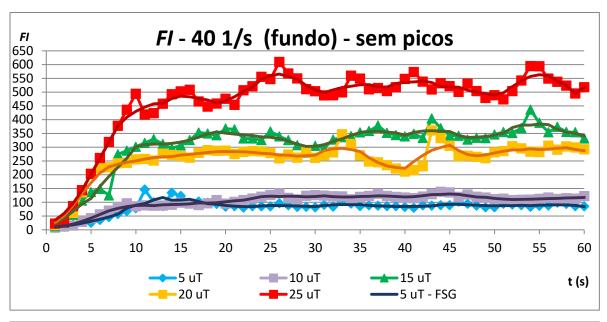


Figura 41 - Valores de FI para o gradiente de 40 s⁻¹ e 60 s⁻¹ em todos os valores de turbidez estudados da suspensão mãe sobrenadante, sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.



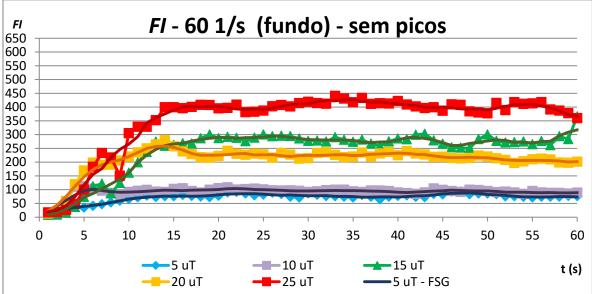
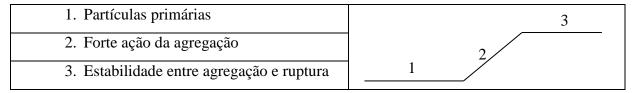


Figura 42 - Valores de FI para o gradiente de 40 s⁻¹ e 60 s⁻¹ em todos os valores de turbidez estudados da suspensão mãe de fundo, sem picos - com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

As curvas de *FI* obtidas respondem em um padrão de forma similar e podem ser divididas em 3 fases diferentes, listadas e exemplificadas abaixo na Tabela 4, as quais definem a etapa em que as partículas se encontram no processo de coagulação / floculação e representam a condição em que as partículas se encontram.

Tabela 4 – Descrição das etapas observadas nas curvas de FI



A Fase 1 é a fase inicial das curvas na qual o resultante de FI é muito próximo de 0 (zero) e corresponde à etapa antes do início da realização dos testes e portanto resultam do sinal emitido que corresponde às partículas primárias. Na Tabela 5 encontram-se os valores médios de FI para todos os G_f estudados em todas as concentrações das duas águas de estudo. Verifica-se certa sensibilidade na distinção entre as diferentes concentrações para uma mesma água, percebe-se nos dados resultantes para a suspensão mãe sobrenadante e de fundo que ocorre um aumento gradual das médias, conforme aumenta a turbidez estudada ocorre um aumento no valor de FI, sendo que na suspensão mãe sobrenadante a diferença entre as concentrações estudadas é na ordem de 1,98 pontos de FI da menor para a maior resultante e de 10 pontos de FI para a suspensão mãe de fundo, esta resposta deriva do tamanho das partículas contidas em cada suspensão mãe, sendo suspensão mãe sobrenadante com partículas menores do que a suspensão mãe de fundo, o sinal FI obtido é uma combinação do tamanho da partícula e de sua concentração.

Tabela 5 – Valores médios de FI para Fase 1 com filtro SG

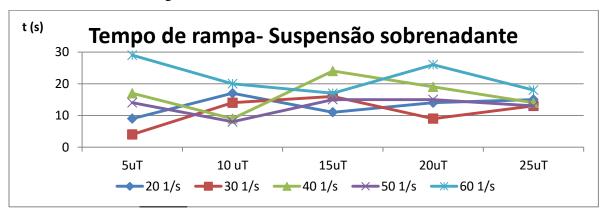
G_f	Suspensão mãe Sobrenadante						Suspensão mãe de fundo				
	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT	
20s ⁻¹	4,1	3,4	3,5	4,2	4,6	5,7	8,0	9,0	13,6	13,5	
30s ⁻¹	2,8	2,9	5,2	4,8	4,3	5,4	8,1	10,3	14,2	16,2	
40s ⁻¹	2,8	2,8	3,7	4,0	6,1	5,6	6,8	11,1	12,0	16,6	
50s ⁻¹	2,7	3,5	3,1	4,2	4,3	5,0	8,3	8,4	10,7	16,6	
60s ⁻¹	2,6	3,2	3,6	3,9	5,6	6,3	9,3	8,2	12,9	15,1	
Média	3,0	3,16	3,82	4,22	4,98	5,6	8,1	9,38	12,68	15,6	

A Fase 2 é a fase em que se inicia o processo de agitação rápida da etapa de coagulação e se inicia também o processo de floculação, nesta fase só há aumento do sinal de *FI* pois ocorre o aumento do tamanho das partículas pela ação da agregação inicial. O início da rampa da Fase 2 se caracteriza pelo fim da continuidade de leitura de *FI* em valores aproximados dos valores demonstrados anteriormente na Tabela 5, em seguida inicia o processo de acréscimo nos valores de *FI* de forma contínua até que é alcançado o patamar,

caracterizado neste trabalho pelo início da Fase 3, no qual se encerra a continuidade da formação da rampa da Fase 2. Os valores literais de *FI* da Fase 2 encontram-se no Anexo 3. Algumas vertentes do resultado desta fase se fazem importantes e foram analisadas conforme listado abaixo:

- valor de tempo decorrente do aumento de FI caracterizando o tempo de subida do sinal até que este comece a oscilar em valores próximos caracterizando a estabilização entre agregação e ruptura do fenômeno;
- diferença dos valores iniciais e finais do FI, caracterizando a altura da rampa;
- ângulo de inclinação da rampa obtida, este valor foi obtido aplicando regressão linear aos dados e obtendo assim sua tangente de inclinação;
- coeficiente de determinação (R²) das rampas para verificação do ajuste do modelo estatístico linear.

O tempo de subida para a formação da rampa da Fase 2 não gerou dados coerentes com relação ao G_f ou à concentração de particulado para as duas águas de estudo, os dados estão demonstrados na Figura 43.



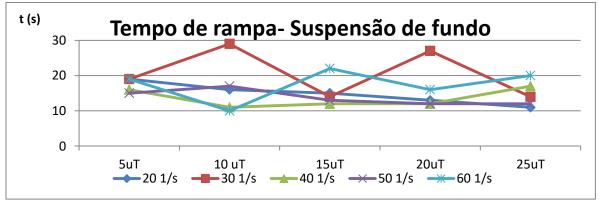


Figura 43 – Tempo de rampa em aclive para as duas águas de estudo

São apresentados os resultados da altura da rampa (ARFI) em aclive para todos os G_f estudados e em todas as concentrações para as duas águas de estudo sendo, na Figura 44, para a suspensão mãe sobrenadante e na Figura 45 para a suspensão mãe de fundo, os dados são resultantes da diferença entre o maior FI (FI') e o menor FI (FI'') constituinte da rampa formada, representado pela Equação (43) e representa o patamar alcançado para diferentes águas e em diferentes situações de G_f . Observa-se que com o aumento da concentração de partículas iniciais ou turbidez, a altura da rampa aumenta para um mesmo G_f , sendo representado pelo maior valor resultante de ARFI em cada conjunto de dados. A resposta obtida está conforme esperado, FI comporta-se diferente para cada concentração e em cada condição de mistura e ainda ao fazer uma análise comparativa com as duas soluções de estudo pode-se perceber que os valores de ARFI para suspensão mãe de fundo resultam em valores maiores do que para suspensão mãe sobrenadante representando de forma coerente que para maiores tamanhos de partículas, em uma mesma concentração e condição de mistura, maiores serão os valores de FI obtidos.

$$ARFI = FI' - FI" \tag{43}$$

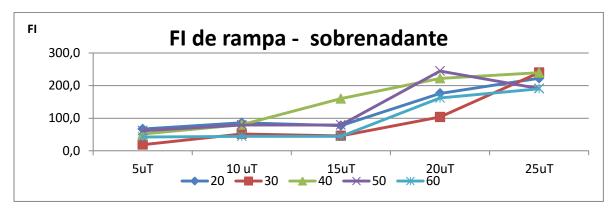


Figura 44 - Altura da rampa em aclive para suspensão mãe sobrenadante

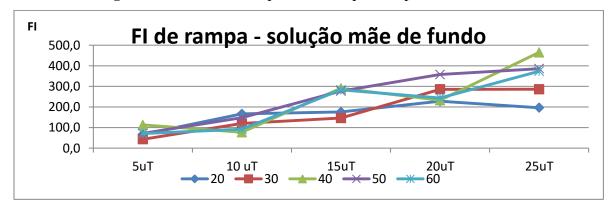


Figura 45 – Altura da rampa em aclive para suspensão mãe de fundo

Conforme descrição da rampa, apresentado anteriormente, foram obtidos os valores do ângulo de inclinação resultante da rampa formada na Fase 2, através da regressão linear dos dados estratificados e apresentados na integra no Anexo 4. Em média os menores G_f obtiveram um ângulo resultante menor para uma mesma água em uma mesma concentração e os maiores G_f obtiveram um ângulo resultante maior para uma mesma água em uma mesma concentração como pode ser observado na Figura 46 para a suspensão mãe sobrenadante e na Figura 47 para a suspensão mãe de fundo, isto implica em um valor mais próximo a uma rampa em 90° e simboliza uma diferença maior de sinal da fase 1 para o final da fase 2. Conforme a turbidez aumenta o ângulo médio também aumenta podendo assim representar a fase de agregação com sensibilidade de concentrações para uma mesma água, porém esta afirmação não é verdadeira para os gradientes de 20 s⁻¹ e 60s⁻¹ no qual os valores do ângulo de inclinação para o G_f de $20s^{-1}$ é o mais alto e o ângulo de inclinação para o G_f de $60s^{-1}$ é o mais baixo em todas as concentrações e nas duas águas estudadas. Esperava-se que o ângulo de inclinação resultasse em um aumento da menor turbidez para a maior turbidez, como ocorreu, com uma concentração de sólidos variante (visto na Tabela 2) da menor para a maior, e para uma mesma caracterização de partículas (realizada pela estratificação em suspensão mãe e de fundo). Também se esperava que as curvas de G_f tivessem a ordem de grandeza do menor G_f para o maior, o que não ocorreu para os G_f extremos.

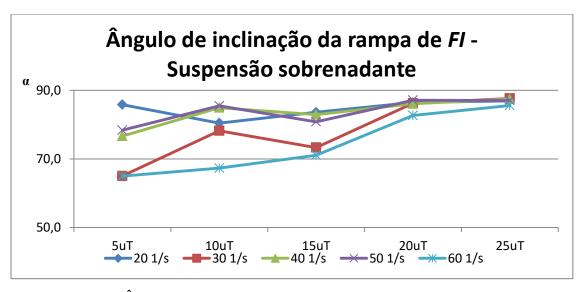


Figura 46 – Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe sobrenadante para cada valor de turbidez estudado

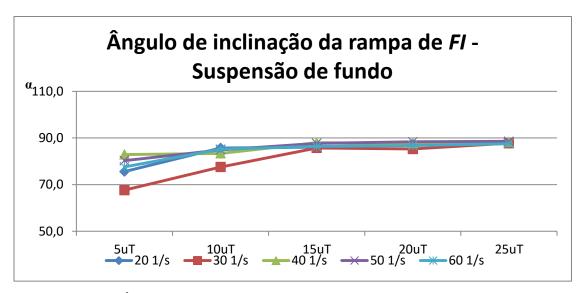


Figura 47 - Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe de fundo para cada valor de turbidez estudado

Ao realizar a análise dos mesmos dados de forma diferente, agora no eixo da abcissa está plotado o gradiente e não a turbidez, nota-se que para as duas águas, sobrenadante na Figura 48 e suspensão de fundo na Figura 49, os menores valores obtidos foram para a turbidez de 5 uT e os dados se comportam de forma crescente sendo os maiores valores resultantes para a turbidez de 25 uT, comparativamente para o mesmo gradiente.

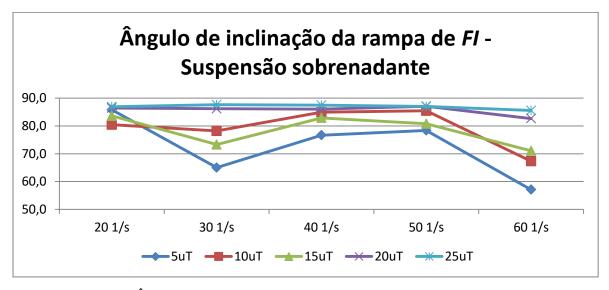


Figura 48 - Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe sobrenadante para cada G_f estudado

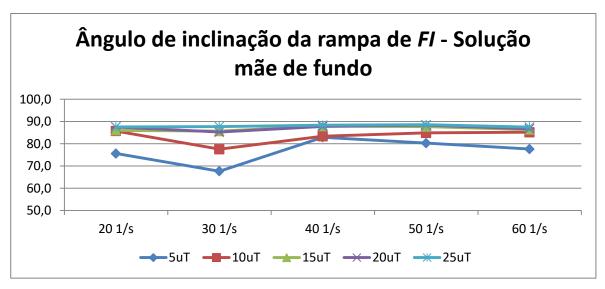


Figura 49 - Ângulo de inclinação obtido da Fase 2 para Suspensão mãe de fundo para cada G_f estudado

Na fase 3 ocorre a estabilização da curva de FI em um certo patamar, este patamar varia conforme G_f , água de estudo e concentração. Os valores de FI de estabilização podem ser visualizado na Tabela 6, este patamar representa a ocorrência de agregação e ruptura das partículas em certa estabilidade. Neste estudo o equipamento PDA ficou ligado o tempo inteiro do experimento ocasionando uma ruptura acentuada nas partículas, pois estas precisam passar por uma bomba peristáltica para que possa ser realizada a leitura do PDA, esta bomba funciona pelo mecanismo de esmagamento do tubo no qual transporta a água floculada. Os dados analisados na suspensão mãe sobrenadante para G_f de 50 s⁻¹, visualizado na Figura 50 pode-se observar uma inclinação da resultante desta fase (3) para o tempo maior do que 1 minuto. A queda do valor de FI é decorrente do ensaio ser de bancada, no qual a mesma população de flocos passa pelo leitor mais de uma vez e da ação do equipamento PDA ligado o tempo inteiro no decorrer do ensaio. O objetivo principal deste estudo não foi analisar este aspecto do experimento e por este motivo o tempo do experimento não foi estendido.

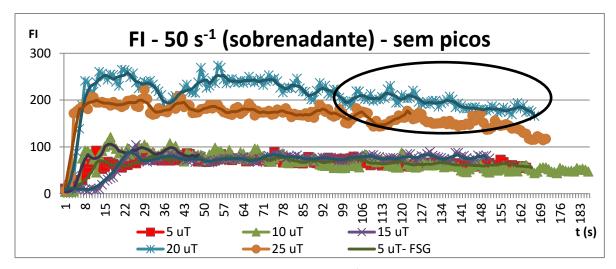


Figura 50 - Valores de *FI* para o *Gf* de 50 s⁻¹ da suspensão mãe sobrenadante para todos os valores de turbidez estudados, com e sem aplicação do filtro Savitzky-Golay.

Observa-se na Tabela 6 que os valores de FI aumentam conforme a concentração aumenta para cada água de estudo e ocorre uma diminuição, para a maioria dos casos, conforme aumento do G_f , este fato ocorre, pois, com o aumento do G_f os choques entre flocos se torna maior derivando em flocos menores do que para G_f de menor valor, porém a quantidade de flocos aumenta conforme aumenta o G_f . O aumento do valor de FI está demonstrado com a utilização de setas na Tabela 6 para melhor entendimento.

Tabela 6 - Valores médios de FI para fase 3 (dados com aplicação do filtro SG)

	G_f	Su	spensão	mãe Sol	brenada	Suspensão mãe de fundo					
\wedge		5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT
ľ	20s ⁻¹	76,6	71,0	125,7	224,5	233,1	61,2	201,1	198,7	240,1	222,0
	30s ⁻¹	54,2	69,7	54,0	118,7	242,3	40,9	111,8	161,5	269,2	336,9
	40s ⁻¹	51,7	97,1	147,1	191,8	197,3	67,4	98,4	265,0	216,5	440,7
	50s ⁻¹	48,7	67,0	68,5	143,7	145,0	57,2	120,2	203,8	305,2	349,2
	60s ⁻¹	34,4	41,4	69,2	122,9	138,3	40,2	58,9	178,0	179,2	220,8
•		•			\rightarrow					\longrightarrow	•

6.5. Análise de sensibilidade de FI versus diâmetro

Para a análise de sensibilidade do sinal de FI frente ao diâmetro do agregado foram encontrados os valores de diâmetro equivalente correspondente ao geométrico, máximo, mínimo, aritmético, área e perímetro, representado pela Figura 51, nesta figura também está apresentado o resultante de FI. É possível observar nos segundos iniciais de ensaio a

ocorrência apenas de aumento em todos os diâmetros equivalentes e também a fase 2 caracterizada na resposta de FI em mesmo intervalo de tempo.

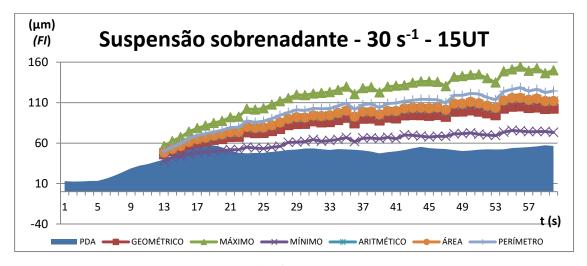


Figura 51 – Diâmetros equivalente (μ m) e FI estratificadas no tempo de 1 minuto para o G_f de $30s^{-1}$ para suspensão mão sobrenadante e turbidez de 15 UT

Através da análise do número de agregados formados por tempo (discutido no item 6.2.2. e apresentado à título de exemplo na Figura 52) foi possível segmentar os melhores resultados para a aplicação da análise de sensibilidade, ensaios resultantes em tendência inicial desproporcional foram desconsiderados.

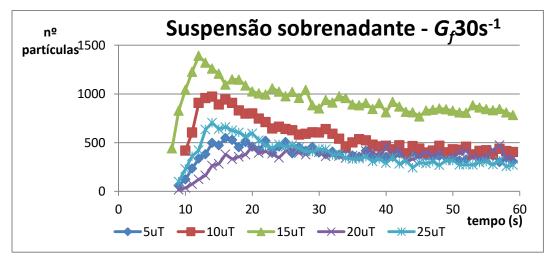


Figura 52 – Número de partículas estratificadas no tempo de 1 minuto para o G_f de 30 s⁻¹ para suspensão mão sobrenadante

Foi realizada análise de correlação entre os dados de diâmetros ponderados equivalentes estudados dos agregados e o sinal de *FI* obtido em mesmo intervalo de tempo, para verificação de compatibilidade de crescimento simultâneo na Fase 2 caracterizada pela forte ação de cinética de agregação, são apresentados da Tabela 7 a Tabela 9 todos os resultados de correlação para as curvas que não apresentaram erro na análise de imagem, as curvas que apresentaram baixo número de partículas / agregados não apresentaram correlação alguma pois não representam o fenômeno. Pode-se visualizar que a correlação é bastante alta, sendo em geral acima de 90%, indicativo de que a fase 2 de *FI* pode ser correlacionada à forte ação de agregação da partículas de forma isolada e representativa, quando há apenas subida do sinal de *FI* ocorre a visualização por análise de imagem de apenas o aumento do diâmetro ponderado equivalente. O diâmetro ponderado equivalente geométrico apresentou resultados de correlação mais elevados se comparado com os outros diâmetros equivalentes na maioria dos casos.

Tabela 7 – Correlação entre FI x diâmetros (turbidez de 5 UT e 10 UT)

		Turbi	dez 5 U	Turbidez 10 UT			
Suspensão mãe	Sobrenadante			Fundo	Sobrenadante		
$G_f(s^{-1})$	20	30	40	50	20	30	40
GEOMÉTRICO	0,94	0,91	0,83	0,96	0,98	0,86	1,00
MÁXIMO	0,94	0,95	0,87	0,94	0,97	0,79	0,99
MÍNIMO	0,88	0,87	0,84	0,84	0,98	0,85	0,99
ARITMÉTICO	0,96	0,93	0,86	0,94	0,97	0,86	1,00
ÁREA	0,97	0,93	0,82	0,89	0,97	0,87	1,00
PERÍMETRO	0,96	0,95	0,83	0,88	0,97	0,85	0,99

Tabela 8 - Correlação entre *FI* x diâmetros (turbidez de 15 UT)

	Turbidez 15 UT								
Suspensão mãe	So	Fundo							
$G_f(\mathbf{s}^{-1})$	20 30 40 60			40	50	60			
GEOMÉTRICO	0,93	1,00	0,98	0,93	0,91	0,96	0,96		
MÁXIMO	0,87	1,00	0,97	0,95	0,89	0,97	0,97		
MÍNIMO	0,95	0,98	0,99	0,90	0,92	0,94	0,94		
ARITMÉTICO	0,92	1,00	0,97	0,94	0,90	0,97	0,97		
ÁREA	0,93	1,00	0,98	0,93	0,90	0,97	0,97		
PERÍMETRO	0,90	1,00	0,98	0,94	0,90	0,97	0,97		

Tabela 9 - Correlação entre FI x diâmetros (turbidez de 20 UT e 25 UT)

		Turbidez 20 UT					Turbidez 25 UT			
Suspensão mãe	Sobrenadante		Fundo			Sobrenadante		Fundo		
$G_f(s^{-1})$	30	50	60	20	50	60	30	50	30	50
GEOMÉTRICO	0,88	0,92	1,00	0,98	0,88	0,99	0,94	0,97	0,96	0,97
MÁXIMO	0,93	0,89	1,00	0,63	0,55	0,98	0,87	0,92	0,96	0,97
MÍNIMO	0,87	0,90	0,99	0,96	0,95	0,98	1,00	0,87	0,94	0,97
ARITMÉTICO	0,91	0,90	1,00	0,84	0,76	0,99	0,93	0,92	0,96	0,97
ÁREA	0,89	0,91	1,00	0,97	0,83	0,99	0,93	0,91	0,96	0,97
PERÍMETRO	0,92	0,90	1,00	0,94	0,71	0,99	0,92	0,92	0,96	0,97

6.6. Coeficiente cinético de agregação

A hipótese de que o coeficiente cinético de agregação possa ser determinado de forma on-line diretamente no processo de floculação, especificamente no início da floculação no qual ocorre de forma mais acentuada a agregação de partículas é demonstrada a seguir. Partindo do princípio de que o sinal de FI na fase 2 representa apenas o incremento de diâmetro dos agregados formados no início do processo de floculação, demonstrado anteriormente, é possível obter o coeficiente cinético de agregação cujo procedimento é semelhante ao descrito por Bratby (1981), em que, ao invés de obter o valor de N_0/N , da porção horizontal da curva de melhor ajuste dos dados experimentais, esta será correspondente aos pontos limites da rampa formada pelo sinal FI medido pelo equipamento PDA. A escolha de valores de FI nos extremos da rampa se faz sob a forte ação da cinética de agregação demonstrada anteriormente.

Nas figuras de Figura 57 a Figura 62 é possível verificar a tendência de resposta de K_A em que se inicia com um valor mais alto e avança decaindo com o decorrer do tempo. De forma geral, ao redor dos 15s de ensaio, se caracteriza o final da rampa de FI, nota-se que o resultante de K_A foi obtido para cada segundo a fim de análise de tendência.

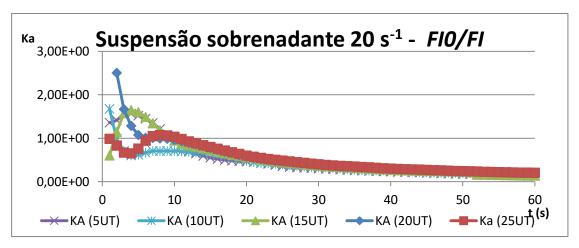


Figura 53 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 20 s⁻¹.

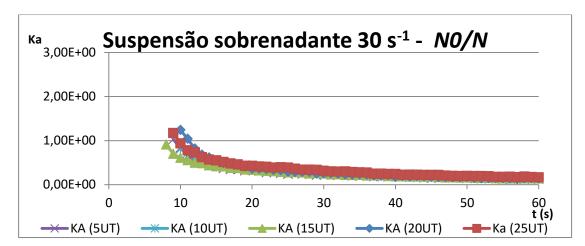


Figura 54 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 30 s⁻¹.

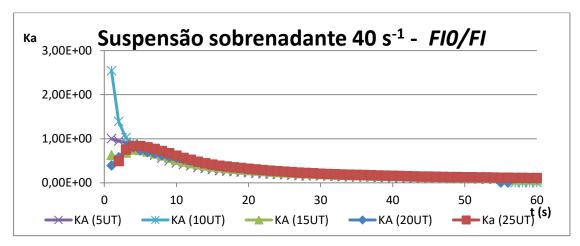


Figura 55 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 40 s^{-1} .

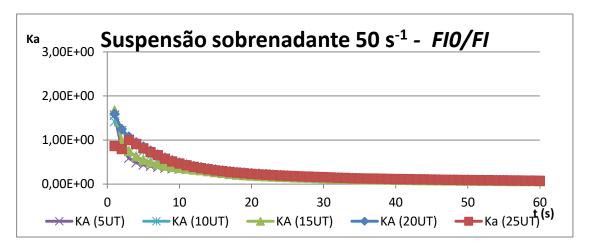


Figura 56 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 50 s⁻¹.

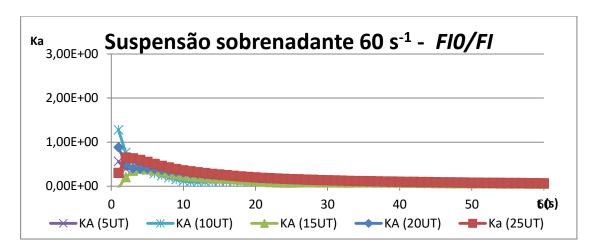


Figura 57 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido a partir dos dados de FI para suspensão sobrenadante e G_f de 60 s⁻¹.

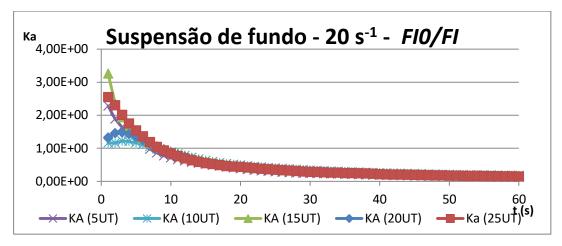


Figura 58 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 20 s^{-1}

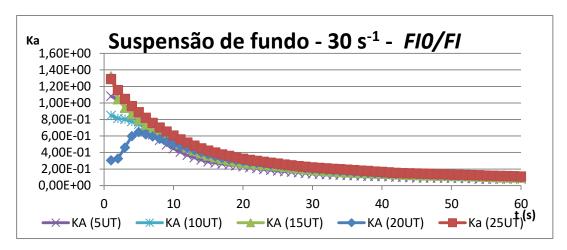


Figura 59 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 30 s⁻¹

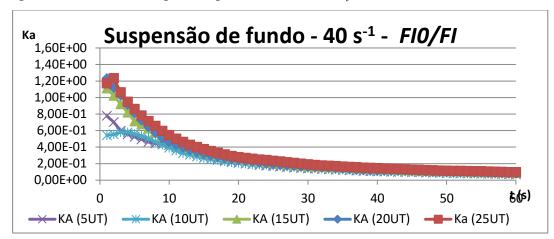


Figura 60 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 40 s^{-1}

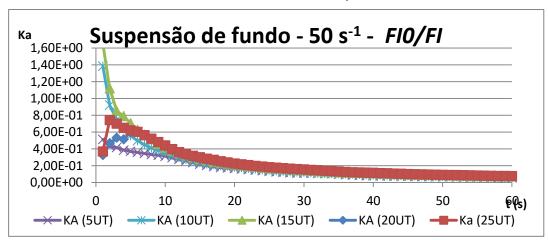


Figura 61 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 50 s⁻¹

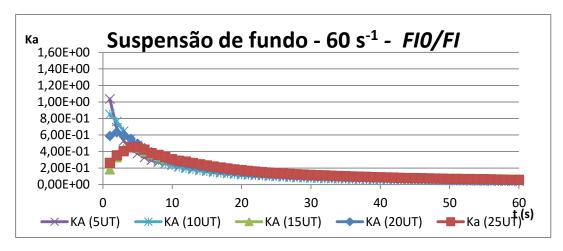


Figura 62 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação Ka obtido a partir dos dados de FI para suspensão de fundo e G_f de 60 s⁻¹.

Os valores para o coeficiente cinético de agregação a partir dos dados de população de partículas também foram obtidos por meio da análise do diâmetro geométrico considerando como partícula primária remanescente as 3 primeiras faixas de DTP e é demonstrado através da Figura 67 e Figura 72. Para a suspensão mãe sobrenadante a faixa de diâmetro encontrada para partícula primária foi de aproximadamente 24 µm e para a suspensão mãe de fundo de 38 μ m, sendo este o valor de N_0 , para encontrar o valor de N no decorrer do processo de floculação, foram consideradas as faixas de DTP que abrangem o tamanho de N_0 , foram consideradas a primeira faixa de DTP corresponde de 1 a 9, a segunda de 9 a 27 e a terceira de 27 a 45 μm, sendo que esta última foi considerada para que erros (já discutidos) fossem minimizados. Desta forma foi realizado o somatório de partículas primárias remanescentes para cada segundo do ensaio e foi utilizado o valor correspondente ao número de partículas primárias presentes antes do processo de floculação, contabilizada em 1 segundo de análise para que fique na mesma proporção. Se faz importante o comentário que há a ocorrência de partículas primárias nas primeiras faixas de DTP no decorrer de todo o ensaio de forma que seu somatório se reduz ou se mantém em mesmo patamar com o passar do tempo visto que a duração do ensaio foi breve.

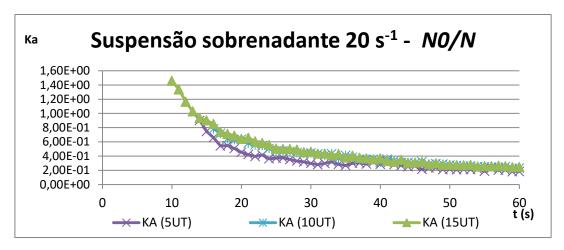


Figura 63 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 20 s⁻¹.

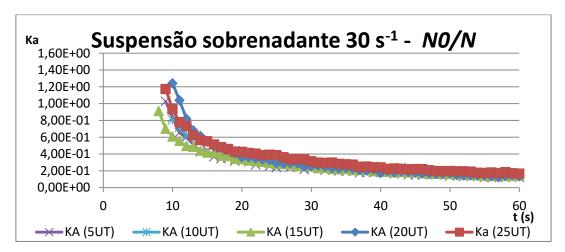


Figura 64 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 30 s⁻¹.

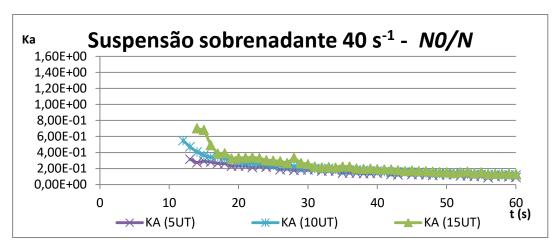


Figura 65 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 40 s⁻¹.

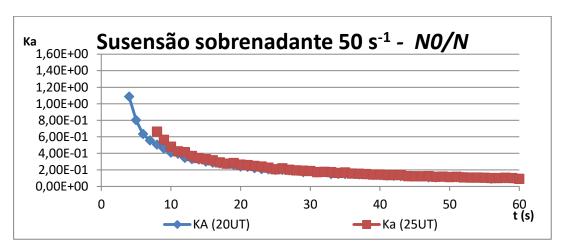


Figura 66 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 50 s⁻¹.

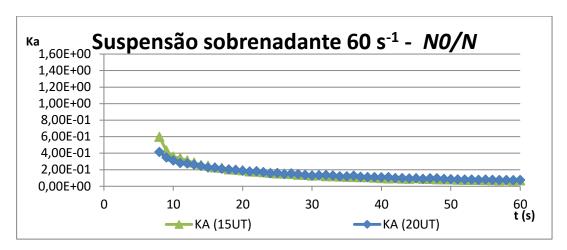


Figura 67 – Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe sobrenadante a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 60 s⁻¹.

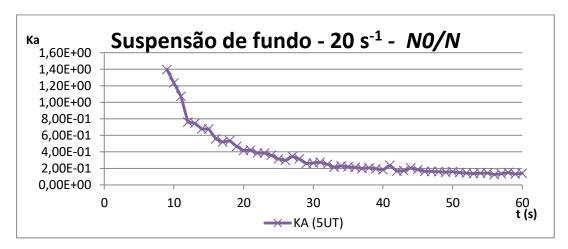


Figura 68 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 20 s^{-1} .

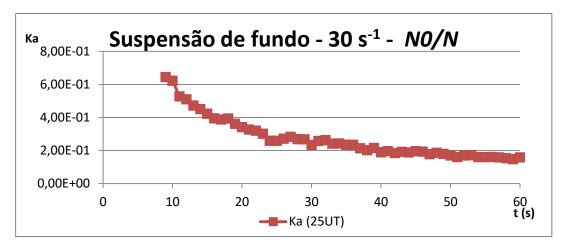


Figura 69 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 30 s⁻¹.

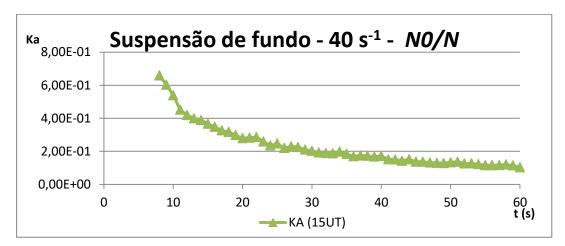


Figura 70 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 40 s⁻¹.

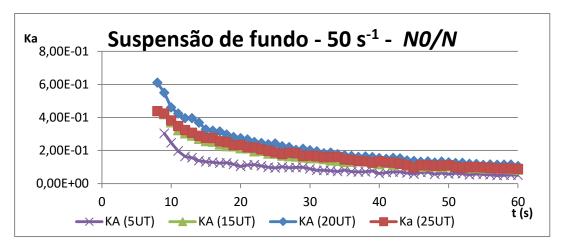


Figura 71 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 50 s⁻¹.

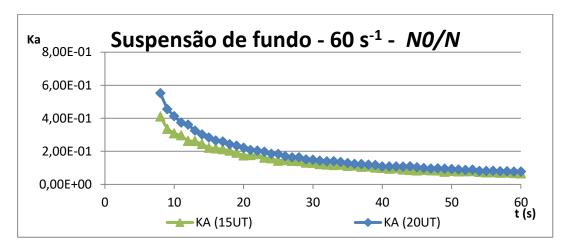


Figura 72 - Comportamento temporal do coeficiente cinético de agregação K_A obtido para suspensão mãe de fundo a partir dos dados de número de partículas para diâmetro geométrico e G_f de 60 s⁻¹.

Na Tabela 10 podemos comparar os resultados dos valores de K_A obtido considerando os valores no instante que correspondente ao final da rampa apresentado pelo sinal de FI e na Tabela 11 considerando o número de partículas contabilizadas em mesmo instante, as faixas em cinza representam as curvas que não resultaram em resultados de análise de imagem satisfatório.

Tabela 10 -- Valores de K_A considerando valores de FI

	K _A - FI0/FI - SOBRENADANTE								
$G_f(s^{-1})$	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT				
20	4,29E-01	5,90E-01	5,39E-01	6,89E-01	7,16E-01				
30	3,08E-01	4,63E-01	3,80E-01	7,90E-01	7,24E-01				
40	4,48E-01	4,96E-01	2,62E-01	3,23E-01	3,19E-01				
50	3,06E-01	6,44E-01	2,92E-01	3,56E-01	3,61E-01				
60	2,02E-01	9,26E-02	1,64E-01	1,66E-01	2,33E-01				
	K _A - FI0/FI – DE FUNDO								
$G_f(s^{-1})$	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT				
20	5,21E-01	6,27E-01	7,11E-01	7,33E-01	8,37E-01				
30	4,46E-01	4,53E-01	4,62E-01	2,40E-01	2,67E-01				
40	3,57E-01	3,57E-01	2,78E-01	2,41E-01	3,75E-01				
50	2,57E-01	2,99E-01	4,60E-01	4,78E-01	4,41E-01				
60	1,82E-01	1,60E-01	1,81E-01	2,17E-01	2,05E-01				

Tabela 11 - Valores de K_A considerando número de partículas primárias

	K _A - N0/N- SOBRENADANTE								
$G_f(s^{-1})$	5 uT	10 uT	15 uT	20u	25 uT				
20	3,94E-01	7,19E-01	6,57E-01						
30	3,08E-01	5,84E-01	4,84E-01	4,45E-01	7,79E-01				
40	2,29E-01	2,35E-01	3,40E-01						
50				3,24E-01	3,67E-01				
60			2,27E-01	1,70E-01					
		K_A -	<i>N0/N-</i> DE FUN	NDO					
$G_f(s^{-1})$	5 uT	10 uT	15 uT	20 uT	25 uT				
20				1,02E+00					
30					2,59E-01				
40			2,98E-01						
50	1,56E-01		4,20E-01	5,49E-01	3,82E-01				
60			1,75E-01	3,02E-01					

Percebe-se que os valores de K_A obtidos utilizando os dados do PDA são muito próximos aos valores de K_A obtidos a partir do balanço de número de partículas encontradas por análise de imagem, sendo desta forma pertinente propor o método atrelado ao uso do equipamento PDA, esta análise pode ser melhor visualizada pela plotagem das Tabelas 10 e 11 na Figura 74 e 74. A análise aqui proposta não pode ser comparada em termos de valores de K_A com os obtidos pela literatura citada pois aqui os valores são maiores por se tratar de um tempo reduzido no qual a análise é focada na distinção da etapa de agregação acentuada no início do processo de floculação. Pode-se também visualizar que o coeficiente de agregação é dependente das características químicas e físicas do sistema.

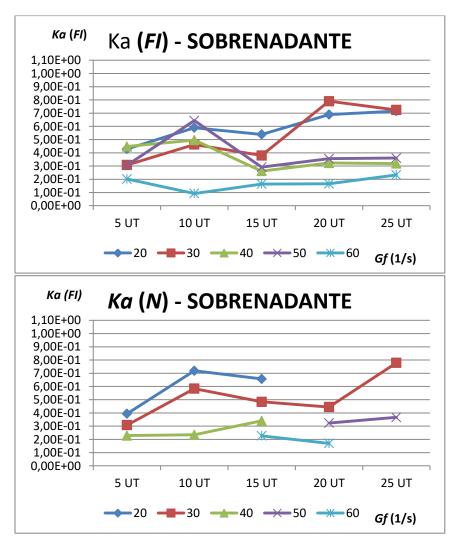


Figura 73 - Valores de K_A considerando dados de FI e número de partículas primárias para suspensão sobrenadante.

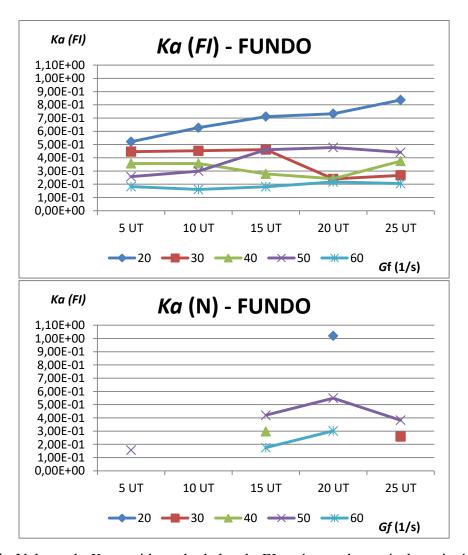


Figura 74 - Valores de K_A considerando dados de FI e número de partículas primárias para suspensão de fundo.

7. CONCLUSÕES

Com base no trabalho realizado, conclui-se que:

- a) Os resultados de turbidez em ordem crescente de 5 uT até 25 uT correspondem aos valores de sólidos encontrados que também estão em ordem crescente e resultando em valores diretamente proporcionais à turbidez.
- b) A estratificação de tamanho de partículas por água de estudo demonstrou resultados satisfatórios, pois, como analisado por técnica de análise de imagem, foi possível verificar diferenças de concentração e tamanho de partículas nas duas águas estudadas, sendo para suspensão mãe sobrenadante concentração maior de partículas primárias menores do que na suspensão mãe de fundo, sendo que a suspensão mãe de fundo resultou em uma DTP com partículas de maior diâmetro comparativamente.
- c) A avaliação da distribuição de tamanho de partículas por método direto pode ser realizada na etapa inicial de agregação de partículas permitindo o aprimoramento do entendimento do fenômeno envolvido.
- d) A análise de DTP permitiu verificar o aumento de aglomerados com o tempo e o aumento do diâmetro para o período de 1 minuto inicial da etapa de floculação (proposta inicial de verificação focada na agregação inicial das partículas).
- e) Foi possível verificar que o valor de β representa as partículas pequenas analisadas e é sensível às variações de gradiente aplicadas
- f) Conforme a turbidez aumenta o ângulo médio formado na análise de sinal emitido pelo equipamento PDA também aumenta, sendo este sensível a diferentes concentrações de sólidos para uma mesma água, ou mesma característica de tamanho de partícula.

- g) É possível a identificação do início da cinética de floculação pelo sinal emitido pelo equipamento PDA tornando possível a identificação da ocorrência de agregação inicial das partículas primárias de forma concentrada e pontual para estudos em bancada.
- h) É possível obter o coeficiente cinéticos de agregação e consequentemente o de ruptura, constituinte da modelagem matemática da floculação de forma *on-line* com o auxílio do equipamento PDA, diretamente no processo de floculação e no início da floculação no qual ocorre de forma mais concentrada a agregação de partículas.
- i) A análise aqui proposta não pode ser comparada em termos de valores de Ka com os obtidos pela literatura citada pois aqui os valores são maiores por se tratar de um tempo reduzido no qual a análise é focada na distinção da etapa de agregação acentuada no início do processo de floculação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas). 1989. NBR. 10664. Águas: Determinação de resíduos (sólidos) – Método gravimétrico.

ARGMAN, Y., KAUFMAN, W.J. Turbulence and Flocculation. **Journal Sanitary Eng**. Div., **ASCE** 96, SA 2, Apr, 1970.

BRATBY, J.R.. Interpreting laboratory results for the design of rapid mixing and locculation systems. **Jour. AWWA**, v.73, n.6, p.318-325, Jun, 1981.

BRATBY, J.R.; MILLER, M.W.; MARAIS, G.R.. Desing of flocculation systems from batch test data. **Water S.A.**, v.3, n.4,p. 173-182, Oct, 1977.

BRITO, S.A.. Influência da velocidade d sedimentação na determinação dos coeficientes de agregação e ruptura durante a floculação.1998. 189 p. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento) — Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos.

BROWN, G.M.; GREGORY, J.; JACKSON, P.J.; NELSON, D.W.; TOMLINSON, E.J. *An on-line monitor for flocculation control. In: Instrumentation and Control of Water and Wastewater Treatment and Transport Systems* (Edited by Drake R. A. R.), Pergamon Press, Oxford, p.239-245, 1985.

CAMP, T.R., STEIN, P.C.. Velocity Gradients and Internal Work in Fluid Motion. **Journal of the Boston Society of Civil Engineers**, v. 30, n.4, p. 219-237, Oct, 1943.

CHAKRABORTI, R.K., GARDNER, K.H., ATKINSON, J.F., BENSCHOTEN, J.E. Changes in fractal dimension during aggregation. Water Res. 37 (4), 873 e 883, 2003.

CRITTENDEN, J.C., TRUSSELL, R.R., HAND, D.W., HOWE, K.J., TCHOBANOGLOUS, G. Water Treatment: Principles and Design. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 2005.

DI BERNARDO, L.; DANTAS, A.D.B.. **Métodos e técnicas de tratamento de água**. 2ª edição. São Carlos. RiMA, 792p, 2005.

GREGORY, J. *Turbidity fluctuations in flowing suspensions*. *Journal of Colloid and Interface Science*, v.105, n.2, p.357-371, June, 1985.

GREGORY, J. Effect of dosing and mixing conditions on flocculation by polymers. In: **Advances in measurement and control of colloidal processes**. Butterworth-Heinemann Oxford, UK. p. 3-17. 1991

GREGORY, J. Monitoring particle aggregation processes. **Advances in colloid and interface science**, v. 147, p. 109-123, 2009.

GREGORY, J.; CHUNG, H. *Continuous monitoring of floc properties in stirred suspensions*. J. Water SRT – Aqua, Blackwell Science Ltd, v.44, n.3, p.125-131, 1995.

GREGORY, J.; HILLER, N. *Interpretation of flocculation test data. Proc.* Filtech Europa/95, Karlsruhe, p.405-414, 1995.

GREGORY, J.; LI, G. Effects of dosing and mixing conditions on polymer flocculation of concentrated suspensions. Chem. Eng. Comm. Gordon and Breach Science Publishers S.A., Printed in the USA, v.108, p.3-21, 1991.

GREGORY, J.; NELSON, D. W. Monitoring of aggregates in flowing suspensions. Colloids and Surfaces, v. 18, n. 2-4, p. 175-188, 1986.

JETHRA, Ravi. Turbidity measurement. **ISA Transactions**, v. 32, n. 4, p. 397-405, 1993.

JUNKER, B. Measurement of bubble and pellet size distributions: past and current image analysis technology. Bioprocess Biosyst Eng, v. 29, p. 185–206, 2006.

LAWLER, D.F. *Particle size distribution in treatment processes: theory and practice. Wat. Sci. Tech.*, v. 36, n. 4, p. 15-23, 1997.

LIBÂNIO, M. Avaliação da floculação em reatores estáticos e de escoamento contínuo com gradientes de velocidade constante variável.. 136 p. São Carlos. Tese (Doutor em Engenharia Civil). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. 1995

MANETTA, L. S. Determinação dos gradientes de velocidade médios em sistemas de câmaras em série visando atender ao critério do menor tempo de floculação total. Bauru. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental). Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP. 2014.

MARQUES, R. O.; FERREIRA FILHO, S. S. Flocculation kinetics of low-turbidity raw water and the irreversible floc breakup process. **Environmental technology**, v. 38, n. 7, p. 901-910, 2017.

MORUZZI, R.B. Avaliação da Influência da Distribuição de Tamanho de Partículas e do Binômio Velocidade/Tempo de Detenção na Zona de Reação no Desempenho da Flotação com Utilização de Sonda Ultrasônica e Técnica de Análise por Imagem. 240f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos: EESC – USP. 2005.

MORUZZI, R.B. Avaliação Do Desempenho Do Processo De Floculação Usando Parâmetro Característico Da Função Distribuição De Tamanho De Partículas: Experimentação, Modelagem E Simulação. Livre-docência. Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, UNESP. 2015.

MORUZZI, R.B., REALI, M.A.P. Characterization of micro-bubble size distribution and flow configuration in DAF contact zone by a non-intrusive image analysis system and tracer tests. Water Science and Technology 61 (1), 253–262, 2010.

MORUZZI, R. B.; OLIVEIRA, S. C.. Mathematic modelling and floccullation process analysis. **Bioprocess and Biosystems Engineering**, v. 36, p. 357-363, 2013.

MORUZZI, R. B.; OLIVEIRA, A. L.; JULIO, M de . Equipamento de Monitoramento Contínuo da Floculação (EMCF): experimentação, correlação e calibração. Revista DAE, v. 63, p. 30-41, 2015.

MORUZZI, RB., OLIVEIRA, A.L., ALMEIDA, T. Fractal Aggregates Evolution During Flocculation. Braz. Journal Chem. Eng. No Prelo

MORUZZI, R. B.; DE OLIVEIRA, A. L.; ALMEIDA, T. de. Fractal aggregates evolution during flocculation. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 35, n. 4, p. 1203-1210, 2018.

PÁDUA, V.L.. Metodologia para determinação dos gradientes de velocidade médios em unidades de floculação de mistura completa com câmaras em série e escoamento contínuo a partir de reatores estáticos. 1994. 74 p. São Carlos. Dissertação (Mestrado em Hidráulica e Saneamento). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo.

PARKER, D.S.; KAUFMAN, W.J.; JENKINS, D.. Floc breakup in turbulent flocculation processes. **Jour. San Eng**. Div-ASCE, v.98, n.SA1, p.79-99, Feb, 1972.

Rank Brohers. PDA 2000 Photometric Dispersion Analyser. Operating Manual. 2015.

SANTOS, H. R., PRADO, G. S., VIDAL, C. M. S., MORUZZI, R. B., CAMPOS, J. R. Aplicabilidade das técnicas de determinação de tamanho de partículas em sistemas de tratamento de água e esgoto sanitário. Engenharia Sanitária e Ambiental, Rio de Janeiro - RJ, v. 9, p. 291-300, 2004.

SAVITZKY, A., GOLAY, M.J.E. "Smoothing and differentiation of data by simplified least squares procedures" *Analytical Chemistry*, 36(2), p.1627, (1964).

SPIELMAN, L. A. Hydrodynamic aspects of flocculation treatment. In: **The scientific basis of flocculation**. The Netherlands: Sijthoff and Noordoff, 1978.

SMOLUCHOWSKI, M. (1917) Versuch einer Mathematischen Theorie der Koagulations Kinetik Kolloid Losungen. Z. Physik Chem., **92** (155).

YUKSELEN, M.A.; GREGORY, J. *The reversibility of floc breakage*. *International Journal of Mineral Processing, Elsevier B.V.*, 73, p.251-259, 2004.

ZHANG, X.H.; ZHONG, R.S.; LI, X.Y.; LAM, K.M.; XIAO, F. *PIV characterisation of flocculation dynamics and floc structure in water treatment*. *Elsevier. Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 379, 27–35, 2011.

ANEXO 1

Comando macro com a finalidade de automatização do procedimento de tratamento das imagens

```
Sub Aquisicao_2()
'<c>F9
      Dim i,a,b As Integer
      Dim ap As String
'Retorno de erro
volta:
               InputBox
                           "Insira
                                    o número da
                                                                   imagem
      a
                                                        primeira
                                                                                 ser
                                                                             a
processada:","AFFJ,2014","1"
      On Error GoTo erro
      If a<1 Then a=1
      b = InputBox "Insira o número da última imagem a ser processada
(MÁX:65000):","AFFJ,2014","65000"
      On Error GoTo erro
      If b>65000 Or a>b Then
             MsgBox "Erro no Range selecionado (Valor inicial Maior que Valor final).
Redigite-o.",vbCritical,"AFFJ,2014"
             GoTo volta:
      End If
      For i=a To b
             'Definição do apêndice numérico presente no nome das imagens
             Select Case i
                    Case Is < 10
                          ap="0000"& CStr(i)
                   Case Is < 100
                          ap="000"& CStr(i)
                    Case Is < 1000
                          ap="00"& CStr(i)
                   Case Is < 10000
```

```
Case Else
                   ap=CStr(i)
      End Select
      "Teste de Conversão:MsgBox "C:\data\p"& ap &".jpg"
ret = IpWsLoad("C:\data\p"& ap &".jpg","jpg")
ret = IpSCalSetLong(SCAL_SYSTEM_CAL, SCAL_APPLY, 0)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegSetAttr(SETCURSEL, 0)
ret = IpSegSetAttr(CHANNEL, 0)
ret = IpSegPreview(ALL_W_B)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpFltShow(1)
ret = IpFltRank(7, 0, 50, 1)
ret = IpFltShow(0)
ret = IpSegLoad("C:\limiar\limiar_122-255.rge")
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegCreateMask(5, 0, 1)
ret = IpBlbSetRange(169, 255)
ret = IpSegShow(0)
ret = IpBlbShow(1)
ret = IpBlbEnableMeas(BLBM_ALL, 0)
ret = IpBlbEnableMeas(BLBM_ALL, 1)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_AREA, 0.0, 10000000.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_AREAPOLY, 0.0, 10000000.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_ASPECT, 0.0, 1000000.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_CLUSTER, 0.0, 10000.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_SIZECOUNT, 0.0, 1000000.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_FRACTDIM, 0.0, 2.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM PERIMETER, 0.0, 1000000.0)
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PCONVEX, 0.0, 1000000.0)
```

ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PELLIPSE, 0.0, 1000000.0)

ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERIMETERLEN, 0.0, 1000000.0)

ap="0"& CStr(i)

```
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERIMETER2, 0.0, 1000000.0)
```

- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERIMETER3, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_RADIUSRATIO, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_SRANGE, 0.0, 16.0)
- ret = IpBlbEnableMeas(BLBM_ALL, 1)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_AREA, 0.0, 10000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_AREAPOLY, 0.0, 10000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_BOX_AREA, 0.0, 1.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_ASPECT, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MAJORAX, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MINORAX, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_BOXY, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_BOXX, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_BOX_XY, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_CENTRX, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_CMASSX, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM CENTRY, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_CMASSY, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_CLASS, 0.0, 255.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM CLUMPINESS, 0.0, 1.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_CLUSTER, 0.0, 10000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_SIZECOUNT, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_DENSDEV, 0.0, 1000000000)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_DENDRITES, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_BRANCHLEN, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MAXFERRET, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MEANFERRET, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MINFERRET, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_ENDPOINTS, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM MAXCALIP, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MEANCALIP, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MINCALIP, 0.0, 1000000.0)
- ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_FRACTDIM, 0.0, 2.0)

```
ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_HOLEAREA, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_HOLEAREARATIO, 0.0, 1.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_NUMHOLES, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MARGINATION, 0.0, 1.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERAREA, 0.0, 1.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERIMETER, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PCONVEX, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM PELLIPSE, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PRATIO, 0.0, 1.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERIMETERLEN, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM PERIMETER2, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_PERIMETER3, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MAXRADIUS, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_MINRADIUS, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_RADIUSRATIO, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_ROUNDNESS, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_SRANGE, 0.0, 16.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM_LENGTH, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM WIDTH, 0.0, 1000000.0)
      ret = IpBlbCount()
      ret = IpBlbUpdate(0)
      ret = IpBlbMeasure()
      ret = IpBlbShowData(1)
      ret
                                           IpBlbSaveData("C:\data\Dados_Brutos.cnt",
S_APPEND+S_HEADER+S_Y_AXIS)
      ret = IpBlbShowData(0)
      ret = IpBlbShowStatistics(1)
      ret
                                              IpBlbSaveData("C:\data\Estatisticas.cnt",
S APPEND+S STATS+S HEADER+S X AXIS+S Y AXIS)
      ret = IpBlbShowStatistics(0)
      ipClassifiers(0) = BLBM_AREA
      ret = IpBlbShowAutoClass(ipClassifiers(0), 1, 16, 1, 1)
```

ret = IpBlbSetFilterRange(BLBM HETEROGENEITY, 0.0, 1.0)

```
= IpBlbSetAttr(BLOB_CLASS_DISPLAY,255)
       ret
                                      IpBlbSaveClasses("C:\data\Dados_Classificados.cnt",
       ret
S_APPEND+S_LEGEND)
       ret = IpBlbShowAutoClass(ipClassifiers(0), 0, 0, 0, 0)
       ipBins(0) = 0.0
       ipBins(1) = .1250
       ipBins(2) = .250
       ipBins(3) = .3750
       ipBins(4) = .50
       ipBins(5) = .6250
       ipBins(6) = .750
       ipBins(7) = .8750
       ipBins(8) = 1.0
       ipBins(9) = 1.1250
       ipBins(10) = 1.250
       ipBins(11) = 1.3750
      ipBins(12) = 1.50
       ipBins(13) = 1.6250
       ipBins(14) = 1.750
       ipBins(15) = 1.8750
       ipBins(16) = 2.0
       ret = IpBlbShowSingleClass(14, ipBins(0), 16, 1)
                            IpBlbSaveClasses("C:\data\Dados_Classificados_16faixas.cnt",
       ret
S_APPEND+S_LEGEND)
       ret = IpBlbShow(0)
       ret = IpWsSave()
       ret = IpDocClose()
       ret = IpIOvrShow(0)
       ret = IpAnShow(0)
       Next i
Trecho de depuração de erros
       erro:
       If Err.Number<> 0 Then
```

```
Err.Number=0
             GoTo volta
      End If
End Sub
Sub Piloto_Final()
'<c><s>F12
' Final
      Dim i,a,b As Integer
      Dim ap As String
'Retorno de erro
volta:
               InputBox
                           "Insira
                                    0
                                         número
                                                   da
                                                         primeira
                                                                    imagem
                                                                                   ser
processada:","AFFJ,2014","1"
      On Error GoTo erro
      If a<1 Then a=1
      b = InputBox "Insira o número da última imagem a ser processada
(MÁX:65000):","AFFJ,2014","65000"
      On Error GoTo erro
      If b>65000 Or a>b Then
             MsgBox "Erro no Range selecionado (Valor inicial Maior que Valor final).
Redigite-o.",vbCritical,"AFFJ,2014"
             GoTo volta:
      End If
      For i=a To b
             'Definição do apêndice numérico presente no nome das imagens
             Select Case i
                    Case Is < 10
                          ap="0000"& CStr(i)
                    Case Is < 100
                           ap="000"& CStr(i)
                    Case Is < 1000
                           ap="00"& CStr(i)
```

MsgBox "Erro! Verifique os valores digitados!"

```
Case Is < 10000
                    ap="0"& CStr(i)
             Case Else
                    ap=CStr(i)
      End Select
      "Teste de Conversão:MsgBox "C:\data\p"& ap &".jpg"
ret = IpWsLoad("C:\data\p"& ap &".jpg","jpg")
ret = IpSCalSetLong(SCAL_SYSTEM_CAL, SCAL_APPLY, 0)
ret = IpFltShow(1)
ret = IpFltDilate(MORPHO_2x2SQUARE, 1)
ret = IpFltShow(0)
ret = IpFltShow(1)
ret = IpFltWatershedEx(48, -1)
ret = IpFltShow(0)
ret = IpFltShow(1)
ret = IpFltErode(MORPHO_2x2SQUARE, 1)
ret = IpFltShow(0)
ret = IpFltShow(1)
ret = IpFltErode(MORPHO_2x2SQUARE, 1)
ret = IpFltShow(0)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegSetAttr(SETCURSEL, 0)
ret = IpSegSetAttr(CHANNEL, 0)
ret = IpSegPreview(ALL_W_B)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegSetRange(0, 0, 255)
ret = IpSegPreview(ALL_W_B)
ret = IpSegSetRange(0, 140, 255)
ret = IpSegPreview(ALL_W_B)
ret = IpSegShow(1)
ret = IpSegShow(1)
```

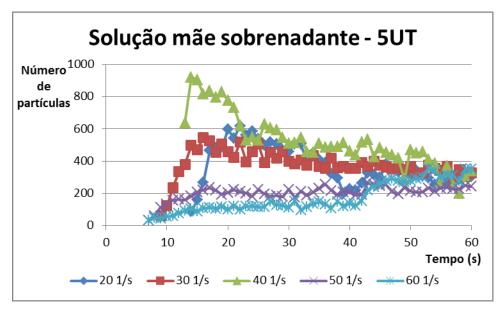
```
ret = IpSegCreateMask(5, 0, 1)
      ret = IpBlbSetRange(128, 255)
      ret = IpSegShow(0)
      ret = IpFltShow(1)
      ret = IpFltErode(MORPHO_2x2SQUARE, 1)
      ret = IpFltShow(0)
      ret = IpFltShow(1)
      ret = IpFltErode(MORPHO_2x2SQUARE, 1)
      ret = IpFltShow(0)
      ret = IpBlbShow(1)
      ret = IpBlbCount()
      ret = IpBlbUpdate(0)
      ret = IpBlbMeasure()
      ret = IpBlbShow(0)
ret = IpBlbShowData(1)
                                           IpBlbSaveData("C:\data\Dados_Brutos.cnt",
      ret
S_APPEND+S_HEADER+S_Y_AXIS)
      ret = IpBlbShowData(0)
      ret = IpBlbShowStatistics(1)
                                              IpBlbSaveData("C:\data\Estatisticas.cnt",
      ret
S_APPEND+S_STATS+S_HEADER+S_X_AXIS+S_Y_AXIS)
      ret = IpBlbShowStatistics(0)
      ipClassifiers(0) = BLBM_AREA
      ret = IpBlbShowAutoClass(ipClassifiers(0), 1, 16, 1, 1)
             = IpBlbSetAttr(BLOB_CLASS_DISPLAY,255)
      ret
                                   IpBlbSaveClasses("C:\data\Dados_Classificados.cnt",
      ret
S_APPEND+S_LEGEND)
      ret = IpBlbShowAutoClass(ipClassifiers(0), 0, 0, 0, 0)
      ipBins(0) = 0.0
      ipBins(1) = .1250
      ipBins(2) = .250
      ipBins(3) = .3750
```

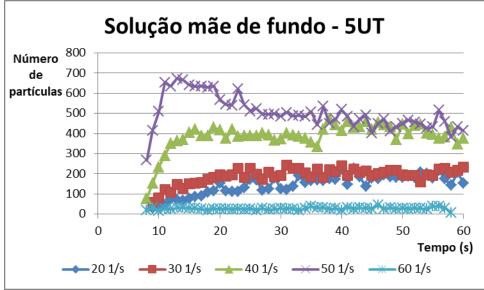
```
ipBins(4) = .50
       ipBins(5) = .6250
       ipBins(6) = .750
      ipBins(7) = .8750
       ipBins(8) = 1.0
       ipBins(9) = 1.1250
       ipBins(10) = 1.250
       ipBins(11) = 1.3750
       ipBins(12) = 1.50
       ipBins(13) = 1.6250
       ipBins(14) = 1.750
       ipBins(15) = 1.8750
       ipBins(16) = 2.0
       ret = IpBlbShowSingleClass(14, ipBins(0), 16, 1)
                             IpBlbSaveClasses("C:\data\Dados_Classificados_16faixas.cnt",
S_APPEND+S_LEGEND)
       ret = IpBlbShow(0)
      ret = IpWsSave()
      ret = IpDocClose()
      ret = IpIOvrShow(0)
       ret = IpAnShow(0)
      Next i
Trecho de depuração de erros
       erro:
       If Err.Number<> 0 Then
              MsgBox "Erro! Verifique os valores digitados!"
              Err.Number=0
              GoTo volta
      End If
End Sub
Sub filtro()
       ret = IpWsLoad("C:\data\p01191.jpg","jpg")
       ret = IpFltShow(1)
```

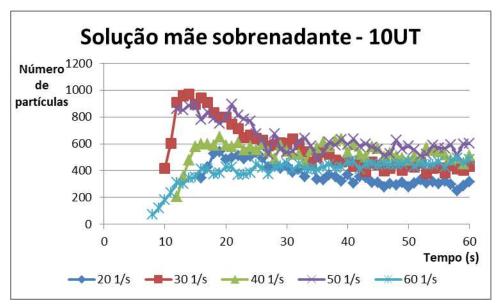
```
ret = IpFltRank(7, 0, 50, 1)
ret = IpFltShow(0)
```

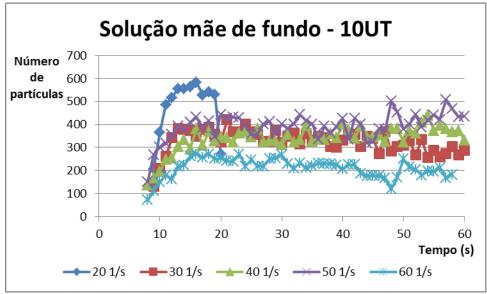
ANEXO 2

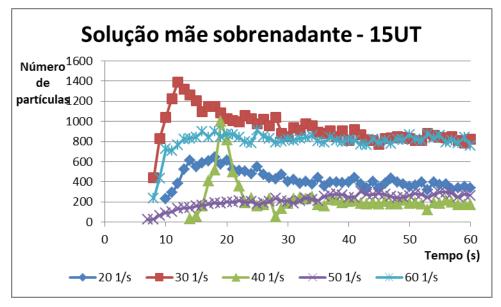
Número de partículas estratificadas no tempo de 1 minuto para todos os G_f , todos os valores de turbidez e para as duas águas de estudo.

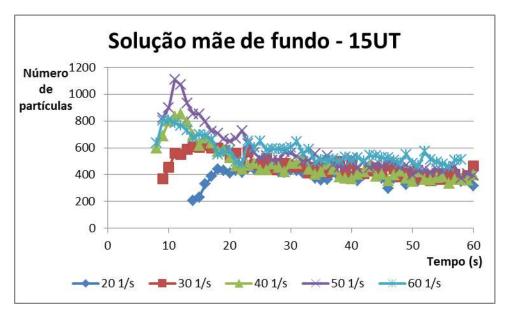


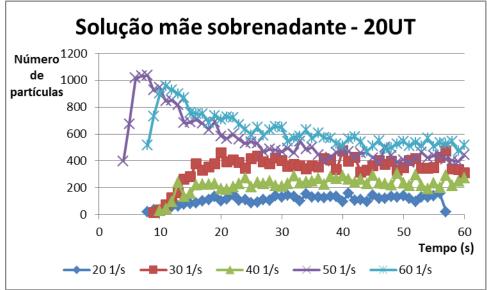


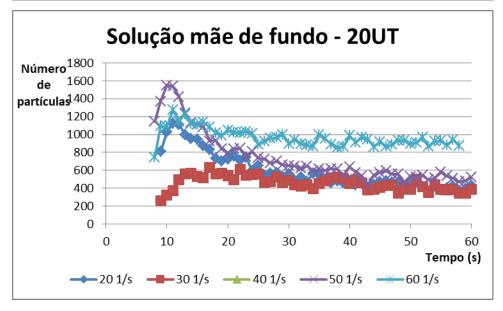


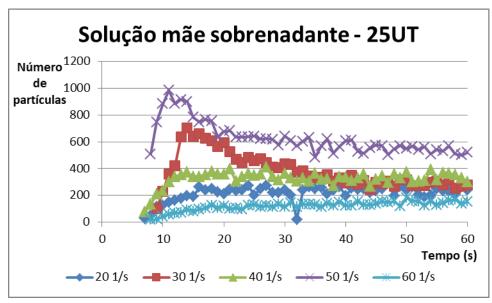


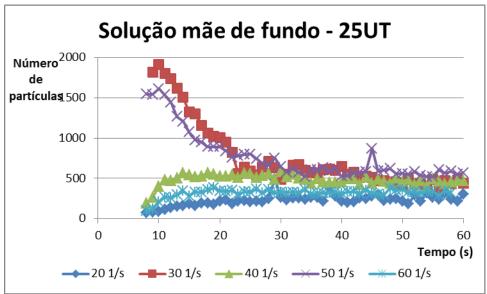












ANEXO 3

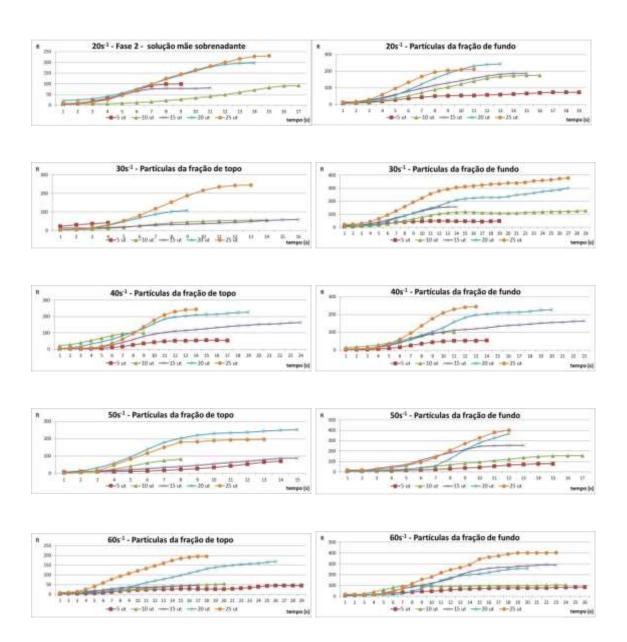
Valores literais de FI da Fase 2.

Suspensão Mãe Sobrenadante.

														20 s ⁻¹	topo														
Time (s)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
5 uT	6,3	10,2	18,9	31,6	49,2	70,7	91,6	98,3	98,6																				<u> </u>
10 uT	5,8	6,4	6,7	7,4	9,2	12,4	17,0	21,3	27,1	34,1	41,6	49,8	60,5	71,2	81,9	90,5	91,8												
15 uT	4,2	7,3	16,2	30,1	48,1	66,0	76,7	77,9	78,1	78,1	81,4																		
20 uT	22,3	24,1	30,2	41,6	56,9	77,1	98,5	121,0	141,6	161,1	179,9	191,1	195,9	198,3															
25 uT	8,0	9,7	14,4	26,4	46,5	70,3	96,8	125,5	145,8	164,3	182,9	200,3	217,3	227,5	230,4														
	$30\mathrm{s}^{-1}$ topo																												
5 uT	22,5	30,4	36,7	41,4																									
10 uT	4,0	4,9	6,5	10,7	16,8	24,9	33,6	41,1	45,6	48,9	52,6	54,1	55,2	55,9															
15 uT	12,7	13,2	13,3	16,1	19,7	24,1	28,8	32,0	34,0	36,9	39,8	43,2	48,3	53,5	57,6	58,5													
20 uT	4,2	5,7	12,9	27,3	47,9	69,3	87,3	101,4	107,7																				
25 uT	5,4	6,7	15,0	30,5	52,9	81,9	117,4	152,9	188,4	216,8	234,7	242,9	244,9																
	$40 \mathrm{s}^{-1} \mathrm{topo}$																												
5 uT	3,2	3,0	2,9	3,1	5,3	9,5	16,7	26,3	36,1	43,3	48,6	52,5	52,3	53,0	54,9	54,6	53,4												
10 uT	20,7	28,5	39,4	53,1	68,9	84,8	94,5	100,0	100,9																				
15 uT	3,8	4,1	5,5	7,8	13,9	26,2	41,2	59,7	78,0	93,5	103,1	111,9	115,5	120,4	125,1	133,3	139,1	143,1	147,3	152,7	155,4	156,5	162,4	163,7					
20 uT	5,1	8,4	18,0	32,2	43,8	60,8	82,1	103,4	126,4	158,5	184,3	198,2	204,0	210,1	211,9	213,1	218,7	225,3	227,2										
25 uT	5,8	5,7	6,1	7,5	17,2	35,2	61,5	95,4	136,6	177,8	210,7	230,0	241,4	245,1															
														50 s ⁻¹	topo														
5 uT	8,9	9,6	10,2	11,2	13,0	15,8	19,4	23,4	29,0	35,8	44,2	54,0	66,4	70,5															
10 uT	4,1	6,5	11,0	25,3	43,1	60,3	74,1	83,4																					
15 uT	9,4	12,0	15,1	19,3	24,3	29,4	35,2	40,9	47,5	55,2	64,0	72,0	80,0	88,1	88,6														
20 uT	8,5	15,2	32,2	58,9	95,1	139,2	179,2	204,1	220,0	229,9	233,8	237,5	244,8	249,9	253,1														
25 uT	5,4	8,6	15,2	48,5	82,9	117,7	150,7	181,2	183,0	189,0	194,0	195,7	196,7																
														60 s ⁻¹															
5 uT	3,4	3,6	4,0	4,5	5,5	8,1	11,9	15,7	18,8	21,7	24,1	25,2	26,2	27,4	28,1	28,0	27,5	27,1	26,8	27,6	29,1	31,7	34,9	38,9	42,9	44,5	45,6	45,8	45,5
10 uT	9,3	10,4	13,3	16,5	19,1	21,1	23,4	24,6	25,9	28,2	31,6	34,5	37,4	40,5	43,1	44,9	47,1	49,4	51,6	53,8								<u> </u>	
15 uT	3,0	3,5	5,3	9,8	16,3	23,1	29,1	34,0	36,5	36,7	36,6	37,7	39,4	41,5	43,6	45,2	47,3											<u> </u>	
20 uT	6,5	7,2	8,0	9,1	10,5	12,7	18,3	27,2	37,9	48,4	59,9	70,0	78,6	87,4	98,2	109,0	119,8	130,6	139,0	144,8	149,4	154,1	156,8	160,6	165,2	168,4			
25 uT	5,3	7,5	13,7	24,8	40,2	58,6	76,5	93,2	107,8	120,8	133,0	146,9	160,7	173,5	184,4	190,6	195,0	195,4											

Suspensão Mãe de Fundo.

														20 s ⁻¹ fur															
Time (s)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
5 uT	6,8	8,3	11,9	19,3	28,1	37,3	44,8	50,9	52,7	54,0	55,2	57,5	60,0	63,6	66,9	70,1	73,4	73,4	73,7	20	21		23	27	25	20	27		-27
10 uT	9,5	11.6	16.8	26.1	38,4	53,7	71,2	89,0	106.1	123,1	140.1	157.4	167,8	173,1	175.7	175,4	75,1	75,1	, , , ,										
15 uT	11.2	15.6	25.8	41.6	59,6	79,3	99,0	115,8	129,6	143,4	157.2	171,1	181,7	186,6	186.8														
20 uT	16,0	16.7	20.8	34.8	57,1	87,4	122,7	158,1	186,9	211,0	230,4	239,9	243,8	,-														[
25 uT	15,0	18,0	30,6	60,4	96,6	133,1	168,8	195,2	205,5	207,7	211,4	,-	-,-																
	30 s ⁻¹ fundo																												
5 uT	4,9	6,2	9,1	14,8	21,6	28,8	35,9	40,9	44,3	46,5	47,6	48,1	48,0	46,9	46,2	45,3	44,4	46,3	47,7										
10 uT	7,6	8,2	9,3	12,2	17,7	26,0	36,6	49,6	63,6	77,6	91,6	105,7	111,2	115,7	117,2	116,1	110,5	110,3	109,4	110,0	109,5	112,6	117,0	119,1	119,3	119,9	123,1	125,0	127,4
15 uT	10,9	14,1	19,5	28,4	40,6	55,8	72,1	89,5	106,9	124,3	141,7	151,5	157,2	157,2															
20 uT	15,0	15,6	16,4	19,4	27,6	45,2	69,0	86,9	108,1	129,5	147,0	163,2	190,1	208,1	219,9	224,6	229,5	228,8	229,7	236,8	248,2	254,4	262,3	273,1	281,4	287,0	300,6		
25 uT	19,9	22,6	30,1	43,6	65,7	93,2	125,2	158,7	192,8	224,5	256,2	278,9	291,5	305,8	312,3	316,7	323,4	330,1	333,6	340,8	340,5	343,4	355,9	360,9	364,9	374,3	378,4		
														40 s ⁻¹ fur	ido														
5 uT	3,0	2,9	3,1	5,3	9,5	16,7	26,3	36,1	43,3	48,6	52,5	52,3	53,0	54,9														<u> </u>	
10 uT	14,6	17,1	20,7	28,5	39,4	53,1	68,9	84,8	94,5	100,0	100,9																		
15 uT	4,1	5,5	7,8	13,9	26,2	41,2	59,7	78,0	93,5	103,1	111,9	115,5	120,4	125,1	133,3	139,1	143,1	147,3	152,7	155,4	156,5	162,4	163,7					<u> </u>	
20 uT	4,1	5,1	8,4	18,0	32,2	43,8	60,8	82,1	103,4	126,4	158,5	184,3	198,2	204,0	210,1	211,9	213,1	218,7	225,3	227,2									<u> </u>
														50 s ⁻¹ fur															
5 uT	5,9	6,4	7,5	10,0	13,7	17,4	22,4	28,8	35,9	44,0	54,1	64,2	70,6	75,2	77,5														
10 uT	8,6	9,0	10,7	16,6	25,4	37,0	51,2	66,9	80,9	94,9	108,9	122,9	137,1	146,7	154,2	156,6	155,6											 	<u> </u>
15 uT	8,1	10,1	32,2	51,9	67,8	111,0	151,2	184,1	213,1	246,5	251,4	254,0	255,2															\vdash	
20 uT	9,9	10,1	11,0	13,9 35.5	22,7	39,0	56,7	123,9	211,5	279,3	325,8	367,6																\vdash	
25 uT	16,3	17,5	22,3	33,3	59,0	89,7	134,7	207,0	271,9	327,9	378,0	402,1		60 s ⁻¹ fur	1.														
5 uT	6,1	7,5	11,3	17,2	24,0	29,5	34,9	39,3	42,9	46,8	53,0	59,3	65,5	60 s fur	72,7	74,6	76,4	76,1	76,5	75,9	76,3	78,1	81,0	83,3	84,6	85,4			
10 uT	9,5	11.2	21.1	41.2	61.7	80,3	95,8	101,7	96.3	92.2	90.6	91,2	92,2	94,0	96.1	98,0	97.2	96,4	98.0	98.7	99.4	100.4	103,1	103.8	04,0	03,4			
15 uT	7,7	8,1	9,8	15,5	28,6	49,4	71,9	86,0	103,4	121,0	138,3	161,3	198,7	225,7	246,0	259,9	266,1	268,6	276,8	281,8	286,5	290,6	288,5	103,6					
20 uT	13.2	12.7	12.5	12.5	12.6	14.0	22.7	44.0	75.4	112.5	146.5	173.3	190,7	200.6	208.0	219.9	234.8	249.6	257.0	257.8	200,3	270,0	200,3						
25 uT	16,9	17,3	17,8	19.4	25,5	41.7	74.8	117,8	155.8	176,3	217,4	246,5	265,5	292,6	342,3	361.3	374.7	389,1	400.3	401,9	401.1	401.4	403,0						
23 W I	10,9	17,3	17,0	17,4	43,3	41,/	74,0	117,0	155,6	170,3	217,4	240,3	200,0	474,0	342,3	301,3	314,1	307,1	+00,5	+01,9	401,1	401,4	405,0	l	L	L			Щ



 $ANEXO\ 4$ Dados estratificados da rampa formada pelo PDA.

		Suspensão mãe sol	orenac	lante	Suspensão mãe de fundo						
Gf	Turbidez	equação - linear	R²	ângulo	equação - linear	R²	ângulo				
	5 uT	y = 13,629x - 15,321	0,96	85,8	y = 3,8925x + 8,8526	0,93	75,6				
	10 uT	y = 5,9446x - 16,175	0,92	80,5	y = 13,312x - 17,231	0,97	85,7				
20	15 uT	y = 7,3776x - 0,5506	0,96	82,3	y = 14,304x - 7,4806	0,98	86,0				
	20 uT	y = 16,111x - 10,845	0,98	86,4	y = 22,969x - 35,73	0,97	87 <i>,</i> 5				
	25 uT	y = 18,641x - 31,384	0,98	86,9	y = 23,706x - 20,2	0,95	87,6				
	5 uT	y = 2,1458x + 26,437	0,90	65,0	y = 2,432x + 11,126	0,74	67,6				
	10 uT	y = 4,7916x - 3,4514	0,95	78,2	y = 4,5329x + 17,488	0,80	77,6				
30	15 uT	y = 3,3342x + 4,8823	0,99	73,3	y = 13,29x - 16,138	0,98	85,7				
	20 uT	y = 14,872x - 22,846	0,97	86,2	y = 12,066x - 1,6128	0,95	85,3				
	25 uT	y = 24,167x - 46,837	0,97	87,6	y = 14,881x + 35,517	0,89	86,2				
	5 uT	y = 4,2194x - 7,4611	0,91	76,7	y = 5,0177x - 8,524	0,94	78,7				
	10 uT	y = 11,276x + 9,2696	0,97	84,9	y = 10,236x - 4,8265	0,97	84,4				
40	15 uT	y = 8,0317x - 6,0938	0,94	82,9	y = 8,054x + 1,588	0,94	82,9				
	20 uT	y = 14,518x - 11,939	0,94	86,1	y = 14,289x - 23,256	0,94	86,0				
	25 uT	y = 22,599x - 64,078	0,93	87,5	y = 24,417x - 57,834	0,95	87,7				
	5 uT	y = 4,8556x - 7,0378	0,89	78,4	y = 5,836x - 11,124	0,95	80,3				
	10 uT	y = 12,607x - 18,255	0,96	85,5	y = 11,196x - 19,4	0,98	84,9				
50	15 uT	y = 6,1777x - 4,0153	0,98	80,8	y = 24,87x - 32,818	0,96	87,7				
	20 uT	y = 19,771x + 1,9098	0,90	87,1	y = 34,837x - 103,84	0,85	88,4				
	25 uT	y = 19,143x - 13,341	0,91	87,0	y = 39,506x - 93,302	0,93	88,6				
	5 uT	y = 1,5455x + 1,7912	0,94	57,1	y = 3,3166x + 10,901	0,92	73,2				
	10 uT	y = 2,3924x + 6,1692	1,00	67,3	y = 3,213x + 41,926	0,58	72,7				
60	15 uT	y = 2,9147x + 2,5028	0,91	71,1	y = 15,763x - 28,721	0,96	86,4				
	20 uT	y = 7,7701x - 21,141	0,97	82,7	y = 16,223x - 46,836	0,94	86,5				
	25 uT	y = 12,899x - 15,436	0,98	85,6	y = 22,353x - 43,86	0,95	87,4				