

**LIBEL PEREIRADA FONSECA**

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS OPERACIONAIS DO PROCESSO DE SEPARAÇÃO  
PETRÓLEO-ÁGUA, UTILIZANDO FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS  
UNIDADE ACADÊMICA CENTRO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA  
MACEIÓ, 2010**

**LIBEL PEREIRA DA FONSECA**

**ESTUDO DAS VARIÁVEIS OPERACIONAIS DO PROCESSO DE SEPARAÇÃO  
PETRÓLEO-ÁGUA, UTILIZANDO FLOTAÇÃO POR AR DISSOLVIDO**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientação:

Prof. Dr. João Inácio Soletti

**MACEIÓ, 2010**

**Catálogo na fonte**  
**Universidade Federal de Alagoas**  
**Biblioteca Central**  
**Divisão de Tratamento Técnico**

**Bibliotecária Responsável: Helena Cristina Pimentel do Vale**

F676e Fonseca, Libel Pereira da.  
Estudo das variáveis operacionais do processo de separação petróleo-água, utilizando flotação por ar dissolvido / Libel Pereira da Fonseca. – 2010.  
57 f. : il., tabs., graf.

Orientador: João Inácio Soletti.  
Co-Orientadora: Sandra Helena Vieira de Carvalho.  
Dissertação (mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Alagoas. Centro de Tecnologia. Maceió, 2010.

Bibliografia: f. 55-57.

1. Petróleo. 2. Água. 3. Indústria petrolífera. 4. Flotação por ar dissolvido.  
I. Título.

CDU: 665.6

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus, pela minha existência com saúde;

Agradeço ao professor Johnny pela orientação, paciência e constante estímulo e a professora Sandra pelas valiosas críticas;

Agradeço ao pessoal do LASSOP, em especial, Diogo e Alex pela ajuda na parte prática e análises;

Agradeço à minha esposa Margarete pela companhia amorosa, paciência e incentivo em todos os momentos e aos meus filhos, Ana Luisa, Julia e Yuri pela presença constante em minha vida.

Agradeço aos meus pais, Adeilda e José, pelo amor e pelas oportunidades à educação.

Agradeço à todos os meus familiares que sempre me incentivaram a seguir estudando, em especial à Tia Héliida;

À minha irmã Fernanda pela ajuda na finalização deste trabalho.

Agradeço também à FAPEAL e ao CNPq pelo aporte financeiro.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. Diagrama genérico de processamento primário de petróleo.....	14
FIGURA 2. Unidade de separação por flotação com ar dissolvido com configuração contracorrente.....	26
FIGURA 3. Detalhe da coluna de flotação e do vaso de pressão com setas indicando o fluxo do efluente .....	27
FIGURA 4. Detalhe do movimento do fluido no interior da coluna de flotação com chicanas.....	30
FIGURA 5. Detalhe da chicana utilizada na coluna de flotação.....	30
FIGURA 6. Resultado da flotação – Corrida 1A.....	35
FIGURA 7. Resultado da flotação – Corrida 1B.....	36
FIGURA 8. Resultado da flotação – Corrida 2A.....	37
FIGURA 9. Resultado da flotação – Corrida 2B.....	38
FIGURA 10. Resultado da flotação – Corrida 3A.....	39
FIGURA 11. Resultado da flotação – Corrida 3B.....	40
FIGURA 12. Resultado da flotação – Corrida 4A.....	41
FIGURA 13. Resultado da flotação – Corrida 4B.....	42
FIGURA 14. Resultado da flotação – Corrida 5A.....	43
FIGURA 15. Resultado da flotação – Corrida 5B.....	44
FIGURA 16. Resultado da flotação – Corrida 6A.....	45
FIGURA 17. Resultado da flotação – Corrida 6B.....	46
FIGURA 18. Resultado da flotação – Corrida 7A.....	47
FIGURA 19. Resultado da flotação – Corrida 7B.....	47
FIGURA 20. Resultado da flotação – Corrida 8A.....	48
FIGURA 21. Resultado da flotação – Corrida 8B.....	49
FIGURA 22. Resultado da flotação com chicanas – Corrida 9.....	52

FIGURA 23. Resultado da flotação com chicanas – Corrida 10.....	52
FIGURA 24. Resultado da flotação com chicanas – Corrida 11.....	53

## LISTA DE TABELAS

TABELA 1. Usos e objetivos da flotação (TESSELE, ROSA & RUBIO, 2004).....	17
TABELA 2. Eficiências de diferentes processos de separação de óleo (SANTANDER, 1998).....	19
TABELA 3. Principais técnicas utilizadas para o planejamento experimental (BARROS, <i>et al.</i> , 2003).....	24
TABELA 4. Características das emulsões sintéticas geradas. ....	28
TABELA 5. Matriz de planejamento para 3 variáveis manipuladas em dois níveis.....	31
TABELA 6. Matriz de experimentos para configuração contracorrente.....	33
TABELA 7. Matriz de experimentos com resultados em termos do percentual de remoção de óleo. ....	34
TABELA 8. Valores do R-quadrado para as curvas de ajuste de alimentação e saída B....	50
TABELA 9. Resultados dos experimentos utilizando chicanas, em termos do percentual de remoção de óleo. ....	51

## RESUMO

Na indústria do petróleo, a mistura de óleo e água (água oleosa) acontece nos estágios de produção, transporte, terminais e refinação, assim como, durante a utilização do óleo e de seus derivados. Mais especificamente na etapa de produção de petróleo, é comum o aparecimento de água proveniente do aquífero localizado numa zona inferior da formação produtora ou, então, do mecanismo de recuperação secundária por injeção de água. Um dos grandes problemas enfrentado pela indústria do petróleo é a especificação da água para reinjeção nos poços de petróleo e/ou gás natural. A eficácia do tratamento deste tipo de efluente pelo processo de separação por flotação foi comprovada pela literatura. O objetivo deste trabalho é estudar os efeitos individuais e de interação de algumas variáveis operacionais para uma coluna flotante utilizada na separação da emulsão sintética petróleo-água, visando aumentar a eficiência do processo de flotação por ar dissolvido – FAD. As variáveis estudadas para escala piloto foram a concentração inicial do efluente, a vazão de alimentação e a razão de recirculação (recirculado/alimentação). O desempenho do sistema de separação foi medido através do teor de óleos e graxas (TOG) do efluente. Analisando os efeitos individuais das variáveis estudadas, a partir de um planejamento de experimentos fatorial, foi observado que a variável de maior influência sobre o percentual de remoção é a vazão de alimentação e que a interação entre vazão e recirculação é bastante significativa. A utilização de chicanas na coluna de flotação aumentou a eficiência do processo de flotação por ar dissolvido.

**PALAVRAS-CHAVE:** Flotação; Separação petróleo-água; FAD.

## ABSTRACT

In the petroleum industry, the mixture of oil and water (oily water) is in the stages of production, transportation, terminals and refining as well as during the use of oil and its derivatives. More specifically in the stage of oil production, is the common appearance of water from the aquifer in an area located below the producing formation, or the mechanism of secondary recovery by injection of water. A major problem faced by the petroleum industry is the specification of water for reinjection in oil wells and / or natural gas. The effectiveness of this type of effluent treatment by the process of separation by flotation was confirmed by the literature. The aim of this study is the individual effects and interaction of some operating variables for a Floating column used in the separation of synthetic oil-water emulsion, to enhance the efficiency of the dissolved air flotation - FAD. The variables studied were the pilot scale for initial concentration of the effluent, the flow of food and rate of reflux (recirculated / food). The performance of the separation system was measured by the content of oils and greases (Tog) of effluent. Analyzing the effects of individual variables from a factorial design of experiments, we observed that the variable of greatest influence on the rate of removal is the flow of food and that the interaction between flow and reflux is quite significant.

KEY WORDS: Flotation; oil-water separation; FAD.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	11
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
2.1 Tratamento primário de petróleo .....	14
2.2 Formação de emulsões óleo-água.....	15
2.3 Estabilização da emulsão óleo-água.....	16
2.4 Desestabilização da emulsão óleo-água.....	16
2.5 Processos de separação óleo-água.....	16
2.5.1 Processos de flotação.....	16
2.5.1.1 Flotação convencional.....	18
2.5.1.2 Flotação por ar induzido ou disperso.....	19
2.5.1.3 Flotação por ar dissolvido.....	20
2.5.1.4 Eletroflotação.....	21
2.5.1.5 Coagulação e floculação.....	21
2.6 Uso de chicanas ou defletores em colunas de flotação.....	23
2.7 Planejamento experimental.....	23
3 METODOLOGIA.....	25
3.1 Operação da planta piloto de separação .....	25
3.1.1 Geração de emulsão .....	27
3.1.2 Geração de bolhas .....	28
3.1.3 Coluna de flotação.....	29
3.2 Estudo da utilização de chicanas na coluna de flotação.....	29
3.3 Metodologia experimental .....	30
3.4 Curvas de ajuste.....	31
3.5 Métodos analíticos.....	32
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	33

4.1 Discussão dos resultados da influência das variáveis: concentração de óleo na alimentação, vazão de alimentação e razão de recirculação, avaliadas a partir do planejamento experimental.....	33
4.2 Discussão dos resultados da introdução de chicanas na coluna de flotação.....	50
5 CONCLUSÕES.....	54
REFERÊNCIAS .....	55

## 1 INTRODUÇÃO

Na última década, a geração de resíduos sólidos e líquidos tem aumentado substancialmente devido ao aumento da atividade industrial que está diretamente ligada ao crescimento econômico. Na mesma proporção, tem aumentado as pressões de organismos internacionais e governamentais com o objetivo de minimizar a geração destes resíduos através do aumento da eficiência dos processos e do estudo de tecnologia limpas, com o mínimo de impacto no meio ambiente. Para grande parte dos processos industriais, a geração de resíduos é inevitável, por mais eficiente que seja o processo. Assim, surge a necessidade do tratamento destes efluentes visando prioritariamente à reciclagem e reutilização e, em caso de descarte diminuir os efeitos negativos ao ambiente.

De acordo com o relatório anual do programa Atuação Responsável da ABIQUIM (2008), a reciclagem de efluentes aumentou em cerca de 30% entre os anos de 2001 e 2007.

Na indústria em geral, é muito comum a ocorrência de água residual contaminada com óleo proveniente de diversas fontes, tais como: refinarias de petróleo, branqueamento de papel, processamento de alimentos, plantas petroquímicas, limpeza de tanques, centrais de lavanderias industriais, plantas de ferro e aço, fábricas de sabão, processamento de soja, fabricação de alumínio, dentre outros.

Na produção de petróleo, é comum o aparecimento de água proveniente do aquífero localizado numa zona inferior da formação produtora, ou então, do mecanismo de recuperação secundária por injeção de água (RAMALHO, 2000), mas a maior fonte geradora da água oleosa são as águas de formação produzidas junto com o petróleo.

Entre os principais problemas existentes no tratamento de efluentes oriundos da extração e processamento do petróleo destaca-se a separação de suspensões sólidas e emulsões ou de partículas coloidais de petróleo presentes no efluente (LEITE, 2008).

O tratamento deste efluente envolve maiores preocupações visto que são geradas grandes quantidades de água oleosa durante a exploração de poços de petróleo. A quantidade de água produzida associada com o óleo varia muito, podendo alcançar

valores da ordem de 50% em volume ou até mesmo 100% ao fim da vida econômica dos poços. (SOUZA FILHO, 2002 citado por LEITE, 2008)

De acordo com a resolução do CONAMA nº 357/2005, de 17 de março de 2005, que estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, o teor de óleos minerais não deverá ultrapassar 20 mg/L (CONAMA, 2005).

Além da questão ambiental, o tratamento do efluente oleoso é estimulado pela possibilidade do reuso da água e recuperação do petróleo. Esta preocupação tem resultado, entre outras coisas, no estudo de novas tecnologias para o tratamento de efluentes líquidos contendo poluentes orgânicos e óleos (SANTANDER, 1998).

Um dos problemas enfrentados pela indústria de exploração de petróleo é a especificação da água para reinjeção nos poços de petróleo e/ou gás natural, que deve conter no máximo 5 ppm de óleo. Teores maiores de óleo provocam o tamponamento da rocha, obstruindo os poros da rocha e reduzindo, ou mesmo anulando a produção do poço. Portanto, é de suma importância a utilização de equipamentos de separação óleo-água de maneira eficiente. Além disto, esta separação é necessária durante a extração da emulsão petróleo-água, visando melhorar a qualidade do efluente descartado.

O objetivo do tratamento da água é recuperar parte do óleo nela presente e condicioná-la para reinjeção ou descarte. Segundo Lima *et al.* (2005), os processos de tratamento de efluentes oleosos dependem de muitos fatores, entre os quais estão o volume de água produzida, a localização do campo de extração de petróleo e os limites estabelecidos pela legislação ambiental. Além disso, os processos utilizados devem apresentar baixo custo operacional e alta eficiência para que possam ser viáveis.

A flotação surge como um eficiente processo de tratamento de efluentes oleosos pois é uma operação unitária utilizada para a separação de uma fase sólida ou líquida emulsionada em uma fase líquida, através da introdução de pequenas bolhas de gás, as quais, aderindo à superfície das partículas aumentam seu empuxo, provocando assim, a ascensão das mesmas, em direção a superfície da fase líquida, podendo então ser devidamente coletadas. A presença em suspensão de partículas, sem velocidade significativa de decantação ou ascensão, e a baixa diferença de densidade entre as fases, são fatores limitantes para o uso da decantação como processo de

separação, sendo possível na maioria dos casos, a utilização da flotação. Diversos trabalhos da literatura comprovam a eficácia da tecnologia de flotação no tratamento de efluentes contendo emulsões estáveis de óleo em água. As técnicas de flotação podem utilizar ar induzido, eletrólise ou ar dissolvido. A eletrocoagulação surge como um processo recente que, segundo Leite (2008), apresenta alta eficiência de remoção.

O objetivo desta dissertação é estudar o processo de flotação por ar dissolvido (FAD) aplicado ao tratamento de água produzida ou água oleosa (contaminada por petróleo) da indústria do petróleo. Este estudo foi desenvolvido utilizando uma planta piloto composta por um vaso de pressão e uma coluna de flotação, projetada e construída no LASSOP (Laboratório de Sistemas de Separação e Otimização de Processos).

Portanto, espera-se:

- Determinar os efeitos individuais das variáveis: concentração inicial de óleo no efluente, vazão de alimentação, razão de recirculação (recirculado/alimentação) para configuração contracorrente, bem como os efeitos da interação destas variáveis sobre o percentual de remoção de óleo utilizando o processo de FAD (Flotação por Ar Dissolvido);
- Avaliar o efeito sobre o percentual de remoção de óleo da introdução de chicanas (defletores) na coluna de flotação;
- Avaliar o desempenho da coluna de flotação em relação às variáveis estudadas;
- Determinar a melhor condição operacional que proporcione o maior percentual de remoção de óleo.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Tratamento primário de petróleo

O processamento primário dos fluidos do petróleo consiste na separação entre o óleo, a água, o gás e as partículas em suspensão, no condicionamento dos hidrocarbonetos para que possam ser transferidos para as refinarias, e no tratamento da água para reutilização (NBR 14063, 1998).

Diversos equipamentos denominados separadores são utilizados num sistema de tratamento primário de petróleo. Estes separadores têm a função de separar as diferentes fases dos fluidos (óleo, gases e água). O diagrama esquemático do processamento primário de petróleo pode ser visto na Figura 1.

Figura 1. Diagrama genérico de processamento primário de petróleo

FONTE:

Estes fluidos passam inicialmente por um separador onde os gases são separados do petróleo e da água. Estes últimos são destinados a um novo separador onde a água é separada do petróleo que é, então, enviado para o refino.

## 2.2 Formação de emulsões óleo-água

Segundo Santander (1998), o óleo pode ser encontrado nos efluentes líquidos de quatro formas: livre, disperso, emulsificado e dissolvido.

- a) Óleo livre: representa as dispersões grosseiras constituídas por gotas com diâmetro superior a 150 $\mu\text{m}$ . Nesta forma, o óleo é facilmente removido por meio de processos convencionais de separação gravitacional;
- b) Óleo disperso: normalmente com diâmetro de gotas entre 50 a 150 $\mu\text{m}$ , também podem ser removidos por processos gravitacionais. Contudo a eficiência de separação neste caso dependerá fundamentalmente da distribuição de diâmetro de gotas e da presença de agentes desestabilizantes; Segundo Oliveira (1995) a melhor eficiência será obtida na separação de óleo com gotas de diâmetros maiores.
- c) Óleo emulsificado: o diâmetro das gotas está normalmente abaixo de 50 $\mu\text{m}$ , o que dificulta sua remoção por meios gravitacionais. Geralmente, o tratamento de óleo emulsificado requer processos tais como flotação auxiliada por agentes desestabilizantes.
- d) Óleo dissolvido: de remoção extremamente difícil, sua remoção requer o uso de processos químicos e biológicos.

As emulsões se formam quando dois líquidos imiscíveis em contato são submetidos à forte agitação, em que um deles é disperso no outro sob a forma de gotículas.

A emulsificação do óleo ocorre devido ao escoamento turbulento ou a ação cisalhante imposta pelas bombas, válvulas, restrições hidráulicas e outros equipamentos, nos processos de produção, refino e transporte. No estágio de produção, as partículas finamente divididas, oriundas da própria formação geológica, assim como, os produtos químicos residuais utilizados na desestabilização de emulsões água-óleo, e as moléculas surfactantes naturais do petróleo podem aumentar a proporção e a estabilidade do óleo emulsificado nas águas oleosas (FONSECA, 1999).

No processo de refino, a água contendo óleo livre, emulsificado ou disperso tem origem em vazamentos dos equipamentos de refrigeração, condensado de operações de retificação dos vapores, águas de lavagem da dessalinização do óleo cru e tratamento de outros subprodutos (SANTANDER, 1998).

### **2.3 Estabilização da emulsão óleo-água**

A estabilidade de uma emulsão está ligada a diversos fatores. Entre os mais importantes estão a intensidade da agitação ou acidente mecânico, tipo e quantidade de agente emulsificante, tamanho das gotículas de água, quantidade da fase dispersa (água), viscosidade do óleo, presença de sólidos e “idade” da emulsão (LEITE, 2008).

### **2.4 Desestabilização da emulsão óleo-água**

A desestabilização ou quebra das emulsões ocorre com a destruição do emulsificante, a coalescência e sedimentação das gotículas de água (LEITE, 2008).

### **2.5 Processos de separação óleo-água**

Os processos de separação óleo-água são indispensáveis para a indústria de petróleo em geral, tanto para tratar os efluentes, como parte do processo de tratamento primário do petróleo.

#### **2.5.1 Processos de flotação**

Em 1904, foi proposto pela primeira vez o uso de eletrólise para gerar bolhas para “flotar” minerais (KOREN & SYVERSEN, 1995).

Atualmente, os processos de flotação são amplamente utilizados na indústria de minérios. Além da indústria de mineração, a flotação é utilizada para tratamento de

água de abastecimento e tratamento de águas residuárias, principalmente na indústria metalúrgica, de papel e celulose e de petróleo.

A Tabela 1 mostra os principais usos e objetivos da flotação como processo unitário e como pré-tratamento associado a outros métodos conforme citado por Tessele *et al* (2004).

Tabela 1 – Usos e objetivos da flotação (TESSELE *et al*, 2004)

Uso	Objetivo
<b>Águas</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Abastecimento</li> <li>• Lazer (lagos, rios e barragens)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Remoção de Fe, Mn, turbidez, cor e SST (sólidos solúveis totais)</li> <li>• Remoção de algas, óleos, SST, turbidez e cor;</li> </ul>
<b>Esgotos</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pré-tratamento</li> <li>• Pós-tratamento</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Remoção de gorduras, SST, particulados grosseiros (DBO insolúvel)</li> <li>• Remoção de nutrientes (NH<sub>3</sub>, P), SST, turbidez, algas e cor;</li> </ul>
<b>Efluentes industriais</b>	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Remoção de gorduras, SST, particulados grosseiros (DBO insolúvel) e fibras</li> <li>• Remoção de nutrientes (NH<sub>3</sub>, P), SST, turbidez, algas, cor, metais precipitados, óleos, microorganismos, pigmentos, compostos orgânicos e macromoléculas</li> <li>• Reuso e reaproveitamento de água de processo;</li> </ul>
<b>Outros</b>	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Tratamento de minério, celulose, papel, reutilização de tintas, plásticos e química analítica.</li> </ul>

De modo geral o processo de flotação pode ser classificado em: flotação convencional ou gravitacional, flotação por ar induzido (FAI) ou disperso, flotação por ar dissolvido (FAD) e eletroflotação.

Com exceção da flotação convencional, os demais processos de flotação utilizam bolhas de ar ou gás para acelerar o processo de flotação, uma vez que as bolhas de

ar ou gás aderem às partículas de óleo, fazendo com que o conjunto bolhas/partículas chegue mais rápido a superfície.

O processo de flotação com bolhas consiste basicamente de quatro etapas: geração da bolha, contato entre a bolha e a partícula de óleo, adsorção da bolha a superfície da partícula e ascensão do conjunto bolha/partícula.

A velocidade de flotação depende de vários parâmetros, sendo os mais importantes: tensão superficial entre a água, partículas e as bolhas; diâmetro das bolhas, tamanho das partículas; tempo de residência da água na célula de flotação; potencial zeta das partículas e bolhas, distribuição do tamanho de partículas e temperatura e pH (KOREN & SYVERSEN, 1995).

#### **2.5.1.1 Flotação convencional**

A flotação convencional é utilizada como tratamento primário e envolve processos físicos e físico-químicos que removem sólidos em suspensão e óleo livre e disperso (SANTANDER, 1998).

Para esta etapa, são utilizados separadores gravitacionais do tipo API (projetados segundo as normas da *American Petroleum Institute*) e PPI (*Parallel Plate Interceptor*).

Os separadores tipo API são tanques de decantação retangulares cujo processo de separação é baseado na diferença de massa específica entre as fases envolvidas (óleo/água). A eficiência do processo de separação depende das condições hidráulicas do tanque e do tempo de retenção (SANTANDER, 1998).

Os separadores PPI se fundamentam na circulação do fluxo de água contendo gotas de óleo entre placas paralelas inclinadas e próximas entre si, de modo que as gotas de óleo se aglomeram nas faces inferiores das placas para deslizarem por estas, até alcançarem a superfície da água (SANTANDER, 1998).

Os separadores gravitacionais são frequentemente utilizados para separação do óleo livre e disperso da água, mas a medida que o tamanho das gotas diminui, esta técnica de separação se torna muito ineficiente (ROSA, 2003). Outra desvantagem da flotação

convencional é a necessidade de grandes áreas para garantir o tempo de retenção para uma eficiência mínima.

A flotação convencional é comumente usada para separação óleo/água em efluentes com elevadas concentrações de óleo, sendo necessária ainda a utilização de agentes coagulantes para acelerar a separação (LEITE, 2008).

Para melhorar a qualidade destes efluentes, isto é, para diminuir a concentração de óleo e de sólidos em suspensão, os efluentes provenientes dos separadores gravitacionais são enviados para unidades de flotação não-convencional (FAD ou FAI) onde podem ser utilizados agentes de coagulação.

A Tabela 2 apresenta os valores relativos à eficiência dos processos de flotação.

Tabela 2 – Eficiências de diferentes processos de separação de óleo (SANTANDER, 1998)

Tratamento	Origem do efluente	Remoção, %	
		Óleo livre	Óleo emulsionado
Separador API	Efluente cru	60-99	Não
FAD ou FAI, sem produtos químicos.	Efluente API	70-95	10-40
FAD ou FAI, com produtos químicos.	Efluente API	75-95	50-90

### 2.5.1.2 Flotação por ar induzido ou disperso

Na flotação por ar induzido (FAI) as bolhas são geradas mecanicamente utilizando-se um compressor para injetar ar na célula de flotação (KOREN & SYVERSEN, 1995).

Segundo Rubio *et al.* (2002), no processo de FAI, o gás e o líquido tornam-se altamente misturados, formando gotas com diâmetro de 700 – 1500  $\mu\text{m}$ .

As principais limitações da FAI são a distribuição de bolhas de ar não uniforme e o elevado diâmetro das bolhas de ar geradas. Segundo Koren & Syversen (1995), bolhas de ar pequenas são mais eficientes que bolhas de ar maiores uma vez que tem

maior superfície de contato por unidade de volume. Além disso, as bolhas de ar pequenas têm maior tempo de residência uma vez que tem menor empuxo. Isso aumenta a possibilidade de colisão entre as bolhas de ar e as partículas de óleo.

### 2.5.1.3 Flotação por ar dissolvido

A flotação por ar dissolvido é um método eficiente para remoção de partículas, de baixa densidade, de uma suspensão e para clarificação de águas com baixa turbidez e alta coloração onde flocos leves são produzidos (AL SHAMRANI *et al.*, 2002a).

Al Shamrani *et al* (2002a) mostrou que a FAD é capaz de remover a maioria dos óleos de efluentes de refinarias que foram quimicamente pré-tratados. Este trabalho sugere que o processo de FAD pode ser eficiente para tratamento de *DOC (dissolved organic carbon)* e redução da turbidez quando cloreto férrico e de alumínio são usados como agentes coagulantes.

O ar é dissolvido a altas pressões em um saturador e pequenas bolhas são formadas quando a água chega à célula de flotação que está a pressão atmosférica. As microbolhas aderem às partículas em suspensão aumentando o seu empuxo fazendo com que ascendam até a superfície da fase líquida de onde podem ser coletadas.

As cargas elétricas das partículas e das bolhas são também importantes no processo de FAD, sendo o pré-tratamento químico, essencial para a alta eficiência do processo.

Segundo Wang citado por Al Shamrani *et al* (2002b), o processo de FAD pode ser operado de três formas diferentes:

- Flotação com pressurização total – todo o efluente é pressurizado e então liberado no tanque de flotação onde as bolhas são formadas. Geralmente é usado para partículas que não necessitam de floculação, mas requer em grande volume de bolhas de ar;
- Flotação com pressurização parcial – parte do efluente é pressurizado e introduzido diretamente na coluna flotante. É empregado quando as partículas suspensas são suscetíveis aos efeitos cisalhantes na bomba de pressão e

também onde as partículas suspensas têm baixa concentração e assim requerem pouco ar.

- Flotação com recirculação (recirculação pressurizada) – parte do efluente tratado é pressurizado e recirculado para o tanque de flotação. Geralmente empregados onde são necessárias coagulação e floculação. Segundo a literatura, esta é a configuração mais usada para diversas aplicações, incluindo remoção de óleo.

A razão de recirculação, que é a razão entre a quantidade de efluente tratado que retorna ao processo e a quantidade de efluente que entra no processo, ou fluxo de água saturada deve ser alta bastante para garantir uma rápida queda de pressão e para prevenir o fluxo inverso e o crescimento das bolhas nas proximidades do sistema de injeção.

A quantidade de ar disponível para o processo de FAD é controlada tanto pela pressão no saturador quanto pelo volume de recirculação ou água saturada. Zabel citado por Al Shamrani *et al* (2002b) conclui que a melhor maneira para controlar e variar a quantidade de ar é através da razão de recirculação.

#### **2.5.1.4 Eletroflotação**

A eletroflotação é um processo que consiste na geração eletroquímica de bolhas de gás na base de um reator eletroquímico que propicia a separação e remoção das partículas coloidais presentes no efluente. Os principais gases gerados são hidrogênio ( $H_2$ ), oxigênio ( $O_2$ ) e gás cloro ( $Cl_2$ ).

#### **2.5.1.5 Coagulação e floculação**

O uso de desemulsificantes, como pré-tratamento de emulsão óleo-água é baseado na adição de componentes químicos que reduzem os efeitos repulsivos da lei da dupla camada elétrica, permitindo o crescimento das gotas de óleo.

Al Shamrani et al (2002b) afirma que gotas de óleo com grande diâmetro, na presença de sais inorgânicos, são essenciais para a rápida separação de óleos emulsificados.

Contudo, ainda não estão claras quais as condições ótimas de floculação para o processo de FAD. Alguns trabalhos indicam que longos tempos de floculação não são necessários, visto que uma boa separação pode ser obtida com curtos tempos de residência, geralmente 5-15 min para diâmetros entre 10-30 $\mu$ m (GU & CHIANG, 1999).

O processo de coagulação envolve a adição de um fluido coagulante seguido da mistura rápida para desestabilizar a emulsão. A desestabilização das partículas ocorre durante a redução do potencial *zeta*, que é a medida da carga das partículas do colóide. Um potencial *zeta* alto causa grandes forças de repulsão entre as partículas do colóide, resultando suspensões coloidais estáveis. O autor sugere que o decréscimo do valor absoluto do potencial *zeta* faz com que as bolhas tornem-se positivamente carregadas. Com a adição de um coagulante, sulfato de alumínio, por exemplo, o óleo permanece negativamente carregado enquanto as bolhas ficam positivas. Em decorrência das cargas opostas, as interações entre bolhas e cargas aumentam, melhorando a eficiência de flotação (TANSEL & PASCUAL, 2004).

Al Shamrani *et al* (2002b) investigou a função do sulfato de alumínio e sulfato férrico como agentes desestabilizantes da emulsão óleo-água. Os resultados indicam a importância do pH e da concentração do coagulante na remoção do percentual de óleo de 99,3 % [ $Al_2(SO_4)_3$ ] para pH 8,0 e de 99,94 % [ $Fe_2(SO_4)_3$ ] para pH 9,0. Os coagulantes se mostraram eficientes como agentes desestabilizantes, facilitando a remoção da maioria do óleo contido no efluente. No mesmo trabalho, Al Shamrani *et al* (2002a) também mostrou que o potencial *zeta* das gotas aumenta com o acréscimo da concentração do sulfato de alumínio e mudança de carga é observada na dosagem de 50-100 mg/L e reflete o papel da neutralização da carga na desestabilização das gotas de óleo. Como esperado, os resultados sugerem que um incremento adicional na dosagem do coagulante  $Al_2(SO_4)_3$  a partir de 100 mg/L aumenta o residual de óleo no efluente. Resultados similares foram obtidos com o  $Fe_2(SO_4)_3$ . Por fim, Al Shamrani *et al* (2002b) sugere que as condições ótimas para a melhor remoção são mais sensíveis ao pH do que a dosagem de coagulante. Contudo, o uso de coagulantes durante o processo de FAD visa melhorar a eficiência de remoção.

Tansel & Pascual (2004) utilizando coagulação seguida de flotação por ar dissolvido mostrou que o uso do coagulante não teve efeito significativo para a obtenção de efluente com concentração de óleo abaixo de 5 mg/L.

## **2.6 Uso de chicanas ou defletores em colunas de flotação**

A função principal das chicanas ou defletores é criar zonas de baixa pressão no interior da coluna, possibilitando a recirculação do fluido que encontra-se próximo as paredes da coluna.

Chiang *et al* (1999) mostrou que a instalação de chicanas no interior da coluna de flotação cria regiões de fluxo rápido e circular durante a flotação, isto conduz a uma distribuição mais uniforme de bolhas de ar ao longo da coluna com significativo incremento na mistura e contato entre as bolhas de ar e as gotículas de óleo.

## **2.7 Planejamento experimental**

A experimentação tem o objetivo de entender melhor o processo em estudo e dessa forma melhorar (otimizar) as condições de operação. Um dos problemas mais frequentes para quem realiza experimentos é determinar a influência de uma ou mais variáveis sobre as outras variáveis de interesse (BARROS *et al*, 2003).

O principal objetivo do planejamento de experimentos é, através de princípios estatísticos, extrair do sistema em estudo, o máximo de informação útil, realizando o mínimo de experimentos possíveis e assim determinar a interação entre variáveis de forma racional e econômica.

Apesar de ser comumente aceito que modificando uma variável e mantendo outras constantes se pode encontrar o valor ótimo desta variável, o valor verdadeiro só seria encontrado em circunstâncias especiais. Segundo Barros *et al* (2003) é muito melhor fazer variar todos os fatores ao mesmo tempo, pois as variáveis podem se influenciar mutuamente e, o valor ótimo de uma variável pode depender do valor de outra. Essa interação entre as variáveis ocorre com muita frequência.

A análise dos dados a partir do planejamento fatorial de experimentos informa não só a estimativa dos efeitos de cada variável, mas também da combinação de efeitos (interação) dos parâmetros. O efeito de cada parâmetro influencia o desempenho do processo, mas também a combinação destes efeitos causa mudanças no processo.

A Tabela 3 mostra as principais técnicas utilizadas para o planejamento experimental.

Tabela 3 – Principais técnicas utilizadas para planejamento experimental (BARROS *et al*, 2003).

<b>Objetivo</b>	<b>Técnica</b>
Triagem de variáveis	Planejamento fracionário
Avaliação da influência de variáveis	Planejamento fatorial completo
Construção de modelos empíricos	Modelagem por mínimos quadrados
Otimização	RSM, simplex
Construção de modelos mecanísticos	Dedução a partir de princípios gerais

### **3 METODOLOGIA**

Este trabalho foi desenvolvido em duas etapas. Na primeira o objeto de estudo foi efeito das variáveis selecionadas sobre a remoção de óleo na saída do processo. Na segunda etapa foi estudado o efeito da utilização de chicanas na coluna de flotação sobre a remoção de óleo.

Todas as etapas deste trabalho foram executadas no Laboratório de Sistemas de Separação e Otimização de Processos (LASSOP) localizado no Campus A.C. Simões da Universidade Federal de Alagoas em Maceió. A unidade piloto de separação foi projetada e construída no próprio laboratório com o objetivo de estudar técnicas para o tratamento de efluentes oleosos.

#### **3.1 Operação da planta piloto de separação**

A planta piloto de separação operou de forma contínua sendo composta de três partes principais: geração de emulsão para simular as águas oleosas; vaso de pressão para geração de bolhas através da dissolução do ar em água; e a coluna de flotação onde ocorre a junção e ascensão das gotas de óleo.

No sistema de FAD, o ar é dissolvido em água em um saturador sob pressão e a água saturada com ar é injetada a pressão atmosférica, através de uma válvula, num tanque contendo o efluente que se deseja tratar. Como o excesso de ar é liberado na forma de bolhas na coluna de flotação, as gotas de óleo da emulsão aderem as bolhas e flutam até a superfície. Quando a pressão no fluxo de água saturada é reduzida, o líquido fica supersaturado e o ar em excesso é liberado sob a forma de bolhas que aderem à fase em suspensão, flotando-as à superfície (SANTANDER, 1998).

No estudo do processo de separação utilizando flotação com ar dissolvido, a corrente líquida é encaminhada para a célula de flotação, constituída por uma câmara de pressurização, a pressão superior à atmosférica, onde é promovida a dissolução do gás no líquido. Ao sair da célula, o líquido é despressurizado, ocorrendo à precipitação das bolhas de gás. Optou-se pela flotação por ar dissolvido com recirculação pressurizada, onde uma parcela do efluente já tratado, recircula na célula de flotação e retorna a coluna. Este método foi escolhido para evitar a flotação do óleo na célula e nas tubulações, o que implicaria em paradas frequentes para limpeza.

Foi utilizada a configuração contracorrente, sendo a alimentação do efluente feita, por aspersão, no topo do equipamento, enquanto que, as micro-bolhas foram alimentadas juntamente com a recirculação na base. O óleo concentrado foi retirado no topo do equipamento, por transbordo, enquanto que, o efluente tratado foi retirado, por bombeamento, na base do equipamento.

As Figuras 2 e 3 apresentam o esquema de operação da unidade piloto de separação, configuração contracorrente, sendo constituído, basicamente, de um tanque de alimentação de 310 litros, agitado por um agitador mecânico, uma bomba centrífuga (DANCOR 150 DE 1/4 CV); duas bombas centrífugas (DANCOR 3/4 CV, SCHNEIDER 1/2 CV) trabalhando em série para alimentação da célula de flotação; uma bomba peristáltica (MASTERFLEX 1/10 HP) para fazer a alimentação da coluna; um turbo - compressor, para injeção de ar no equipamento; um rotâmetro (COLE PARMER) para medição de vazão na linha de alimentação de ar; uma célula de flotação (vaso pressurizado para geração das micro-bolhas); um manômetro para gases (COREMAL) instalado na célula de flotação; válvulas globo e uma válvula redutora de pressão e a coluna propriamente dita. A unidade foi operada em circuito aberto para não acarretar alteração da concentração do tanque de alimentação.

Figura 2 - Unidade de separação por flotação com ar dissolvido com configuração contracorrente.

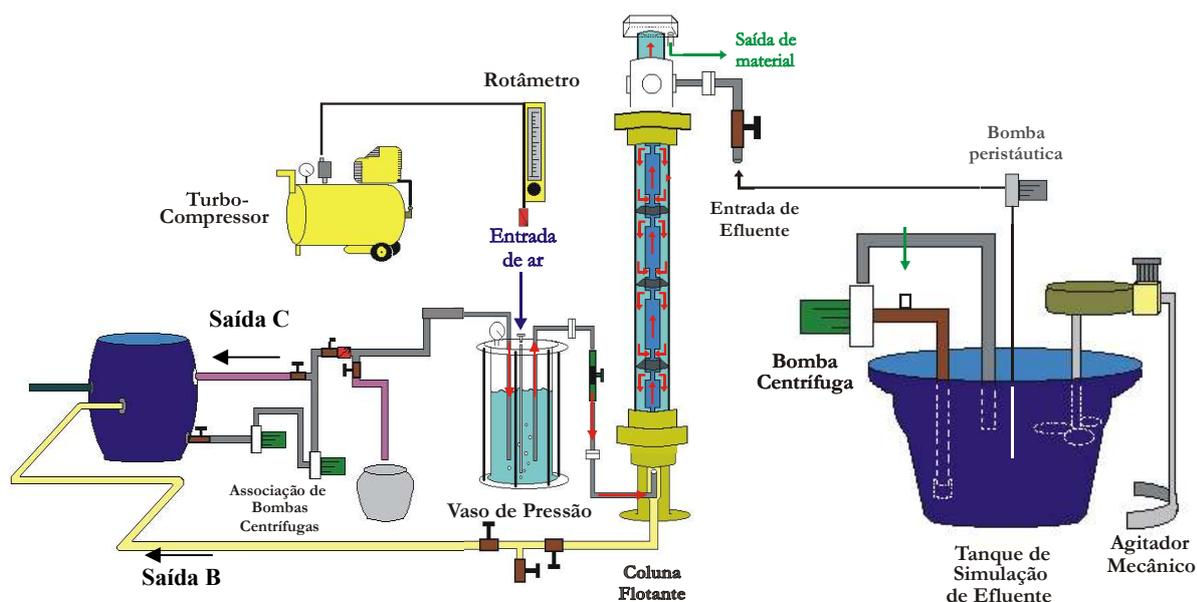
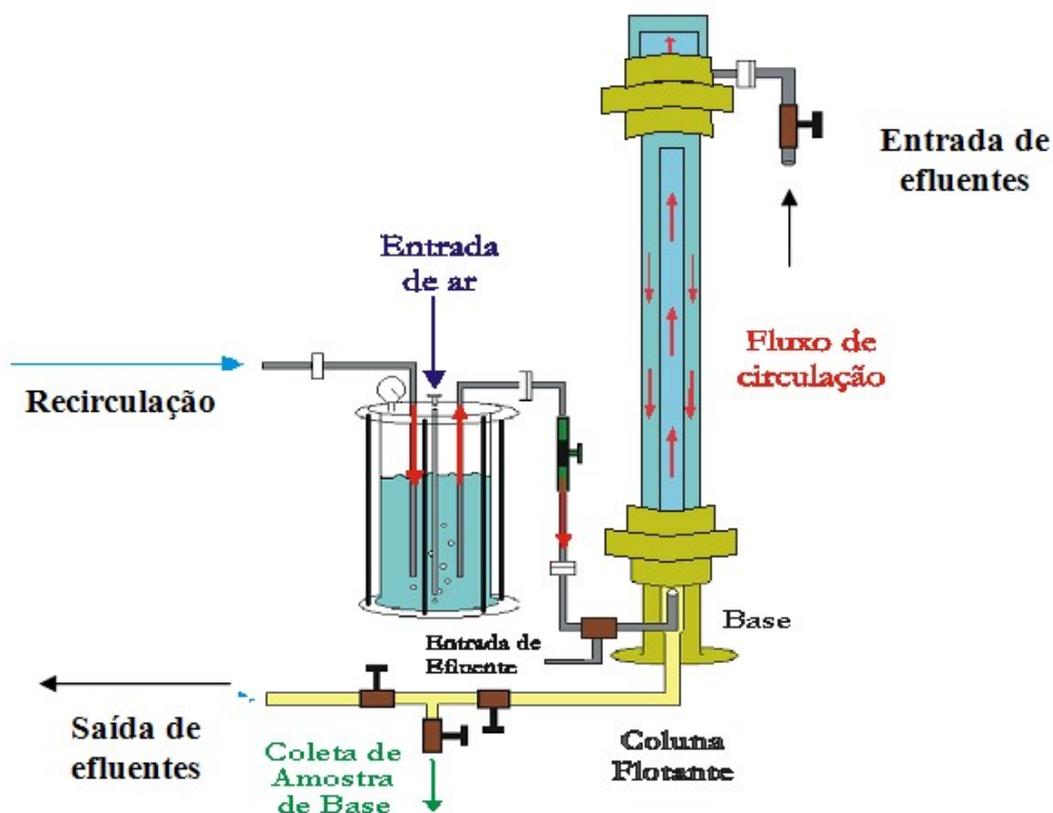


Figura 3 – Detalhe da coluna de flotação e do vaso de pressão com setas indicando o fluxo do efluente.



A seguir são descritas em detalhes as unidades principais que formam a planta piloto.

### 3.1.1 Geração de emulsão

Para a geração de emulsão a água armazenada em tanque de 500 L foi recirculada com o auxílio de uma bomba centrífuga, sendo o óleo dosado em linha.

O sistema de geração de emulsão sintética óleo/água foi utilizado para obtenção da concentração de óleo necessária para realização dos experimentos da forma descrita na matriz de experimentos. Características como salinidade, presentes nas emulsões reais foram negligenciadas por não ser objeto de estudo nesta etapa do trabalho. O óleo é dosado em linha, a uma vazão média. A passagem da mistura de óleo pela bomba cisalha o óleo, dispersando-o em gotas pequenas, produzindo emulsões com diferentes distribuição de tamanho de gotas.

O sistema permitiu a determinação, ao longo do tempo, do conteúdo de óleo no fluxo de alimentação, bem como observar a estabilidade da emulsão para diversas dosagens de óleo.

O óleo foi injetado no fluxo através de uma bomba dosadora, com uma vazão variável de acordo com a concentração de óleo desejada para o ensaio.

O óleo bruto (petróleo) utilizado nos experimentos foi gentilmente cedido pela Petrobrás de Pilar/AL. A água utilizada para formar a emulsão de óleo/água foi da própria rede de abastecimento do Campus.

A metodologia de geração de emulsões sintéticas em escala piloto permitiu preparar emulsões do tipo petróleo/água com as características apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 – Características das emulsões sintéticas geradas

Características	Valores
Concentração de óleo (mg/L)	50 a 500
pH	5,5 a 6,5
Temperatura (°C)	24 a 30
Tipo de óleo (grau API)	20

### 3.1.2 Geração de bolhas

A unidade de geração de bolhas é composta de um compressor, um vaso de pressão (construído em aço inox munido de visor) e um manômetro.

Parte do efluente tratado retorna ao processo, recirculação, passando pelo vaso de pressão onde o ar comprimido foi dissolvido.

A injeção de ar foi feita através de um compressor a uma vazão tal que a pressão no vaso era mantida entre 4,5 e 5 kgf/cm<sup>2</sup>.

Tanto a vazão de ar, quanto a vazão de água foram controlados, através de rotâmetros, visando manter o nível de água a uma determinada altura, além de manter a pressão dentro dos limites estabelecidos. O nível de água no vaso foi determinado

através de experimentos onde se conseguiu a maior quantidade de bolhas dentro da coluna de flotação (formação de névoa).

Foi observado usualmente que a elevação do nível de água no vaso influencia na quantidade de bolhas geradas. Por isso foi definido um nível de operação da água no vaso controle.

### **3.1.3 Coluna de flotação**

A coluna de flotação foi construída em acrílico e apresenta fundo plano, sendo constituída por dois tubos concêntricos. Em ambos os casos, o ar dissolvido é adicionado na base da coluna, no interior do tubo interno. O efluente tratado é retirado na base da coluna, na região anular entre a parede interna da coluna e a parede externa do tubo interno, parte dele sendo recirculado. A razão de recirculação do efluente tratado foi uma das variáveis estudadas. O óleo foi coletado através de um dispositivo localizado no topo da coluna.

### **3.2 Estudo da utilização de chicanas na coluna de flotação**

O objetivo principal das chicanas é aumentar o contato bolha-gota através criação de uma zona de baixa pressão na região central da coluna de flotação, possibilitando a recirculação do fluido que se encontra próxima as paredes da coluna, conforme mostrado na Figura 4.

Foram acopladas três chicanas, em forma de cone (Figura 5), ao tubo interno da coluna de flotação. Neste tubo foram feitos cortes acima e abaixo de cada peça, a fim de possibilitar a circulação do fluido em cada zona. As peças foram construídas de borracha flexível.

Figura 4 – Detalhe do movimento do fluido no interior da coluna de flotação com chicanas

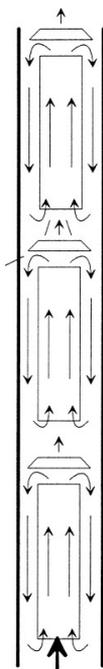
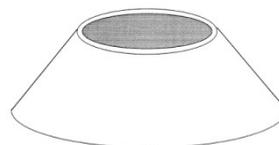


Figura 5 – Detalhe da chicana utilizada na coluna de flotação.



### 3.3 Metodologia experimental

Inicialmente foram especificados os valores em que cada fator será estudado, isto é, as faixas dos valores assumidos pela concentração inicial de óleo na alimentação, vazão de alimentação e razão de recirculação.

A escolha dos dois níveis para a concentração de óleo na alimentação (115 e 230 ppm), vazão de alimentação (60 e 120 mL/min) e razão de recirculação (1 e 2) foram baseados em trabalhos anteriores desenvolvidos no LASSOP e levou em consideração os resultados de remoção obtidos nestes trabalhos.

Neste trabalho foi realizado o planejamento  $2^3$ , correspondente ao ensaio, assim, neste caso, serão necessários  $2 \times 2 \times 2$  (3 fatores com 2 níveis) = 8 ensaios diferentes, sendo esse o número mínimo de ensaios para o planejamento completo. Porém, para cada conjunto de níveis deverá ser realizada uma réplica totalizando 16 ensaios. Os ensaios devem ser realizados em duplicidade para que seja possível estimar o erro experimental e a partir daí, avaliar a significância estatística dos efeitos para decidir se existem ou não efeitos significativos que possam ser atribuídos à ação dos fatores.

A lista de combinações, que é chamada de matriz de planejamento, é apresentada na Tabela 5. O número do ensaio não identifica a ordem que a corrida foi realizada, pois todas foram realizadas de forma aleatória.

Tabela 5 – Matriz de planejamento para 3 variáveis manipuladas em dois níveis.

<b>Ensaio</b>	<b>Concentração inicial de óleo (mg/L)</b>	<b>Vazão de alimentação (L/h)</b>	<b>Razão de recirculação</b>
1	115	60	1
2	230	60	1
3	115	120	1
4	230	120	1
5	115	60	2
6	230	60	2
7	115	120	2
8	230	120	2

Em todas as corridas realizadas, a planta foi operada na configuração contracorrente, isto é, com alimentação de efluente oleoso no topo, sendo o ar dissolvido alimentado na base. Nestes experimentos a concentração inicial variou de 50 a 350 mg/L de óleo, devido a alta instabilidade do efluente sintético gerado, não sendo possível obter uma concentração inicial fixa, embora no planejamento tenha sido considerado um valor fixo. Para tanto foram feitos ajustes nos pontos que representam a concentração de óleo na alimentação e a concentração de óleo na saída. Segundo Santander (1998), esta faixa relativamente ampla de concentrações se atribui às mudanças na composição do óleo com o tempo por efeito de alterações na temperatura ambiente e na agitação da emulsão.

### 3.4 Curvas de ajuste

Foram utilizadas as ferramentas disponíveis no programa Microsoft Office Excel. A ferramenta utiliza o método de "quadrados mínimos" para ajustar um conjunto de observações.

### **3.5 Métodos analíticos**

As análises do teor de óleos e graxas foram realizadas com o auxílio do analisador TOG/TPH, modelo HATH- T.

O TOG usa o fato de hidrocarbonetos, como óleos e graxas, poderem ser extraídos da água através do uso de solventes apropriados, neste caso, o hexano.

O hidrocarboneto extraído absorve a energia infravermelho num comprimento de onda específico e a quantidade de energia absorvida é proporcional a concentração de óleo o solvente.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados apresentados a seguir decorrem de estudos conduzidos em duas linhas de trabalho. O primeiro apresenta os resultados dos ensaios realizados a partir do planejamento experimental (Tabela 4) no qual variam simultaneamente as variáveis: concentração inicial de óleo, vazão de alimentação e razão de refluxo, para determinar a melhor condição de operação baseado na remoção de óleo. Em seguida, são apresentados os resultados dos ensaios realizados com a introdução de chicanas na coluna de flotação.

### 4.1 Discussão dos resultados da influência das variáveis: concentração de óleo na alimentação, vazão de alimentação e razão de recirculação, avaliadas a partir do planejamento experimental.

O objetivo destes experimentos foi determinar os melhores resultados em termos do percentual de remoção de teor de óleo e graxas (TOG), fazendo variar os seguintes parâmetros de processo: concentração de óleo na alimentação (**Co**), vazão de alimentação (**Q**) e razão de recirculação (**R**), de acordo com a matriz de experimentos mostrada na Tabela 6.

Tabela 6 – Matriz de experimentos para configuração contracorrente.

Fatores	Níveis	
	-	+
<b>Co (mg/L)</b>	<b>115</b>	<b>230</b>
<b>Q (L/h)</b>	<b>60</b>	<b>120</b>
<b>R</b>	<b>1</b>	<b>2</b>

Na Tabela 7 são apresentados os resultados dos ensaios realizados conforme o planejamento proposto. O percentual de remoção de óleo referenciado na Tabela 7 como A e B, refere-se ao experimento e sua réplica.

Tabela 7 – Matriz de experimentos com resultados em termos do percentual de remoção de óleo.

<b>RESULTADOS DO PLANEJAMENTO FATORIAL 2<sup>3</sup></b>						
<b>Corrida</b>	<b>Concentração de alimentação (mg/L)</b>	<b>Vazão de alimentação (L/h)</b>	<b>Razão de recirculação</b>	<b>Remoção corrida A (%)</b>	<b>Remoção corrida B (%)</b>	<b>Média (%)</b>
1	115	60	1	37	29	33
2	230	60	1	15	21	18
3	115	120	1	63	12	37
4	230	120	1	57	51	54
5	115	60	2	32	52	42
6	230	60	2	68	30	49
7	115	120	2	27	38	33
8	230	120	2	51	56	53

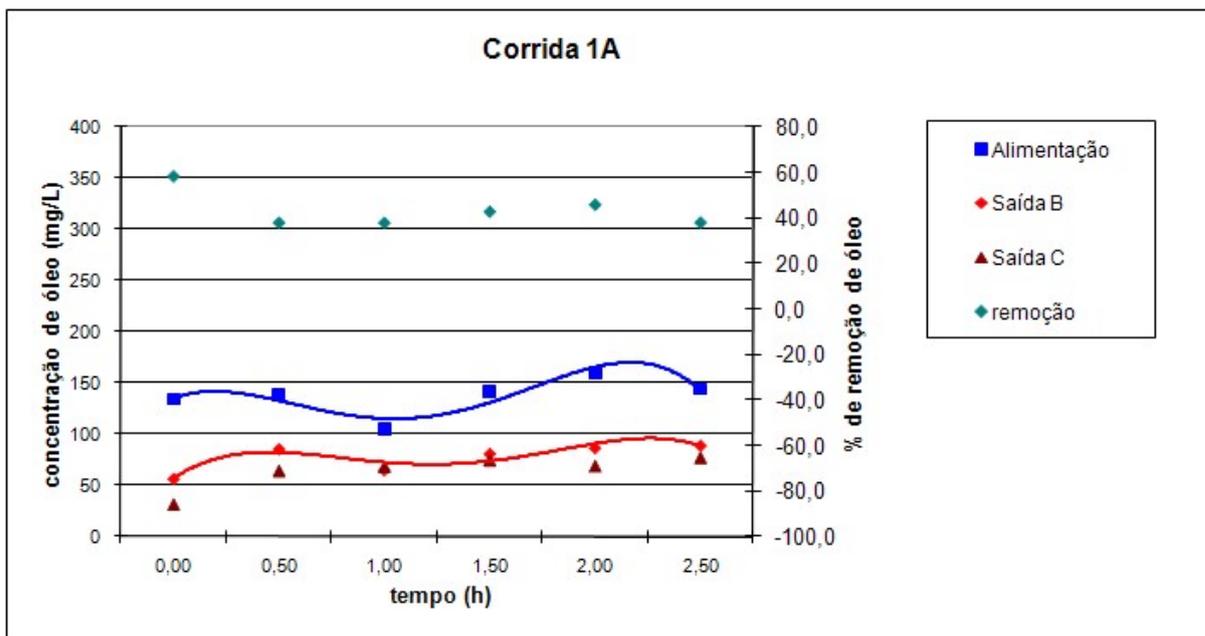
Para análise dos resultados dos experimentos foram traçadas curvas de ajuste da concentração de óleo na alimentação e da concentração de óleo na saída conforme descrito no item 3.4., a fim de obter o valor exato das concentrações previstas no planejamento.

A seguir são apresentados os gráficos (Figuras 6 a 21) com os resultados dos experimentos previstos nos planejamento, inclusive com as curvas de ajuste.

Nas Figuras 6 e 7 são mostrados os gráficos referentes as corridas 1A e 1B onde as condições de operação foram vazão de alimentação de 60 L/h e razão de refluxo igual a 1 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 115 mg/L.

Como mostrado na Figura 6 o percentual de remoção para este experimento variou entre 35 e 60% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 37% com a concentração de saída igual a 72mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que na maioria dos pontos o sistema estava em estado estacionário, validando o experimento.

Figura 6 – Resultado da flotação – Corrida 1A

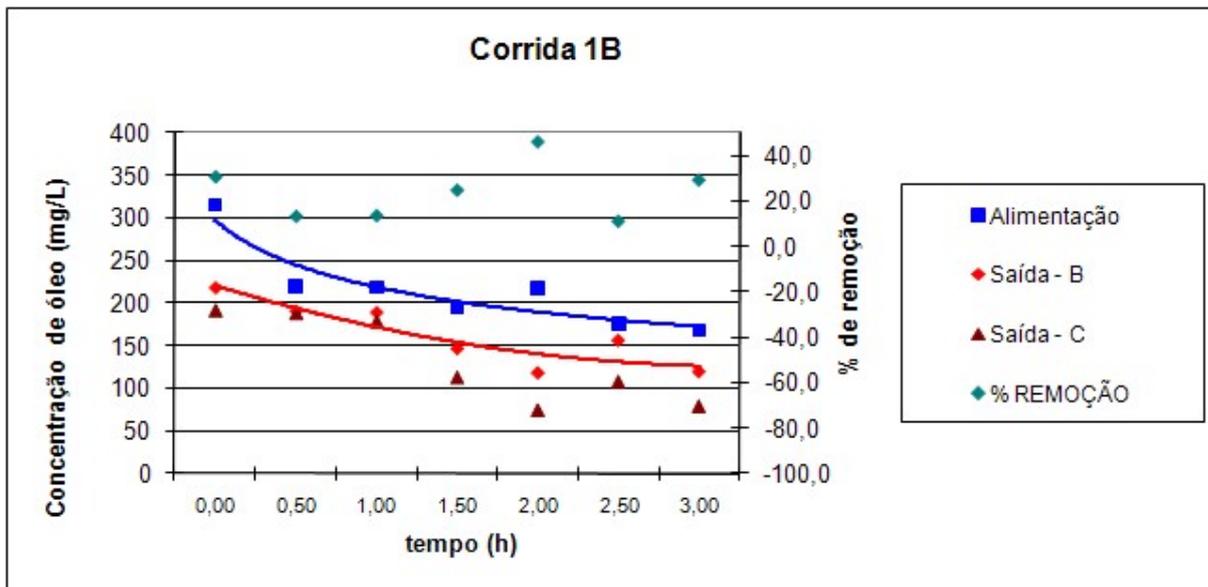


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 7 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 10 e 50% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 29% obtido somente com a extrapolação na curva da concentração de alimentação. A análise dos pontos das saídas B e C mostra instabilidade do experimento o que contribui para o aumento do erro experimental. Esta instabilidade pode ser causada por variação na vazão de alimentação ou recirculação, variação da pressão do vaso ou variação do nível de efluente na coluna.

A comparação dos dois experimentos demonstra a dificuldade da reprodução de uma corrida, pois apesar de serem operadas nas mesmas condições operacionais foram obtidos resultados diferentes.

Figura 7 – Resultado da flotação – Corrida 1B

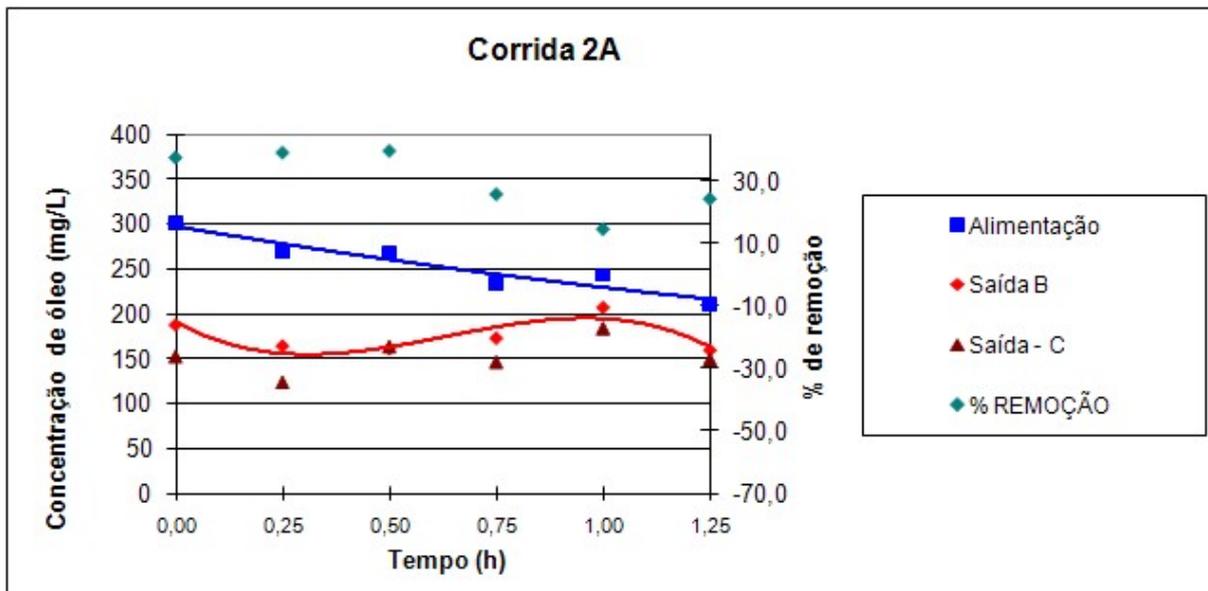


FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 8 e 9 são mostrados os gráficos referentes as corridas 2A e 2B onde as condições de operação foram vazão de alimentação de 60 L/h e razão de refluxo igual a 1 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 230 mg/L.

Como mostrado na Figura 8 o percentual de remoção para este experimento variou entre 14 e 40% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 15% com a concentração de saída igual a 195mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra certa instabilidade do sistema estava no início da corrida, porém não invalidando o experimento.

Figura 8 – Resultado da flotação – Corrida 2A

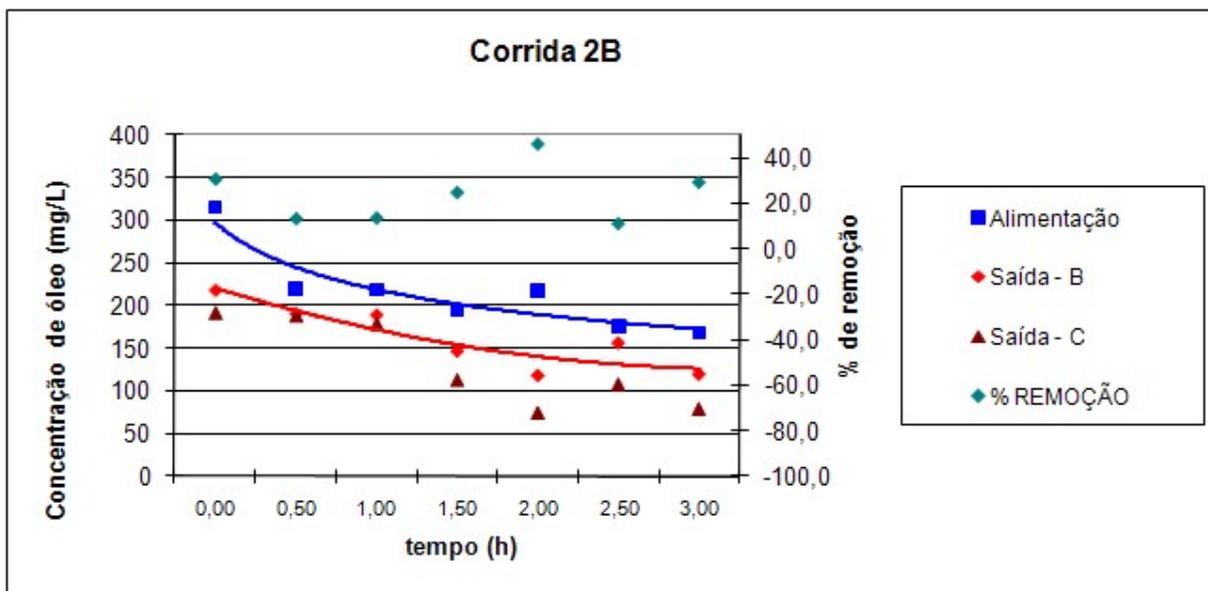


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 9 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 10 e 46% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 21% com a concentração de saída igual a 182mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra instabilidade do experimento o que contribui para o aumento do erro experimental. Esta instabilidade pode ser causada por variação na vazão de alimentação ou recirculação, variação da pressão do vaso ou variação do nível de efluente na coluna.

A comparação dos dois experimentos demonstra que foi possível reproduzir o experimento contribuindo para aumentar a confiabilidade dos resultados.

Figura 9– Resultado da flotação – Corrida 2B

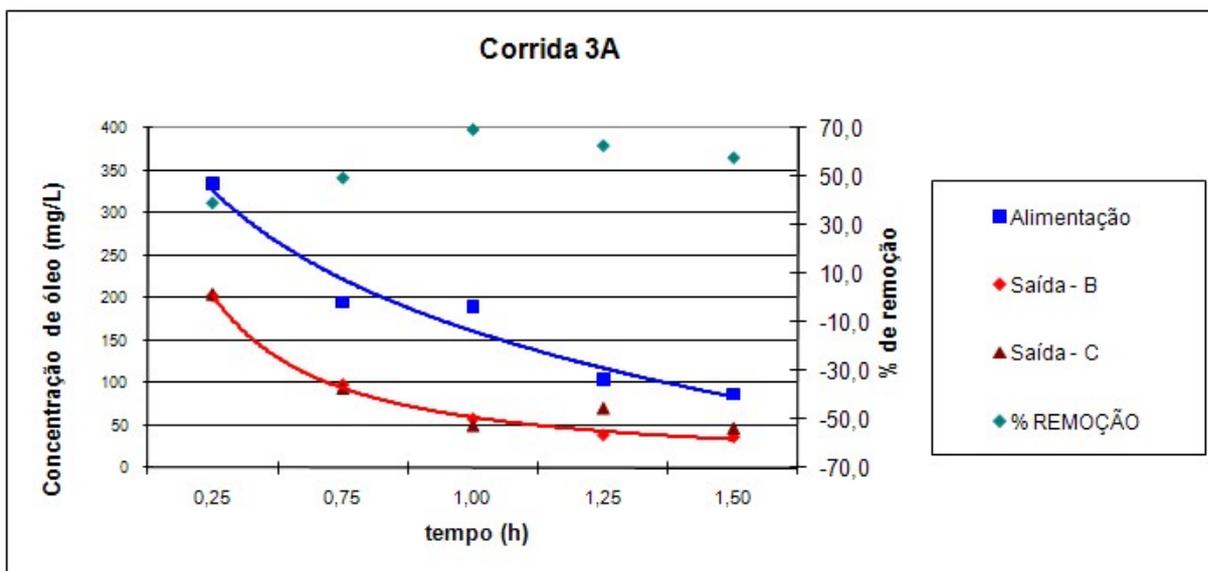


FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 10 e 11 são mostrados os gráficos referentes as corridas 3A e 3B onde as condições de operação foram vazão de alimentação de 120 L/h e razão de refluxo igual a 1 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 115 mg/L.

Como mostrado na Figura 10 o percentual de remoção para este experimento variou entre 39 e 70% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 63% com a concentração de saída igual a 42mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que na maioria dos pontos o sistema estava em estado estacionário, validando o experimento.

Figura 10 – Resultado da flotação – Corrida 3A

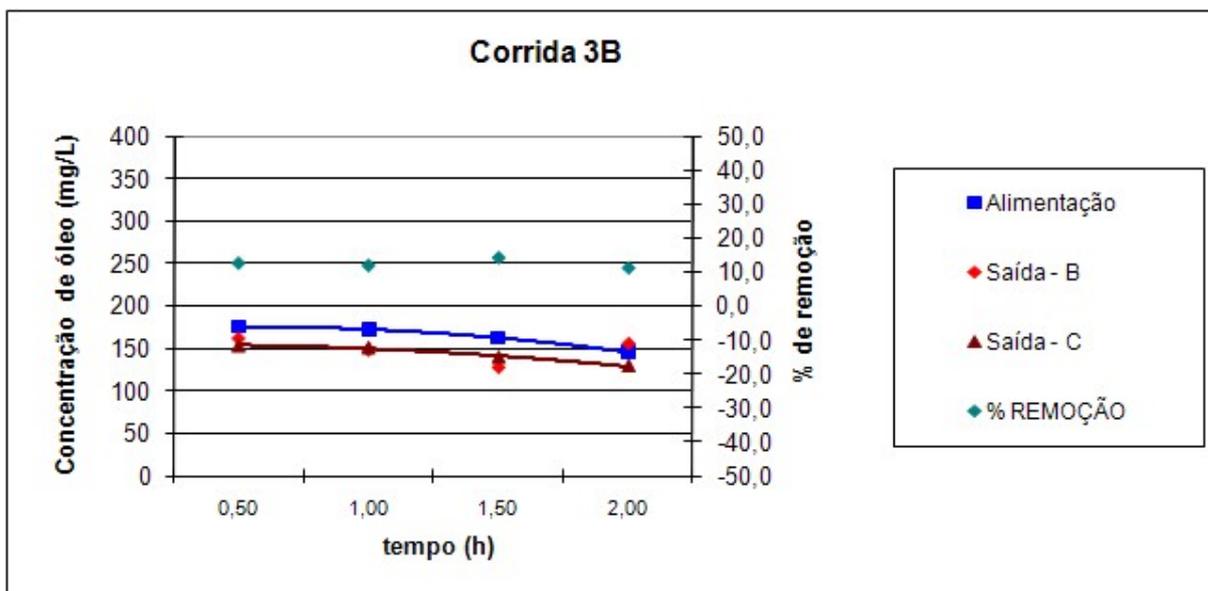


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 11 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 12 e 14% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 12% obtido somente com a extrapolação na curva da concentração de alimentação. Em função da discrepância entre os pontos B e C na última amostra foi considerado os valores da saída C para efeito de cálculo do percentual de remoção. A causa provável desta diferença foi um erro na análise das amostras.

Comparando os dois experimentos nota-se uma enorme diferença nos resultados obtidos demonstrando novamente as dificuldades na replicação destes experimentos.

Figura 11- Resultado da flotação – Corrida 3B

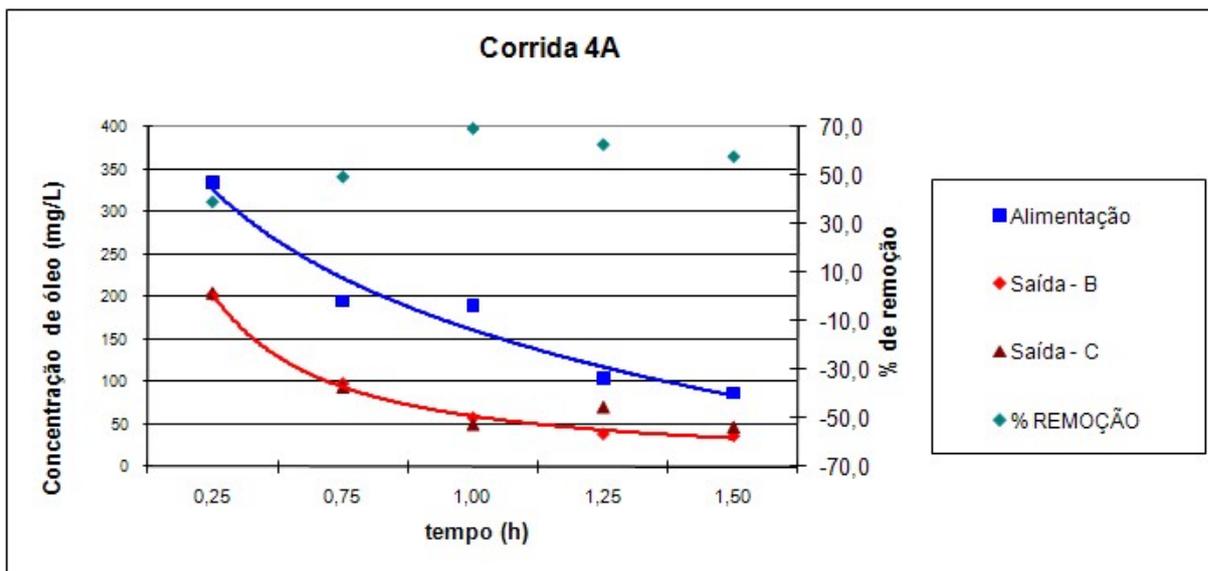


FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 12 e 13 são mostrados os gráficos referente às corridas 4A e 4B onde as condições de operação foram vazão de alimentação de 120 L/h e razão de refluxo igual a 1 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 230mg/L.

Como mostrado na Figura 12 o percentual de remoção para este experimento variou entre 39 e 70% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 57% com a concentração de saída igual a 99mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que na maioria dos pontos o sistema estava em estado estacionário, validando o experimento.

Figura 12 – Resultado da flotação – Corrida 4A

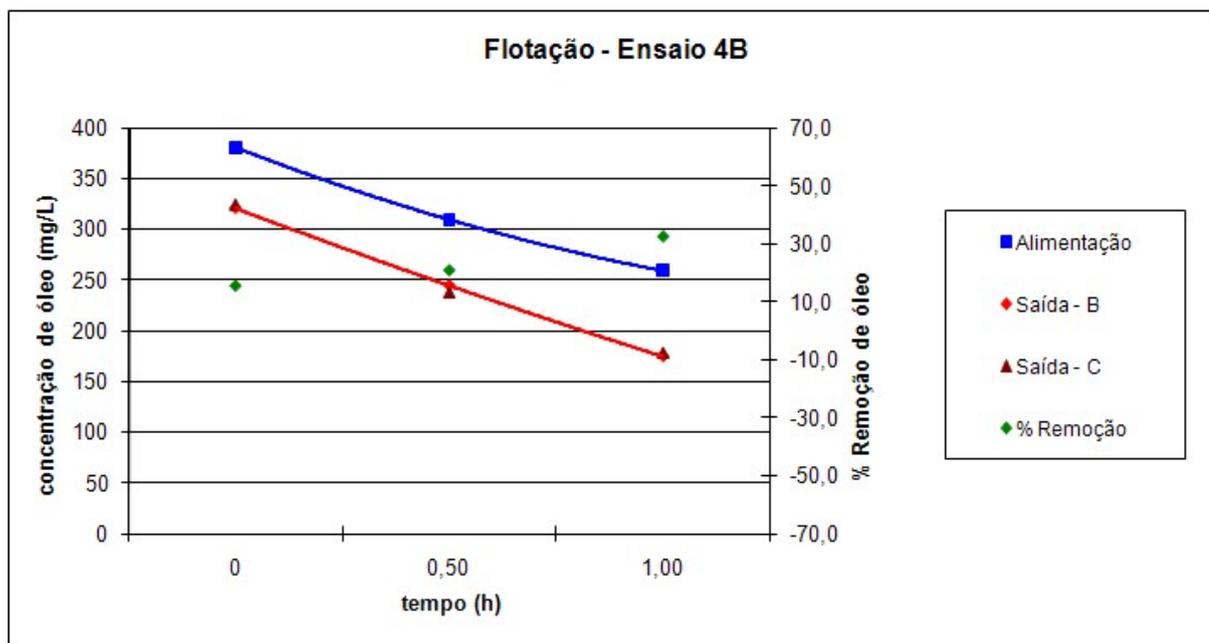


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 13 mostra que no ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 51% obtido somente com a extrapolação na curva da concentração de alimentação. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que o sistema estava em estado estacionário.

A comparação dos dois experimentos demonstra que foi possível reproduzir o experimento, apesar da necessidade de extrapolação da curva de alimentação. A extrapolação é necessária quando por algum motivo (instabilidade da planta, falta de energia, etc.) a corrida é encerrada sem que o ponto de interesse seja atingido.

Figura 13 – Resultado da flotação – Corrida 4B

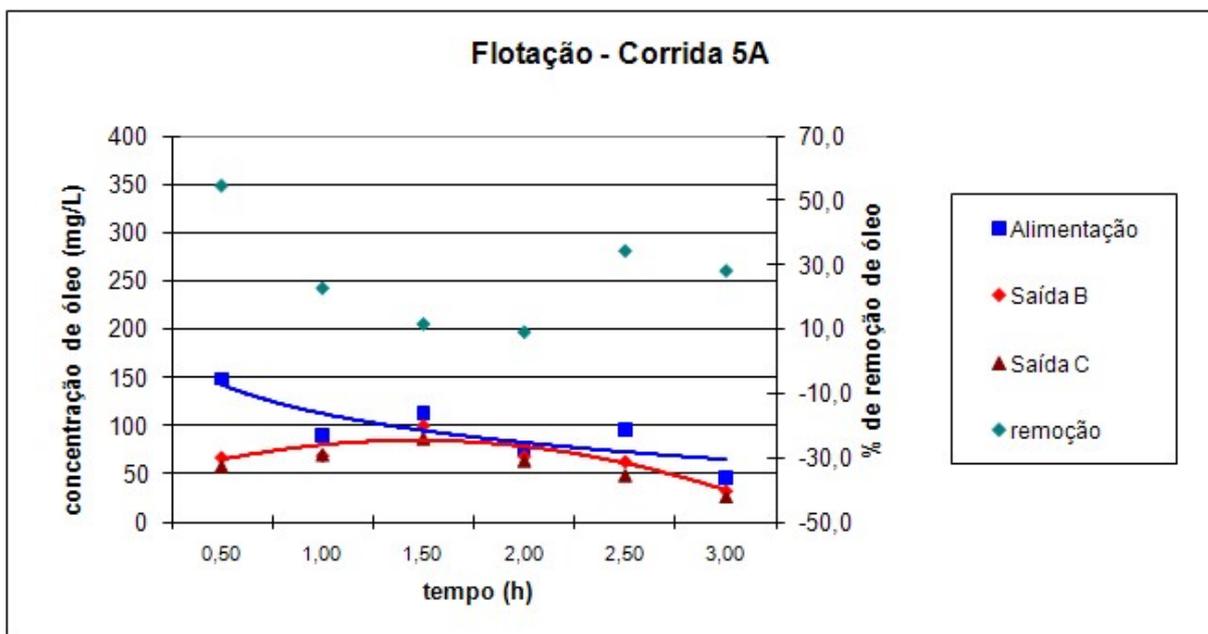


FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 14 e 15 são mostrados os gráficos referente às corridas 5A e 5B onde as condições de operação foram vazão de alimentação de 60 L/h e razão de refluxo igual a 2 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 115 mg/L.

Como mostrado na Figura 14 o percentual de remoção para este experimento variou entre 9 e 55% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 32% com a concentração de saída igual a 79mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que na maioria dos pontos o sistema estava em estado estacionário, validando o experimento. É possível notar a dispersão dos pontos da concentração de alimentação ao longo da corrida, o que contribui para aumentar o erro experimental. É possível que esta dispersão tenha sido causada por pequenos desvios nas análises das amostras, uma vez que o equipamento utilizado para medir o teor de óleo era extremamente sensível.

Figura 14- Resultado da flotação – Corrida 5A

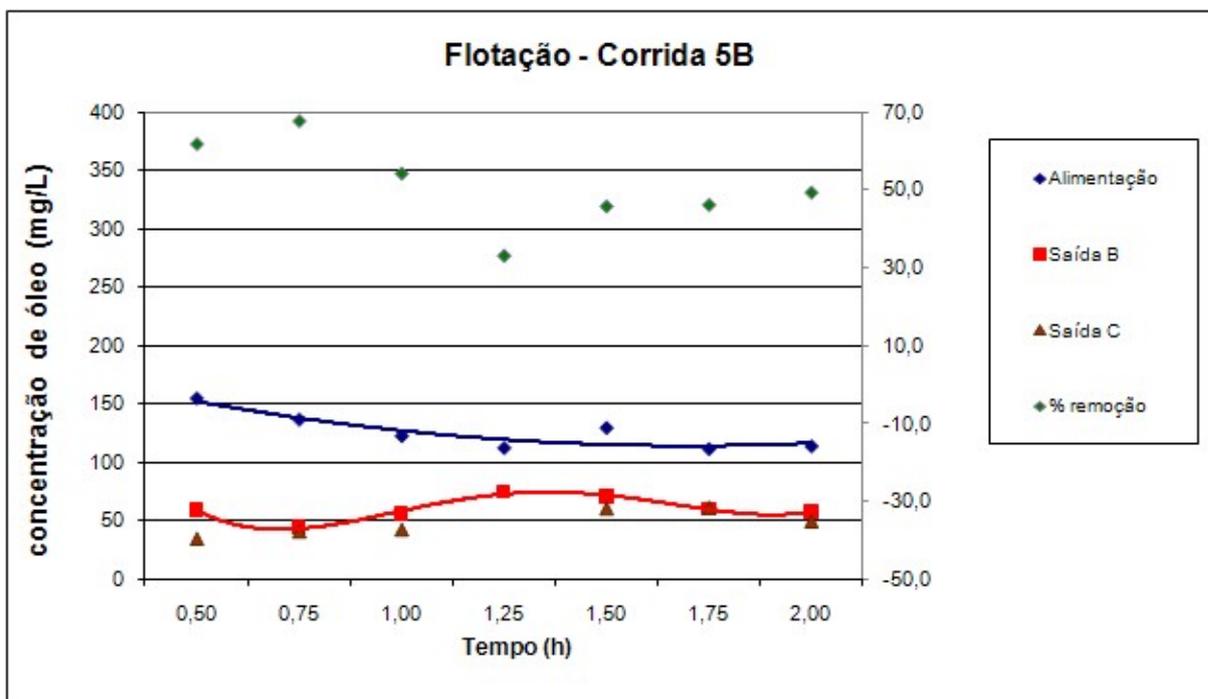


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 15 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 30 e 70% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 52% com concentração de óleo na saída igual a 56mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que o sistema estava em estado estacionário.

A comparação dos dois experimentos demonstra a dificuldade na reprodução de uma corrida, pois apesar de serem operadas nas mesmas condições operacionais foram obtidos resultados consideravelmente diferentes.

Figura 15 – Resultado da flotação – Corrida 5B



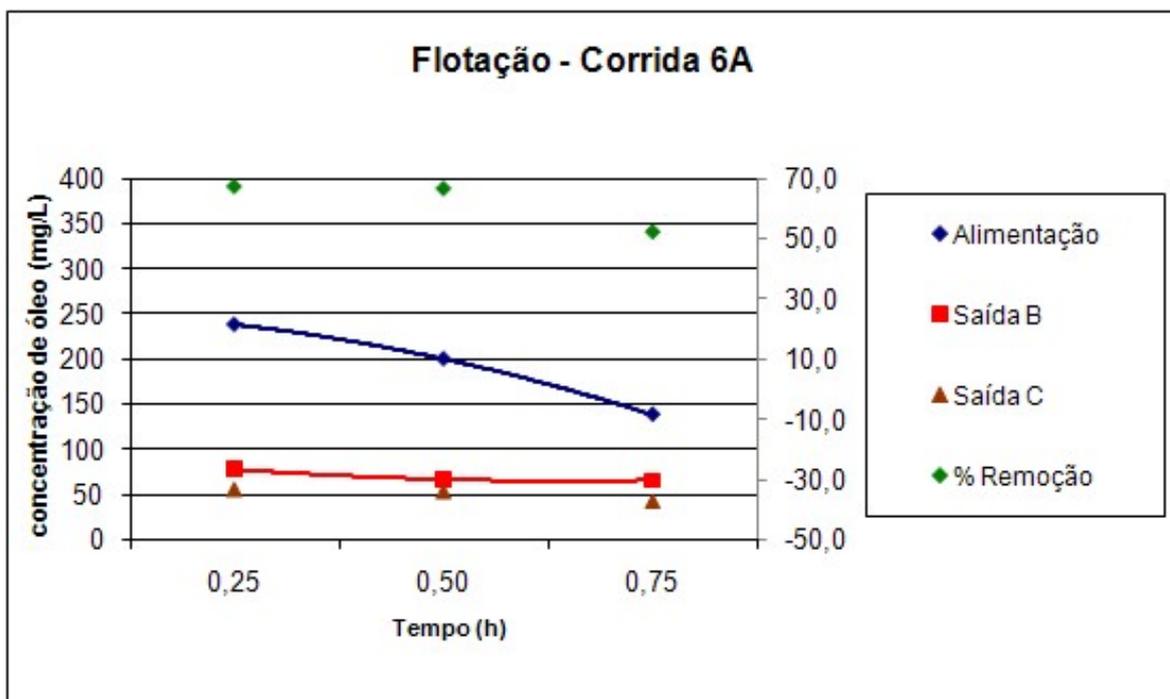
FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 16 e 17 são mostrados os gráficos referente às corridas 6A e 6B onde as condições de operação foram vazão de alimentação de 60 L/h e razão de refluxo igual a 2 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 230 mg/L.

Como mostrado na Figura 16 o percentual de remoção para este experimento variou entre 50 e 70% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 68% com a concentração de saída igual a 74mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que na maioria dos pontos o sistema estava em estado estacionário, validando o experimento.

Também é possível notar redução do percentual de remoção em função da redução da concentração inicial de óleo, como visto em outras corridas, operando em diferentes condições.

Figura 16 – Resultado da flotação – Corrida 6A

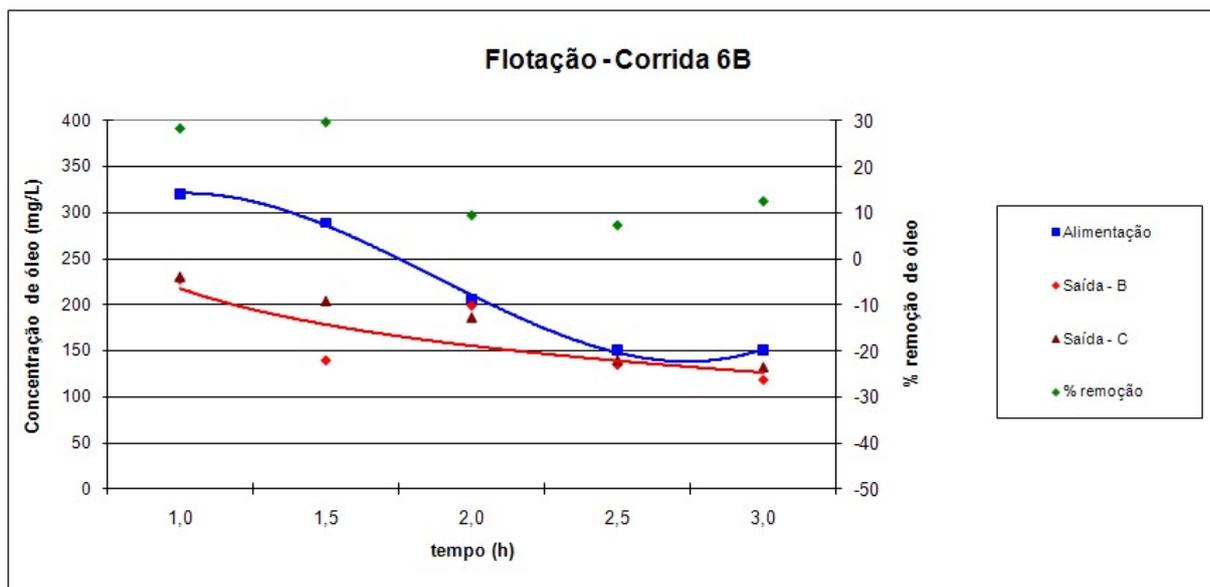


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 17 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 7 e 30% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 30% com concentração de saída igual a 160mg/L. obtido somente com a extrapolação na curva da concentração de alimentação. A análise dos pontos das saídas B e C mostra instabilidade do experimento o que contribui para o aumento do erro experimental.

A comparação dos dois experimentos mostra que, apesar de serem operadas nas mesmas condições operacionais foram obtidos resultados diferentes.

Figura 17 – Resultado da flotação – Corrida 6B

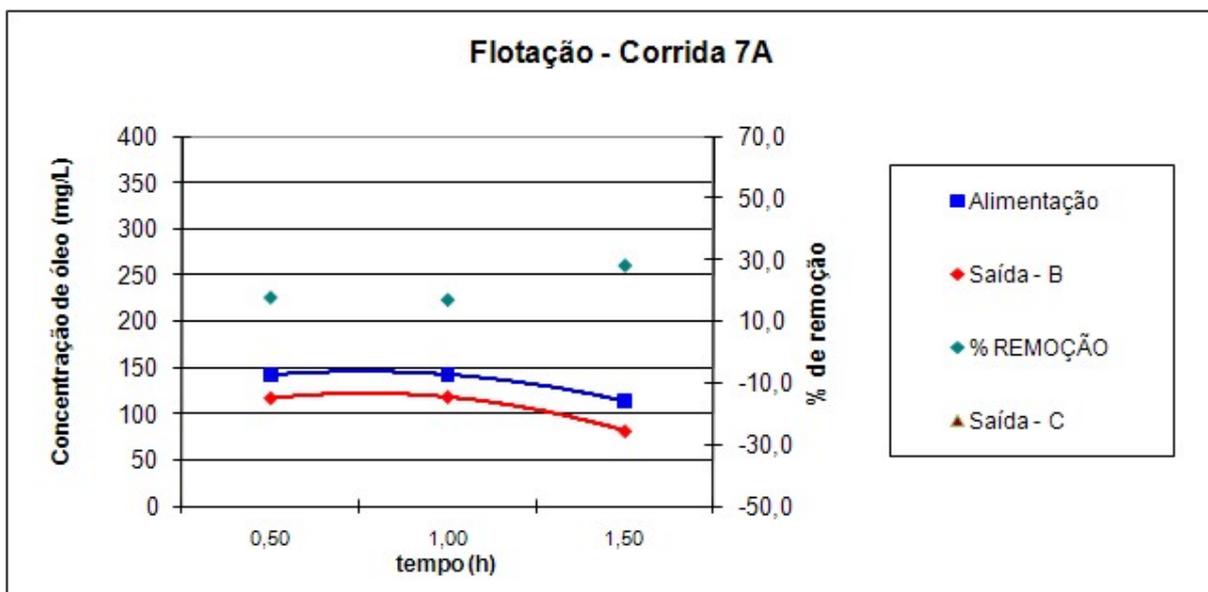


FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 18 e 19 são mostrados os gráficos referentes às corridas 7A e 7B onde as condições de operação da planta foram: vazão de alimentação de 115 L/h e razão de refluxo igual a 2 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 120mg/L.

Como mostrado na Figura 18 o percentual de remoção para este experimento variou entre 17 e 28% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 27% com a concentração de saída igual a 83mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que o sistema estava em estado estacionário, validando o experimento.

Figura 18 – Resultado da flotação – Corrida 7A

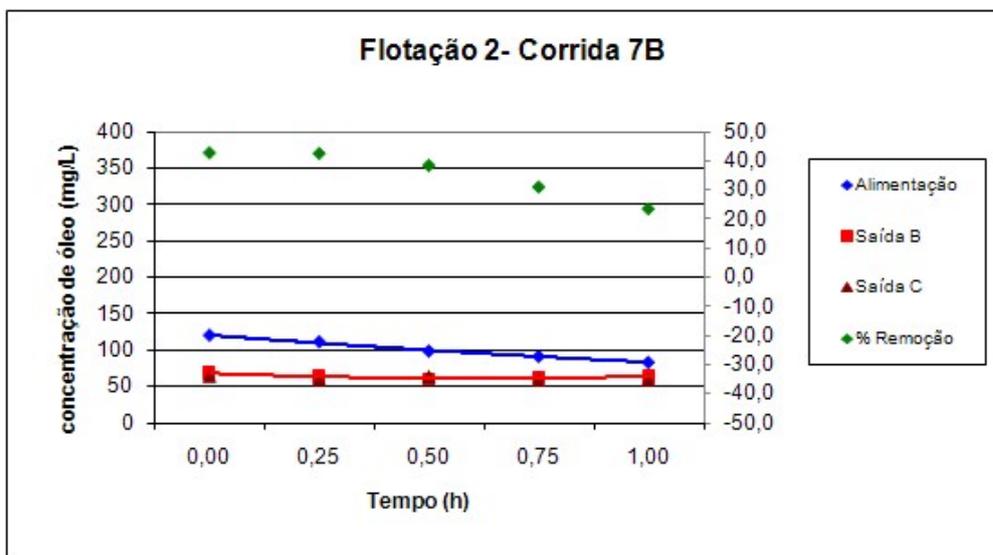


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 19 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 24 e 43% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 38% com concentração de saída igual a 71mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que o sistema estava em estado estacionário durante a corrida.

A comparação dos dois experimentos mostra que, houve uma boa reprodutibilidade dos experimentos, visto que as médias dos percentuais de remoção foram bem próximas.

Figura 19 – Resultado da flotação – Corrida 7B

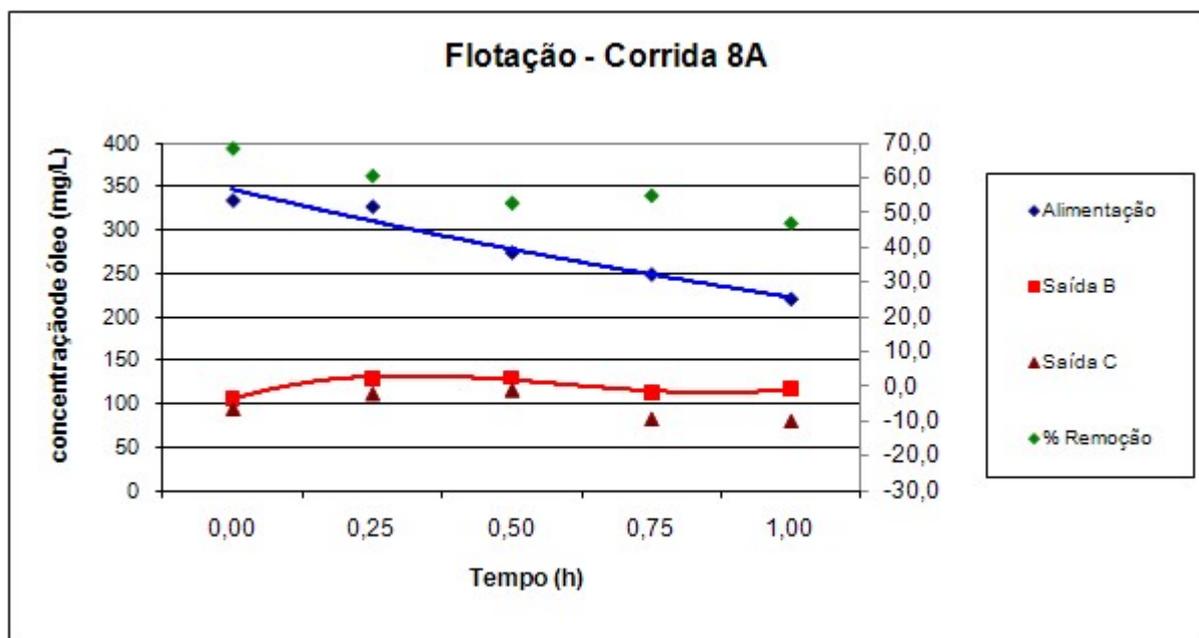


FONTE: FONSECA, 2010.

Nas Figuras 20 e 21 são mostrados os gráficos referentes às corridas 8A e 8B onde as condições de operação da planta foram: vazão de alimentação de 230 L/h e razão de refluxo igual a 2 e a concentração de óleo na alimentação de referência é 120mg/L.

Como mostrado na Figura 20 o percentual de remoção para este experimento variou entre 46 e 68% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 50% com a concentração de saída igual a 113mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que o sistema estava em estado estacionário, com pequena variação nos últimos pontos, o que não invalida o experimento.

Figura 20 – Resultado da flotação– Corrida 8A

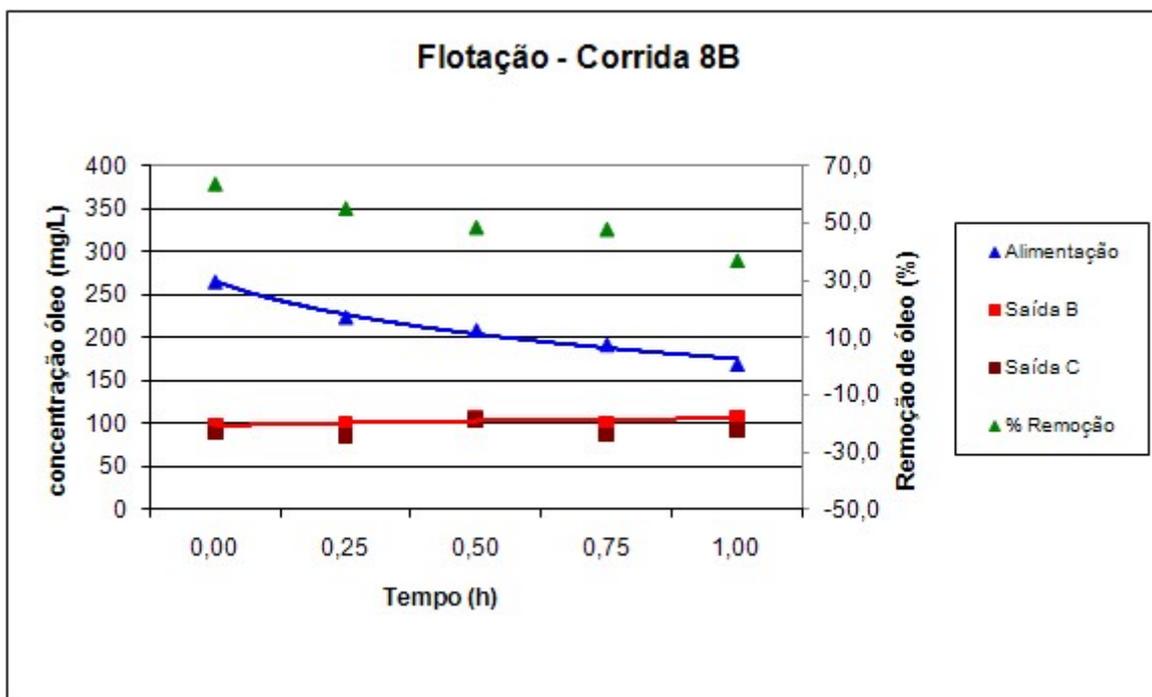


FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 21 mostra que o percentual de remoção para este experimento variou entre 36 e 63% no decorrer da corrida. Para o ponto de interesse, o percentual de remoção foi de 56% com concentração de saída igual a 100mg/L. A análise dos pontos das saídas B e C mostra que o sistema estava em estado estacionário durante a corrida.

A comparação dos dois experimentos mostra que, houve uma boa reprodutibilidade dos experimentos, visto que as médias dos percentuais de remoção foram bem próximas.

Figura 21 – Resultado da flotação – Corrida 8B



FONTE: FONSECA, 2010.

Para garantir que os ajustes aplicados aos valores das curvas eram válidos, foi observado o R-quadrado (quadrado do coeficiente de correlação) de cada curva após ajuste. A Tabela 8, a seguir relaciona os valores do R-quadrado para cada curva de ajuste em cada corrida:

Tabela 8– Valores do R-quadrado para as curvas de ajuste de alimentação e saída B.

<b>Corrida</b>	<b>R<sup>2</sup> – curva alimentação</b>	<b>R<sup>2</sup> – curva saída B</b>
1A	0,826	0,845
1B	0,855	0,822
2A	0,905	0,766
2B	0,826	0,845
3A	0,953	0,989
3B	0,999	0,985
4A	0,953	0,989
4B	1,000	1,000
5A	0,693	0,798
5B	0,800	0,798
6A	1,000	1,000
6B	0,998	0,5915
7A	1,000	1,000
7B	0,995	0,917
8A	0,965	0,959
8B	0,983	0,547

#### **4.2 Discussão dos resultados da introdução de chicanas na coluna de flotação**

Em uma segunda etapa foi analisado o efeito do uso de chicanas no desempenho da coluna de flotação avaliado em termos do percentual de remoção de óleo. Foram realizados os experimentos conforme apresentado na Tabela 9.

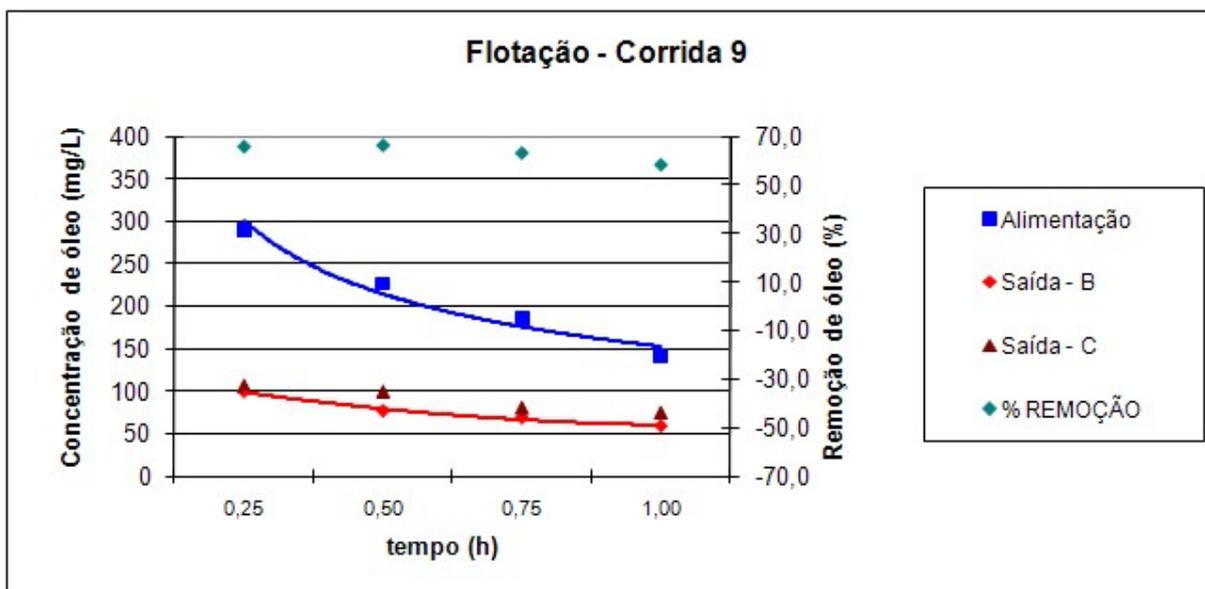
Tabela 9 – Resultados dos experimentos utilizando chicanas, em termos do percentual de remoção de óleo

<b>RESULTADOS DAS CORRIDAS UTILIZANDO CHICANAS</b>					
<b>Corrida</b>	<b>Concentração de alimentação (mg/L)</b>	<b>Vazão de alimentação (L/h)</b>	<b>Razão de recirculação</b>	<b>Concentração de saída (mg/L)</b>	<b>Remoção (%)</b>
9	230	120	1	84	63
10	230	60	2	109	52
11	230	120	2	110	52

<b>RESULTADOS COMPARATIVOS</b>					
<b>Concentração de alimentação (mg/L)</b>	<b>Vazão de alimentação (L/h)</b>	<b>Razão de recirculação</b>	<b>Concentração de saída <u>sem</u> chicanas (mg/L)</b>	<b>Concentração de saída <u>com</u> chicanas (mg/L)</b>	<b>Ganho remoção (%)</b>
230	120	1	106	84	+20
230	60	2	117	109	+7
230	120	2	107	110	-2

A Figura 22 apresenta o resultado da corrida 9 onde são mostradas as curvas ajustadas da concentração de alimentação e de saída em mg/L. Os valores do R-quadrado são respectivamente 0,9504 e 0,9848. O percentual de remoção de óleo fica sempre acima de 50% em todos os pontos. As diferenças entre a saída B e C são aceitáveis para todos os pontos.

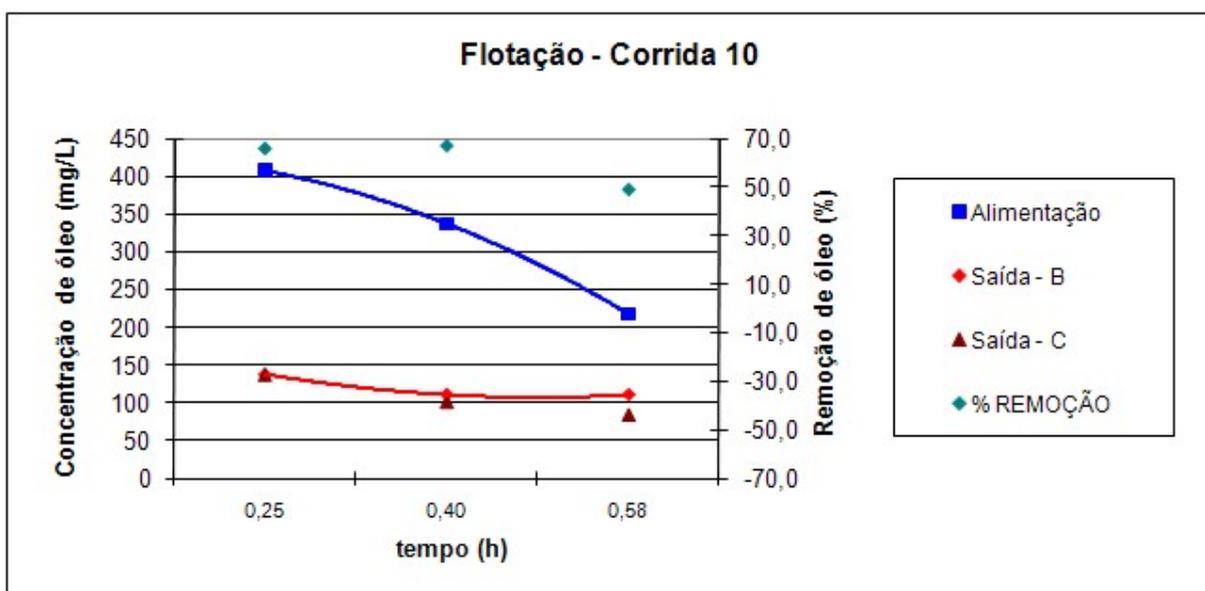
Figura 22 – Resultado da flotação com chicanas – Corrida 9



FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 23 apresenta o resultado da corrida 10 onde são mostradas as curvas ajustadas da concentração de alimentação e de saída em mg/L. Os valores do R-quadrado são todos iguais a 1,000. O percentual de remoção de óleo varia de 49 a 66% nos pontos analisados. As diferenças entre a saída B e C são aceitáveis para todos os pontos.

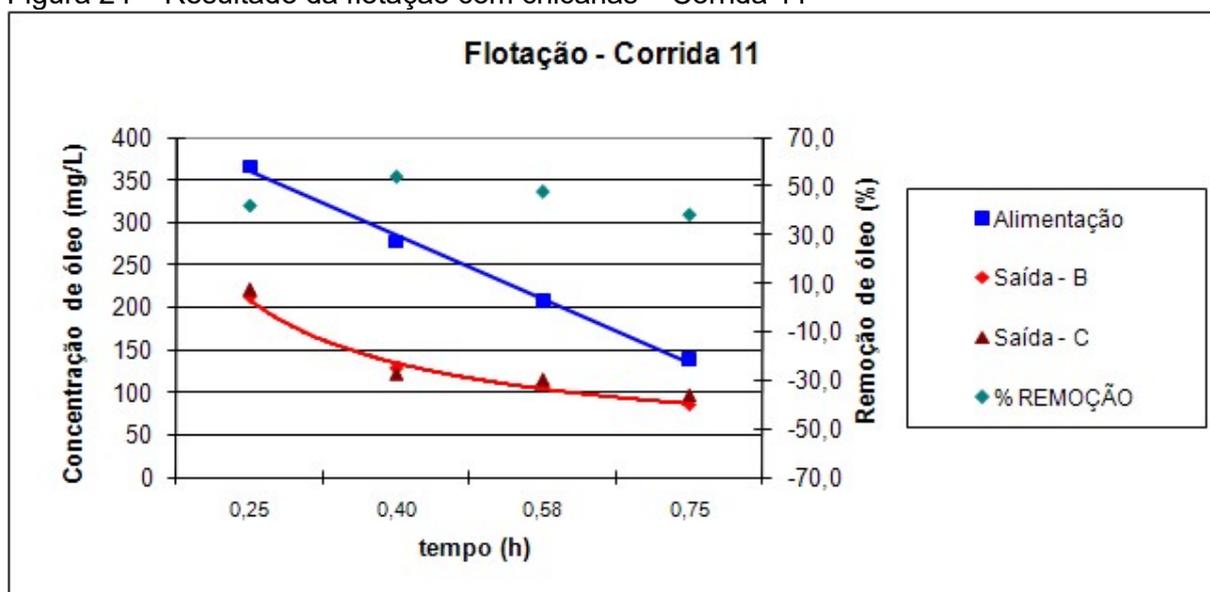
Figura 23 – Resultado da flotação com chicanas – Corrida 10



FONTE: FONSECA, 2010.

A Figura 24 apresenta o resultado da corrida 11 onde são mostradas as curvas ajustadas da concentração de alimentação e de saída em mg/L. Os valores do R-quadrado são respectivamente 0,996 e 0,991. O percentual de remoção de óleo varia de 38 a 53% nos pontos analisados. As diferenças entre a saída B e C são aceitáveis para todos os pontos.

Figura 24 – Resultado da flotação com chicanas – Corrida 11



FONTE: FONSECA, 2010.

Fazendo uma análise comparativa dos experimentos sem chicanas (Tabela 7) e com chicanas (Tabela 9) é possível observar que houve aumento da eficiência do sistema com a utilização das chicanas.

Através da comparação das corridas 4 e 9, observa-se que houve um aumento de mais de 20% no percentual de remoção de óleo.

Comparando-se os ensaios 6 e 10 é observado aumento de cerca de 7% no percentual de remoção.

Já se forem comparados os resultados dos ensaios 8 e 11, observa-se o efeito inverso, isto é, a introdução das chicanas na coluna de flotação reduziu o percentual de remoção de óleo em cerca de 2%.

## 5 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste estudo, podemos chegar às seguintes conclusões:

A análise dos efeitos individuais considerando as variáveis operacionais: concentração inicial de óleo, vazão de alimentação e razão de recirculação mostrou que todas as variáveis influenciam significativamente o processo de flotação por ar dissolvido avaliado em termos da remoção de óleo, com destaque para a influência da vazão de alimentação (**Q**) que apresentou pequeno diferencial em relação às demais variáveis. A concentração de alimentação (**Co**) é uma variável que tem menor influência sobre o percentual de remoção de óleo.

O efeito de interação entre a concentração inicial de óleo (**Co**) e a vazão de alimentação (**Q**) é bastante significativo, assim como entre a vazão de alimentação (**Q**) e a razão de recirculação (**R**). Já o efeito entre a concentração inicial de óleo (**Co**) e a razão de recirculação (**R**) tem menor significância. O efeito de interação entre as três variáveis **Co x Q x R** tem pouca significância.

O valor médio do percentual de remoção de óleo – 40% confirma a eficiência do processo de flotação por ar dissolvido para tratamento de efluentes oleosos.

A utilização de chicanas na coluna de flotação aumentou a eficiência do processo de flotação por ar dissolvido uma vez que em duas das três configurações estudadas o percentual de remoção de aumentou, uma delas de forma bastante significativa.

A configuração com concentração inicial de óleo igual a 230 mg/L, vazão de alimentação igual a 120 litros/hora, razão de recirculação igual a 1 e uso de chicanas apresentou o melhor resultado em termos do percentual de remoção de óleo, 64%, dentre todas as configurações estudadas.

## REFERÊNCIAS

- ABIQUIM (Associação Brasileira da Indústria Química). Relatório de atuação responsável. São Paulo, 2008. Disponível em:  
[http://www.abiquim.org.br/atuacaoresponsavel/arquivos/relatorio\\_ar\\_completo.pdf](http://www.abiquim.org.br/atuacaoresponsavel/arquivos/relatorio_ar_completo.pdf).  
Acessado em 25 de março de 2009.
- AL SHAMRANI A.A., *et al.* Destabilization of Oil-Water Emulsions and Separation by Dissolved Air Flotation. *Water Research* 36, 1503-1512, 2002a.
- AL SHAMRANI A.A., *et al.* Separation of Oil from Water by Dissolved Air Flotation, *Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 209, 15-26, 2002b.
- BARROS B. N., *et al.* Como Fazer Experimentos. 2° ed, Campinas, SP, Editora Unicamp, 2003.
- BRAILE, P.M. Manual de tratamento de águas residuárias industriais. 1° ed., São Paulo, CETESB, 1993.
- CHEN G., TAO D., An experimental study of stability of oil-water emulsion. *Fuel Processing Technology* n. 86, 499-508, 2005.
- CHIANG, S.H., HE, D. & DING, F. Multi-stage flotation column. *United States Patent* n. 5.897.772, 1999.
- COELHO, A.S.N. Desenvolvimento de eletrofloculadores para tratamento da água de produção do petróleo. *Dissertação de Mestrado*, UFAL, 64p, Maceió – AL, 2006.
- CONAMA (CONSELHO NACIONAL DO MEIO AMBIENTE). Resolução nº 357/2005, de 17 de março de 2005.
- COUTO, H. J. B. *et al.* Dissolved Air Flotation Technique for Only Effluent Treatment. In: 2<sup>th</sup> Mercosur Congresso on Chemical Engineering and 4<sup>th</sup> Mercosur Congress on Process Systems Engineering, Costa Verde, Rio de Janeiro, Brasil, *ENPROMER*, 2005.

FONSECA, R. M. R. A Importância do Aproveitamento da Água Resultante da Produção de Petróleo. *Monografia* (Especialização em Engenharia Sanitária e Ambiental), Centro de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Federal de Sergipe, Aracaju – SE, 1999.

GU, X. & CHIANG, S.H. A novel flotation column for oily water cleanup. *Separation and Purification Technology* n.16, 193-203, 1999.

LEITE, J. C. A. Estudo de um reator para eletroflotação de águas residuais da indústria do petróleo visando sua reutilização. *Exame de qualificação para doutorado*, UFCG, 172p., Campina Grande – PB, 2008.

LIMA, L. M. *et al.* Evaluation of the Hydrodynamic of an System of Extraction to the Treatment of Oily Effluents in Column of Flotation using Surfactant. In: 2<sup>th</sup> Mercosur Congresso on Chemical Engineering and 4<sup>th</sup> Mercosur Congress on Process Systems Engineering, Costa Verde, Rio de Janeiro, Brasil, *ENPROMER*, 2005.

MELO, V. M., *et al.* Non-Conventional Flotation Aiming to Reduce the Installation Área in Off-shore Platforms. In: 2<sup>th</sup> Mercosur Congresso on Chemical Engineering and 4<sup>th</sup> Mercosur Congress on Process Systems Engineering, Costa Verde, Rio de Janeiro, Brasil, *ENPROMER*, 2005.

MOTA, S. Introdução à Engenharia Ambiental. ABES – Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental. 1998.

NBR 14063, Óleos e Graxas – Processos de tratamento em efluentes de mineração, ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas, 10p. 1998.

OLIVEIRA, R.C.G. Estudo das variáveis interfaciais e operacionais na flotação de óleo por gás dissolvido. *Dissertação de Mestrado*, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 1995.

RAMALHO, J.B. Bol. Téc. Petrobrás, Rio de Janeiro, 43 (2): 100-103, abr./jun. 2000.

ROSA, J. J. Desenvolvimento de um Novo Processo de Tratamento de Águas Oleosas - Processo FF, Prêmio Jovem Cientista – Água – Fonte da Vida, 2003.

RUBIO, J. *et al.* Overview of Flotation as a Wastewater Treatment Technique. *Minerals Engineering*, vol. 15, pp. 139-155, 2002.

SANTANDER, M.E. Separação de óleos emulsificados por flotação não convencional. *Tese de doutorado*. UFRGS, 121p, Porto Alegre – RS, 1998.

SOLETTI, J.I. *et al.* Separação Petróleo-água Utilizando Flotação com Ar Dissolvido. *XV COBEQ*, 2004.

TANSEL B. & PASCUAL B. Factorial evaluation of operational variables of a DAF process to improve PHC removal efficiency. *Desalination* n. 169, 1-10, 2004.

TESSELE, F. *et al.* Os avanços da flotação no tratamento de águas, esgotos e efluentes. *Saneamento Ambiental*. v. 102, p. 30 – 36, 2004.

KOREN, J. P. F. & SYVERSEN, U. State-of-the-Art Eletrofloculation, *Filtration & Separation*, pp.153-156, 1995.