INSTITUTO DE ENGENHARIA NUCLEAR

ANA PAULA FONSECA DE ALMEIDA

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DE COLUNAS DE RECHEIO UTILIZANDO RADIOTRAÇADORES

Rio de Janeiro

2019

ANA PAULA FONSECA DE ALMEIDA

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DE COLUNAS DE RECHEIO UTILIZANDO RADIOTRAÇADORES

Dissertação apresentada ao Programa de Pósgraduação em Ciência e Tecnologia Nucleares do Instituto de Engenharia Nuclear da Comissão de Energia Nuclear, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Grau de Mestre em Ciência e Tecnologia Nucleares - Profissional em Aplicações de Técnicas Nucleares.

Orientadores: Prof. Dr. Luís Eduardo Barreira Brandão Prof. Dr. César Marques Salgado

> Rio de Janeiro 2019

ALME Almeida, Ana Paula Fonseca Caracterização e Avaliação de Colunas de Recheio Utilizando Radiotraçadores / Ana Paula Fonseca de Almeida. --Rio de Janeiro: CNEN/IEN, 2019 xvi, 65 f. il ; 31 cm Orientadores: Luís Eduardo Barreira Brandão e César Marques Salgado
Dissertação (mestrado) - Instituto de Engenharia Nuclear, PPGIEN, 2019.
1. Radiotraçadores. 2. Colunas de recheio. 3. RTD.
4. Hidrodinâmica

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DE COLUNAS DE RECHEIO UTILIZANDO RADIOTRAÇADORES

Ana Paula Fonseca de Almeida

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA NUCLEARES DO INSTITUTO DE ENGENHARIA NUCLEAR COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA NUCLEARES.

Aprovada por:

Prof. Luis Eduardo Barreira Brandão, D.Sc

Prof. César Marques Salgado, D.Sc.

Prof. Maria de Lourdes Moreira, D.Sc

Prof. Ademir Xavier da Silva, D.Sc

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL ABRIL DE 2019

A Deus por ter me sustentado até aqui.

Ao meu pai, Paulo (in memorian) e minha mãe, Dionice.

Ao meu sobrinho e afilhado, Davi. Às minhas sobrinhas, Bárbara e Lívia. Ao meu noivo, Thiago. Aos meus irmãos, Eliane e Jonas. Às minhas filhas de patas, Mel e Nina.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus que me abençoou, me sustentou, me deu forças e esteve comigo em todos os momentos.

Aos meus pais, pelo imenso amor, dedicação, carinho, compreensão e incentivo. Por sempre estarem comigo, me apoiando e ajudado em todos os momentos da minha vida. Minha Base. Eternamente grata por tudo que fizeram por mim.

Aos meus irmãos, Eliane e Jonas, que torceram por mim, pelo apoio e pelo carinho de sempre.

Às minhas sobrinhas, Lívia e Bárbara, pela torcida, apoio, carinho, compreensão nos momentos em que não pude estar presente e por sempre me alegrarem.

Ao meu sobrinho/afilhado, Davizinho, que foi um estímulo de renovo e muitas alegrias.

Ao meu noivo, Thiago, por ter me compreendido nos momentos mais críticos de estresse. Pela compreensão nos momentos que não pude estar presente, pela força, pelo incentivo, pelo carinho, e por sempre estar do meu lado.

À Dona Rosangela, pelo carinho, compreensão, torcida e pelas orações.

Às minhas filhas de patas, Mel e Nina, muito obrigada por diversos momentos de descontração e todo carinho recebido.

A todos os meus familiares, pela torcida e pelas orações.

Ao IEN por proporcionar estrutura para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao meu orientado, Brandão, pelo imenso apoio e compreensão no momento que mais precisei e que estive ausente por um tempo do mestrado, pelo carinho, pelo incentivo, pela ajuda e por todos os conhecimentos transmitidos ao longo deste tempo. Obrigada por tudo.

Ao meu orientador, César Marques pela ajuda, por cada palavra de apoio, pela compreensão, incentivo, ajuda e pelos conhecimentos transmitidos ao longo deste tempo. Obrigada por tudo.

Ao Eduardo Ramos, pela grande contribuição deste trabalho. Muito obrigada ajuda, pelas discussões dos resultados, pelo apoio, atenção e incentivo.

A todos os professores dos quais pude ter a oportunidade de conviver e por todo o conhecimento transmitido.

Às profissionais da radiofarmácia do IEN, Marcilene e Érica pelo carinho, pela torcida e pela imensa contribuição na aquisição do ⁶⁸Ga, radiotraçador utilizado neste trabalho.

À Cintia Custódio, por toda compreensão, imenso apoio, carinho, força e amizade. Não tenho palavras para agradecer por tudo que fizeste por mim. Serei eternamente grata!

À Ana Maria Braghirolli, por toda ajuda, apoio, carinho e torcida. Muito obrigada!

A Rosi e Josivaldo da DIRA, que estiveram torcendo e me apoiando. Ao carinho recebido de vocês.

Aos amigos que fiz no IEN Karoline Pereira, Luciana Carvalheira, Umberto Siciliano, Leonardo Paredes, Valéria Pastura, Maria Isabel, Carolina Barbosa, Sophia e Dácyo. Muito obrigada pela torcida, pelas conversas, pelo incentivo e pelo carinho.

A todos os funcionários do IEN. Àqueles que sempre me deram uma palavra de incentivo, de apoio e todo carinho recebido ao decorrer deste trabalho.

Aos amigos da minha turma, muito obrigada pelos momentos que passamos juntos. Pelos momentos de descontração e pelo carinho.

Aos funcionários José Miguel, Maria Lúcia, Leila Brum e Cláudia Coelho muito obrigada pelo carinho e por estarem sempre de prontidão para qualquer esclarecimento e ajuda.

Aos funcionários da Biblioteca, Almir Barbio e Marcelle Costal, por toda ajuda e presteza com a renovação do livro emprestado pela biblioteca do CCMN, pelo carinho e apoio.

Ao Coordenador do Programa de Pós-Graduação, Carlos Alexandre. Muito obrigada pela compreensão e apoio.

À professora Malu, que fez parte da minha banca e que muito contribuiu para conclusão deste trabalho.

Ao professor Ademir Xavier, do qual eu tive a oportunidade em fazer o estágio à docência na COPPE e que também foi membro da minha banca. Muito obrigada pelo incentivo e apoio.

A todos os funcionários da DIRA, pelo apoio e carinho recebido de cada um de vocês.

À Biblioteca do CCMN pelo empréstimo do livro, Fogler.

À minha terapeuta, Ailce Barros. Muito obrigada por tudo! Me ajudou a passar por vários momentos difíceis, contribuindo para o meu "bem-estar" psicológico. Muito obrigada por me ouvir! Gratidão eterna!

Aos meus amigos, Norimar, Alex, Francis, Marquinhos, minha afilhada Isabella, Cláudia Coutinho e Cláudia Basílio. Pelo carinho, torcida e compreensão nos momentos em que não pude estar presente.

Aos amigos, Rosana Paixão e Willian Hermogenes e João Luís, obrigada pelas dúvidas tiradas, pela ajuda e pelo carinho.

Ao grupo "amigas do peito" pela torcida e pelo carinho de sempre.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram e estiveram torcendo por mim

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de estudos que proporcionou o auxílio na realização deste trabalho.

" Não é sobre chegar no topo do mundo e saber que venceu É sobre escalar e sentir que o caminho te fortaleceu...."

(Ana Carolina Vilela da Costa)

RESUMO

Colunas de recheio são extremamente importantes na indústria química e são usadas para processos de purificação, separação e tratamento de misturas de gás ou líquidos. O objetivo deste trabalho foi estudar a hidrodinâmica do fluido para a caracterização de padrões de fluxo de fase aquosa na coluna de recheio, associando à metodologia das curvas da Distribuição do Tempo de Residência (RTD) para analisar e associar modelos teóricos que possam descrever as condições operacionais da coluna. A Distribuição do Tempo de Residência pode ser obtida com a utilização da técnica estímulo-resposta que é caracterizada pela injeção instantânea de um radiotraçador na entrada do sistema. Neste trabalho, foi utilizado o ⁶⁸Ga como radiotraçador. Cinco detectores cintiladores NaI(Tl) 1x1" blindados e colimados adequadamente foram posicionados para registrar o movimento de percurso do radiotraçador na coluna de recheio. Possibilitando a análise da curva de Distribuição do Tempo de Residência nas regiões de interesse. Com os dados gerados pelos detectores NaI(Tl) com a passagem do radiotraçador no interior da coluna, foi possível avaliar o perfil de fluxo da fase aquosa e identificar falhas operacionais, como canalização interna e existência de zona de retenção no interior da coluna. Foram utilizados modelos teóricos para escoamentos de fluxo diferentes: o fluxo pistão, misturador perfeito, n misturador perfeito em série e dispersão axial.

Palavras-Chave: Radiotraçadores, Colunas de recheio, RTD e Hidrodinâmica.

ABSTRACT

Packed columns are extremely important in chemical industry and are used for processes of purification, separation and treatment of gas or liquid mixtures. The aim of this work was to study the hydrodynamics of fluid for the characterization of aqueous phase flow patterns in the packed columns, associating the methodology of the curves of the residence time distribution (RTD) to analyze the theoretical models that might describe the operational conditions of the column. The residence time distribution can be obtained with the use of stimulus-response technique that is characterized by instantaneous injection of a radiotracer at the entrance to the system. In this work, the ⁶⁸Ga was used as radiotracer. Five detectors scintillators NaI(TI) 1x1" shielded and collimated properly were positioned to register the movement of radiotracer route in the packed column. Enabling the residence time distribution curve analysis in the regions of interest. The data generated by NaI(TI) detectors with the passage of radiotracer in inside the column, it was possible to evaluate the profile of flow of aqueous phase and identify operational failures, as internal plumbing and existence of retention zone within the column. Theoretical models were used to fit different flow profiles: the piston, perfect mixer, "n" perfect mixer in series and axial dispersion.

Key words: Radiotracers, filling column, RTD, hydrodynamic.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Faturamento líquido da Indústria Química Brasileira por seguimento no ano	
2018	18
Figura 2: Fenômenos dos tipos de escoamento	19
Figura 3: Representação do Efeito Fotoelétrico	28
Figura 4: Representação do Efeito Compton	28
Figura 5: Representação da Produção de Pares	29
Figura 6: Coeficientes de atenuação do chumbo em função da energia. A curva em	azul
representa o coeficiente de atenuação para o Efeito Fotoelétrico. Em vermelho, Espalhan	nento
Compton e, em verde, Produção de Pares	30
Figura 7: Curva E (t) típica medida pela técnica de traçadores	36
Figura 8: Diferentes métodos de injeção: a) Injeção em pulso; b) Injeção em de	grau;
c) injeção periódica; d) injeção aleatória	38
Figura 9: Resposta à injeção tipo pulso de Radiotraçador: a) sistema; b) ent	rada;
c) saída	39
Figura 10: Função normalizada da distribuição de tempos de residência do material - c	curva
de resposta adimensional	39
Figura 11: Esquema da representação matemática da análise de um sistema empregano	do-se
radiotraçadores	40
Figura 12: Curva característica E(t) para uma unidade com canalização	43
Figura 13: Tipos de escoamento: a) Pistonado; b) Mistura perfeita	45
Figura 14: Irregularidades no preenchimento de uma coluna de recheio: a) Desníve	el no
preenchimento; b) presença de espaço vazio no meio da coluna	46
Figura 15: Coluna de recheio composta por vários tipos de elementos internos	47
Figura 16: Ilustração de Coluna de pratos	48
Figura 17: Ilustração de Coluna com recheio estruturado	48
Figura 18: Tipos de recheio randômicos: a) Anel de Rasching; b) Sela de Berl; c) Sela Int	alox;
d) Anel de Pall; e) IMTP	49
Figura 19: Ilustração de coluna com recheio randômico	49
Figura 20: Linha de Transporte de Água	50
Figura 21: Ponto de injeção	51
Figura 22: Seringa utilizada	51
Figura 23: Gerador de ⁶⁸ Ga	52

Figura 24: Espectro gama do ⁶⁸ Ga para detector HpGe	53
Figura 25: Medidor de vazão	53
Figura 26 Coluna utilizada: a) coluna vazia; b) coluna com recheio	54
Figura 27: Coluna com obstruções: c) obstrução no meio; d) obstrução superior	55
Figura 28: Detectores Na(Tl)	55
Figura 29: Posição dos detectores Na(Tl): a) linha de transporte; b) Coluna	56
Figura 30: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h	59
Figura 31: Curva E(θ) para experimento com vazão de 200 L/h	
Figura 32: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h	60
Figura 33: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 L/h	61
Figura 34: Curva E(θ) para experimento com vazão de 400 L/h	62
Figura 35: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 L/h	62
Figura 36: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h	64
Figura 37: Curva E(θ) para experimento com vazão de 200 L/h	64
Figura 38: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h	65
Figura 39: Curva E (t) para experimento com vazão de 400 L/h	66
Figura 40: Curva E(θ) para experimento com vazão de 400 L/h	66
Figura 41: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 L/h	67
Figura 42: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h	68
Figura 43: Curva E(θ) para experimento com vazão de 200 L/h	68
Figura 44: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h	69
Figura 45: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 l/h	70
Figura 46: Curva $E(\theta)$) para experimento com vazão de 400 l/h	70
Figura 47: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 l/h	71
Figura 48: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 l/h	72
Figura 49: Curva E(θ) para experimento com vazão de 200 l/h	72
Figura 50: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 l/h	73
Figura 51: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 l/h	75
Figura 52: Curva E(θ) para experimento com vazão de 400 l/h	75
Figura 53: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 l/h	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Radiotraçadores mais utilizados em indústria	
Tabela 2: Valores do Chi-2 para vazão de 200 L/h	60
Tabela 3: Valores do Chi-2 para vazão de 400 L/	63
Tabela 4: Valores do Chi-2 para vazão de 200 L/h	65
Tabela 5: Valores do Chi-2 para vazão de 400 L/h	67
Tabela 6: Valores do Chi-2 para vazão de 200 l/h	69
Tabela 7: Valores do Chi-2 para vazão de 400 L/h	71
Tabela 8: Valores do Chi-2 para vazão de 200 L/h	74

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- ABIQUIM Associação Brasileira da Indústria Química
- NaI(Tl) Detector de Iodeto de Sódio ativado com Tálio
- ETE Estação de Tratamento de Efluentes
- GLP Gás Liquefeito de Petróleo
- IAEA Agência Internacional de Energia Atômica
- IMTP Selas Metálicas de Torres de Processos
- HpGe Detector Germânio Hiperpuro
- PIB Produto Interno Bruto
- PVC Policloreto de Vinila
- RTD Distribuição do Tempo de Residência ("Residence Time Distribution")

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	17
1 INTRODUÇÃO	17
1.1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
1.2 OBJETIVOS	25
CAPÍTULO II	
2 FUNDAMENTOS TÉORICOS	26
2.1 Radiação Ionizante	26
2.1.1 Interação da radiação γ com a matéria	27
2.2 Traçadores	30
2.2.1 Radiotraçadores	31
2. 2.2 Gerador de Radionuclídeos	34
2.3 Distribuição do Tempo de Residência (RTD)	34
2.3.1 Funções RTDs	35
2.3.2 Métodos de injeção	
2.3.3 Métodos Matemáticos para Cálculo das Curvas Características	40
2.3.4 Interpretação das curvas RTD e identificação de problemas	42
2.3.5 Metodologia Para o Cálculo da RTD Pela Técnica Dos Momentos Estatíst	icos
Associados	43
2.4 Tipos de Escoamento	44
2.5 Colunas de Recheio	46
CAPÍTULO III	50
3 MATERIAIS E MÉTODOS	50
3.1 Montagem da linha de transporte	50
3.2 Ponto de injeção do radiotraçador	51
3.3 Aquisição do ⁶⁸ Ga	52
3.4 Medidor de Vazão	53
3.5 Montagem da Coluna de Recheio	54
3.6 Posicionamento dos Detectores	55
3. 7 Programa Atomum Tracer	56
3.8 Realização dos experimentos	57

CAPÍTULO IV	
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	
4.1 Experimentos usando coluna vazia, sem a presença das esferas de acrílico para vazão d	le
200 L/h	58
4.2 Experimentos usando coluna vazia, sem a presença das esferas de acrílico para vazão d	le
400 L/h	61
4.3 Experimentos usando coluna com recheio para vazão de 200 L/h	.63
4.4 Experimentos usando coluna com recheio para vazão de 400 L/h	.66
4.5 Experimentos usando coluna com obstrução superior para vazão de 200 L/h	.68
4.6 Experimentos usando coluna com obstrução superior para vazão de 400 L/h	.70
4.7 Experimentos usando coluna com obstrução no meio para vazão de 200 L/h	.72
4.8 Experimentos usando coluna com obstrução no meio para vazão de 400 L/h	.74
CAPÍTULO V	77
5 CONCLUSÕES	.77
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	78

CAPÍTULO I

1 INTRODUÇÃO

A indústria química se faz fortemente presente em muitas atividades econômicas e em muitos bens de consumo, oferece soluções e colabora para melhoria de processos e qualidade de vida da sociedade. De acordo com a estimativa da Associação Brasileira da Indústria Química (ABIQUIM), o faturamento líquido estimado do setor no ano de 2018, foi de US\$ 127,9 bilhões de dólares, apresentando um crescimento de 5,4% superior ao ano de 2017 (ABIQUIM, 2018).

De acordo com os dados informados pela associação, no momento atual, a indústria química brasileira ocupa a sexta posição no ranking mundial, devido ao desempenho do faturamento líquido. À frente do Brasil estão: China, ocupando a primeira posição, seguida por Estados Unidos, Japão, Alemanha e Coreia (ABIQUIM, 2018).

Atualmente, o setor químico no país representa 12,0% de toda indústria de transformação, ocupando a terceira posição no Produto Interno Bruto (PIB) industrial nacional. Na Figura 1 são mostrados os seguimentos que mais contribuíram para o faturamento líquido da indústria química no país no ano de 2018. Dentre eles, o mais representativo para o faturamento foi o "produtos químicos de uso industrial" que correspondeu a US\$ 65,2 bilhões. Na sequência estão os "produtos farmacêuticos" que apresentaram lucro de US\$ 17,4 bilhões e "higiene pessoal, perfumaria e cosméticos" que atingiu um patamar de US\$ 11,2 bilhões (ABIQUIM, 2018).

Estes dados mostram que a indústria química exerce um papel fundamental na economia sendo um dos setores que mais agregam valor econômico para o país. Além disso, é responsável pela produção de uma ampla variedade de insumos para muitos setores, tais como: fertilizantes e agrotóxicos para a atividade agrícola; pigmentos, aditivos e solventes para o segmento de tintas; antioxidantes, elastômeros, aditivos, emulsificante e outros para o setor de plásticos e borrachas.



Figura 1: Faturamento líquido da Indústria Química Brasileira por seguimento no ano de 2018. (ABIQUIM, 2018)

A indústria química também tem por finalidade a transformação da matéria prima, em produtos. Um exemplo é a indústria petrolífera, onde transforma o petróleo, matéria prima bruta, em muitos derivados tais como: gás liquefeito de petróleo (GLP), querosene, gasolina, óleo diesel e diversos outros materiais com alto valor agregado como solventes, fertilizantes e resinas.

Em toda planta industrial a matéria prima passa por uma série de etapas como: separação, purificação e transformação. E para isto, são utilizados diversos equipamentos, como: vasos de pressão, filtros, trocadores de calor, reatores e colunas de recheio ou torres de recheio que são utilizadas em muitos processos, tais como: destilação, absorção, adsorção, fracionamento, extração, entre outros.

Para que tais processos tenham um bom desempenho, faz-se necessário que estes equipamentos operem sem anomalias. Caso contrário, pode vir a situações em que uma irregularidade no interior do equipamento pode provocar perda de matéria prima, alteração na qualidade do produto e em alguns casos mais graves a ocorrência de acidentes com riscos ambientais, provocando prejuízos econômicos para a instalação.

Geralmente, nessas instalações, após um tempo de uso podem surgir alguns fenômenos de escoamento no interior dos equipamentos, como: canalização, curto circuito, zona de estagnação e zona morta. Fenômenos como estes, devem ser evitados em todos os equipamentos de processo, em razão de prejudicar o desempenho da unidade EVENSPIEL, 2000). A Figura 2 mostra alguns desses escoamentos.



Figura 2: Fenômenos dos tipos de escoamento. (Levenspiel, 2000)

Quando ocorrem falhas nestes equipamentos, o processo de produção tem que ser interrompido para que seja feita uma inspeção no equipamento com o intuito de identificar a anomalia e assim solucionar o problema.

A grande dificuldade em identificar e localizar estes problemas é muito mais frequente nas colunas de recheio, pois estas unidades são recipientes fechados, o seu interior é composto por recheios cuja finalidade é promover uma imensa superfície de contato para transferência de massa e/ou energia entre as fases do fluido que escoam pela coluna, mantendo o contato ininterrupto em toda a extensão do leito recheado (CALDAS, 2007); Além de possuir paredes externas, geralmente de aço, com espessura considerável e com revestimento térmico, o que impede que técnicas convencionais possam ser aplicadas para a localização dessas anomalias.

Comumente, as plantas de transformação química/petroquímica operam em regime contínuo e parar o funcionamento de uma coluna de recheio sem que a equipe de manutenção saiba onde está localizado o problema, pode provocar uma interrupção geral da planta por um período maior do que o necessário. Assim, dispor de uma técnica que permita a análise em tempo real sem que seja necessária a paralisação de toda a atividade da coluna é de grande interesse.

Esse é o diferencial da área dos radiotraçadores, que por sua característica de penetrabilidade da matéria, permite que sejam realizadas inspeções não invasivas. Além de ser uma metodologia segura; é uma das que possibilita diagnóstico em tempo real (IAEA, 2001).

A utilização do radiotraçador permite a elaboração precisa de uma curva característica da coluna, denominada curva Distribuição do Tempo de Residência, RTD (DANCKWERTS, 1953).

A técnica está fundamentada na injeção de material marcado com um isótopo radioativo, o radiotraçador, que pode ser inserido no fluido que escoa pela coluna e dispondo-se de detectores de radiação posicionados externamente à coluna é registrada toda a movimentação do fluido em seu interior.

Analisando a curva de resposta do detector posicionado no início da coluna e comparando com a curva de resposta de outro detector posicionado na saída da coluna, é possível obter a curva resposta da coluna e assim identificar as situações de falhas operacionais. O emprego de radiotraçadores para elaboração de modelos que descrevam as reais condições operacionais de uma coluna de recheio é de suma importância para o desempenho do processo.

Esta técnica está exercendo um papel cada vez mais significativo na indústria. É usada para investigar e diagnosticar causas específicas do déficit de operação de processos industriais e apresenta uma ótima relação custo/benefício (IAEA, 2004).

1.1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A metodologia que faz uso dos radiotraçadores está disponível em vários manuais, principalmente os de divulgação da Agência Internacional de Energia Atômica (Technical Reports Series No.423; TRAINING COURSE SERIES No. 31- IAEA, 2004) onde são listados vários campos de uso industriais dos radiotraçadores.

Danckwerts (1953) descreve as funções Distribuição do Tempo de Residência com o intuito de esclarecer alguns dos problemas apresentados em sistemas de fluxo contínuos, elucidando como o comportamento do fluxo pode ser investigado. O autor mostra também diagramas representativos de alguns tipos de modelos como o escoamento tipo fluxo pistão perfeito, fluxo pistão com mistura longitudinal e misturador perfeito com volume morto.

Hull (1957) estudou o padrão de fluxo de materiais em equipamentos industriais utilizando radiotraçadores e contador de Geiger para obter informações sobre o escoamento dentro das unidades. Foi modelado o escoamento em uma coluna de pratos, em uma coluna de destilação a vácuo e o escoamento em um reator de craqueamento catalítico. Estudou a dinâmica do escoamento de fluidos nos tubos de elevação de gás usados para transportar o catalisador para o topo do reator. Para todos os experimentos, os radiotraçadores empregados foram o ⁹⁵Nb e ¹²⁴Sb.

Ferreira (1976) pesquisou o comportamento dinâmico da água de um aquífero situado na região da baixada de Jacarepaguá, no estado do Rio de Janeiro. A medida de velocidade de filtração e a direção de fluxo do lençol de água subterrânea foram determinadas com a utilização da metodologia de diluição pontual, empregando-se os radiotraçadores ⁸²Br e ¹⁹⁸Au. Para obtenção dos resultados, diferentes tipos de detectores nucleares foram utilizados, sendo eles: sonda direcional G.M., sonda multidirecional G.M. e sonda de cintilação.

Azeredo (1985) estudou o comportamento da hidrodinâmica do fluxo de uma unidade de decantação primária de uma estação de tratamento de esgoto, situada na Ilha do Governador, cidade do município do estado do Rio de Janeiro. A técnica utilizada para o estudo consistiu na injeção feita com o radiotraçador ⁸²Br e traçadores fluorescentes (Amidorodamina G- Extra, Rodamina B, Eosina e Uranina). Foi feita a comparação entre o desempenho dos diferentes traçadores.

Yianatos *et al* (1994) investigaram a distribuição do Tempo de Residência da fase gasosa em duas colunas de flotação. Sendo uma coluna em escala piloto e outra em escala industrial. Nos estudos da coluna em escala piloto, foi desenvolvida a metodologia para manipulação, injeção e detecção do gás radioativo em vários níveis na coluna. Foi utilizada a mesma metodologia para a coluna em escala industrial. O estudo fundamentou-se na análise da distribuição do tempo de residência da fase gasosa para a coluna em escala industrial, que realiza o processo de limpeza do mineral molibdenita. Para ambas as colunas foi utilizado o gás ⁸⁵Kr como radiotraçador.

Blet *et al* (1999) investigaram as características de fluxo das fases gás/líquido de uma coluna em escala piloto, preenchida aleatoriamente com anel de *rasching* e com funcionamento em contracorrente. As fases gasosa e líquida da coluna foram marcadas, respectivamente, com os isótopos ⁴¹Ar e ⁸²Br na forma de brometo de amina (NH₄Br). Foram utilizados detectores de cintilação, NaI, posicionados em diferentes locais ao longo da coluna e foram determinadas a dispersão e velocidades de ambas as fases.

Brandão (2001) utilizou a metodologia da distribuição do tempo de residência para estudar e avaliar plantas de tratamento de esgoto com a utilização de traçadores radioativos. Para este estudo, o pesquisador utilizou os radioisótopos ⁸²Br para a fase líquida e ¹⁴⁰La para a fase sólida. No mesmo trabalho, foi desenvolvido o programa Fortran TRAÇADORES, onde pode se analisar a função resposta das unidades de curva de RTD. Com a técnica foi possível identificar falhas da fase sólida no interior dos tanques e a mesma metodologia foi aplicada neste trabalho de mestrado.

Burkhardt *et al.*, (2002) para estudar a dinâmica da direção do fluxo bifásico em plantas de bancada de hidrotratamento catalítico. Empregou-se o estudo da distribuição de residência em que foi utilizado o radiotraçador ⁸²Br e detectores na entrada e na saída do leito do reator para registrar o percurso do radiotraçador em seu interior. A velocidade média e o coeficiente de dispersão axial do líquido foram determinados usando-se o modelo de dispersão de pistão axial; desse modo foi possível identificar em qual direção do fluxo a dispersão axial líquida tem maior probabilidade de acorrer.

Através da técnica de traçadores radioativos gama, Santos (2005), realizou o estudo do comportamento dinâmico de uma coluna de flotação piloto. Avaliando também a aplicação da técnica em um condicionador e em uma coluna de flotação em escala industrial. Sendo a flotação em coluna um sistema trifásico, foi possível realizar

o estudo da distribuição do tempo de residência (RTD), fazendo-se injeções pulsadas do radiotraçador e obtendo-se os dados através dos detectores de cintilação de iodeto de sódio, ativado com tálio, NaI (Tl).

Sassaki (2005) estudou a macro-mistura da fase líquida em tanques de aeração, alimentados com vazão constante e variável, e pode comprovar a utilização da técnica estímulo-resposta. Determinando-se as Distribuições de Tempo de Residência de maneira a obter as curvas para ajustar aos modelos de escoamento. A macro-mistura foi modelada como tanques agitados em série com e sem retromistura.

Chen *et al.*, (2006) avaliou a hidrodinâmica de um reator de coluna de bolhas durante o processo de síntese do éter dimetílico (DME), para este estudo foram empregados o radiotraçador ⁴¹Ar para a fase gasosa e o óxido de manganês em pó (⁵⁶Mn) para marcação das partículas de catalisador. Cada radiotraçador foi injetado separadamente no reator. Os dados da mistura da síntese do DME, foi adquirido pelos detectores de cintilação NaI posicionados, externamente, em vários pontos ao longo do reator; e que forneceu informações sobre o tempo de residência de cada substância injetada. Foi adotado o modelo de recirculação gás-líquido, modelo capaz de avaliar as características de mistura para vários processos de conversão de gás.

Din *et al.*, (2013) utilizaram a técnica de radiotraçadores como base de estudos para analisar as características hidrodinâmicas da fase contínua do escoamento (água/querosene) em uma coluna de extração de placa de peneira pulsada. Foram realizadas varias injeções de radiotraçadores (⁶⁸Ga), com o objetivo de medir a velocidade superficial da fase dispersa. Foi utilizado modelo de Dispersão Axial para simulação das características hidrodinâmicas do sistema.

Ortwein *et al.*, (2014) investigou a distribuição do tempo de residência (RTD) de um reator de oxidação em uma universidade na Alemanha, onde foi feita uma instalação de teste de oxidação parcial de alta pressão. Este reator operou em diferentes geometrias e alimentações para diferentes processos de gaseificação de alta pressão para produção de gás de síntese. Três modos diferentes foram projetados. O modo: ATR (Reforma Catalítica Autotérmica); Gas-POX (Oxidação Parcial do gás natural) e MPG (Gasificação Multifuncional). Para os testes, foi utilizado o ⁴¹Ar como radiotraçador e detectores de cintilação Na(TI) para registro dos sinais do radiotraçador na unidade.

Apesar de existir três modos de processamento distintos, apenas os modos ATR e MPG foram estudados.

Pant e Sharma (2015) através da utilização do radiotraçador ⁸²Br, o autor investigou um reator de oxidação em escala industrial, que em sua operação produz dimetil tereftalato (DMT). Foram determinadas as funções Distribuição do tempo de residência (RTD) e o tempo médio de residência (MRT) e analisou-se o grau de mistura axial da fase orgânica no oxidante. Para estes dados foi utilizado um modelo de tanque agitado ideal utilizando um reator de fluxo de encaixe em fluxo de recirculação para simular os dados de RTD medidos com o radiotraçador e monitorado através da utilização de dois detectores de cintilação, posicionados na entra e na saída do reator. Baseado nos dados da simulação foi possível estimar o tempo médio de residência no fluxo do oxidante e a corrente de reciclagem. O radiotraçador utilizado foi o ⁸²Br.

Kumar *et al.*, (2017) com a utilização da técnica de radiotraçadores, investigaram mediante a distribuição do tempo de residência o *holdup* e a dispersão axial da fase líquida de uma coluna de troca catalítica em escala piloto, onde operou em diferentes condições de taxas de fluxo de gás e líquido, além de ter sido utilizado dois tipos diferentes de empacotamento: o catalisador puro e um conjunto de catalisadores e anéis cerâmicos de Raschig. Injetando-se o radiotraçador, ⁸²Br, na linha de alimentação de água pode-se obter a concentração do traçador na entrada e na saída da coluna com o uso de dois detectores de cintilação NaI.

Goswami *et al.*, (2017) investigaram a dinâmica de fluxo da fase líquida em uma coluna de pratos de peneira pulsada. Para este estudo foi utilizado o radiotraçador ^{99m}Tc. Medidas da Distribuição do Tempo de Residência foram feitas em diferentes situações de operação. Detectores de cintilação NaI(Tl) foram usados para registrar a concentração do radiotraçador na entrada e na saída da coluna. Para a simulação das curvas de RTD medidas experimentalmente, foram utilizados dois modelos matemáticos, o modelo de dispersão axial e tanques em séries com retromistura.

1.2 OBJETIVOS

O objetivo desse trabalho é desenvolver a metodologia que empregue radiotraçadores e as funções Distribuição do Tempo de Residência (RTD) para avaliar o perfil de deslocamento do fluido no interior de uma coluna de recheio.

Tratando-se de escoamento de fluxo em unidade complexa e existindo a necessidade de descrever as reais condições operacionais em uma coluna de recheio, temos como objetivos secundários:

- Implementar modelos que descrevam as condições operacionais de uma coluna de recheio em tempo real;
- II. Determinar os parâmetros característicos de cada modelo de escoamento para caracterizar o tipo de problema que está ocorrendo no interior da coluna.

As seguintes etapas foram primordiais para o desenvolvimento deste trabalho:

- I. Montagem e adaptação da linha de transporte da água;
- II. Adaptação do injetor de radiotraçador na linha de transporte de água;
- III. Montagem e instalação da coluna de recheio.

CAPÍTULO II

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Neste capítulo será feita uma abordagem teórica para um melhor entendimento da proposta metodológica utilizada neste trabalho. Serão descritos os seguintes assuntos, como: radiação, radiotraçadores, RTD, escoamento e colunas de recheio.

2.1 Radiação ionizante

De modo geral, define-se radiação a energia emitida ao meio pelo núcleo atômico ou pela camada eletrônica, quando estes possuem energia em excesso.

A radiação ionizante é quando uma partícula ou onda eletromagnética interagem com a matéria, sendo capaz de arrancar elétrons das moléculas ou dos átomos, transformando-os em íons.

A seguir, um breve resumo será abordado sobre radiação ionizante.

Para a área de física nuclear aplicada, as de maior interesse são: os raios X e raios gama (γ). (Tauhata e Almeida, 1981; Okumo, 1998). Estes, apresentam energia entre alguns keV e milhares de MeV, não possuem massa de repouso nem carga e viajam à velocidade da luz (300 mil km.s⁻¹).

A emissão e a absorção de energia, das ondas eletromagnéticas, ocorrem em quantidades discretas de energia, ou seja, a energia é quantizada; denominando-se fótons. A energia E de um fóton é representada pela Equação 1.

$$E = hf \tag{1}$$

Onde:

h = constante de Planck e equivale a 4,14 x 10^{-15} eV. s f = frequência da onda eletromagnética (s⁻¹)

Ou seja, sendo a energia do fóton diretamente proporcional à frequência da onda eletromagnética, maior será a energia dos fótons, quanto maior for a frequência da onda. Isso mostra que os fótons de raios X e raios γ possuem maior energia, tornando-os ionizantes (Okumo, 1998).

2.1.1 Interação da radiação y com a matéria

A compreensão da interação da radiação γ com a matéria, torna-se importante devido a técnica dos radiotraçadores, com o meio de análise utilizado. Do qual consiste em um conjunto de detectores de NaI(Tl) posicionados externamente a unidade de estudo, utilizados para captar os raios gama emitidos pelo radiotraçador.

Entre os diversos mecanismos de interação fóton - matéria, podemos citar: o Efeito Fotoelétrico, Efeito Compton e a Formação de Par. A probabilidade de um tipo de interação acontecer está relacionada ao comprimento de onda da radiação, isto é, à sua energia e também do número atômico do material absorvedor. Em todos esses mecanismos a energia parcial ou total dos fótons de raios gama é transferida para os elétrons. Onde, o fóton desaparece por completo ou é espalhado (Knoll, 2000).

I. Efeito Fotoelétrico

Ocorre a interação de um fóton com um átomo absorvente, onde este fóton é absorvido por completo pelo átomo e toda a sua energia é transferida para um único elétron orbital (normalmente da camada K) que é ejetado pelo átomo com energia cinética (Ec) bem definida, conforme Equação 2.

$$Ec = h. v - Be \tag{2}$$

Onde:

h = constante de Planck (keV) v = frequência da radiação (s⁻¹) Be = energia de ligação do elétron orbital (keV)

O efeito fotoelétrico está representado na Figura 3.



Figura 3: Representação do Efeito Fotoelétrico. (Tauhata et al., 2014)

II. Efeito Compton

No efeito Compton, o fóton incidente é espalhado por um elétron do material absorvente, onde parte da energia do fóton é transferida para o elétron. O fóton, após ser espalhado, continua sua trajetória com menor energia e direção diferente da incidente, conforme representado na Figura 4.



Figura 4: Representação do Efeito Compton. (Tauhata et al., 2014)

E Equação 3 expressa a energia do fóton espalhado, utilizando as leis da conservação de energia e momento. Onde a energia do fóton espalhado (hv') depende do ângulo de espalhamento e da energia do fóton incidente, em relação a direção do fóton incidente (Knoll, 1999).

$$hv' = \frac{hv}{1 + \frac{hv}{m_0 c^2} (1 - \cos \theta)}$$
(3)

Onde:

hv = energia do fóton incidente (keV) m_oc^2 = energia de repouso do elétron (511 keV) θ = ângulo de espalhamento.

III. Produção de Par

Neste efeito, o fóton incidente com energia superior a 1,022 MeV, quando se aproxima de um núcleo com número atômico elevado, interage com o forte campo elétrico nuclear, onde o fóton é absorvido e toda sua energia se converte em energia cinética e em massa de repouso de um par de elétron-pósitron. A Figura 5 ilustra como ocorre esta interação.



Figura 5: Representação da Produção de Pares. (Tauhata et al., 2014)

A Figura 6 mostra as curvas do coeficiente de atenuação desses mecanismos, em razão da energia do material (chumbo). Para todos os elementos da tabela periódica, que tem número atômico baixo e que a energia dos fótons está entre algumas centenas de keV e alguns MeV, ocorre a atenuação do *Espalhamento Compton*. Para materiais com número atômico elevado, e raios gama de baixa energia "surge" a interação do *Efeito Fotoelétrico* e para energia de raios gama superior a 1,022 MeV, aproximadamente, ocorre a interação *Produção de Pares*.



Figura 6: Coeficientes de atenuação do chumbo em função da energia. A curva em azul representa o coeficiente de atenuação para o Efeito Fotoelétrico. Em vermelho, Espalhamento Compton e, em verde, Produção de Pares. (Sá,2017)

2.2 Traçadores

Os traçadores são muito utilizados em estudos que abrangem o perfil de deslocamento de um fluido, tanto a níveis superficiais quanto a níveis subterrâneos; em sistemas abertos ou fechados; conjunto simples ou complexos (Silva et al., 2009; Ramos, 2006 e IAEA, 2008).

São definidos como traçadores, qualquer substância cujas características permitem fazer a "marcação" de uma determinada população¹ inserida em um meio², e assim observar e identificar o seu comportamento à medida em que percorre o sistema ou parte dele (Silva *et al.*, 2009).

¹ Porção de material e/ou moléculas

² Meio de estudo/sistema ou conjunto

Classificam-se os traçadores em duas categorias: naturais e artificiais. Os naturais são aqueles provenientes do meio de estudo. Dentre os mais comuns, podem ser citados:

- ▶ Isótopos ambientais (${}^{14}C, {}^{3}H, {}^{2}H, {}^{18}O/{}^{16}O, {}^{14}N, {}^{40}k$)
- Fauna e flora (pelo acompanhamento de espécies vegetais e animais)

Os traçadores artificiais são substâncias inseridas propositadamente ao ambiente de estudo. Essa categoria de traçadores é a mais utilizada no meio ambiente e nas indústrias, pois fornecem dados e descrevem as reais condições da hidrodinâmica do escoamento. Exemplos de alguns traçadores artificiais utilizados em indústria e meio ambiente são mencionados abaixo.

- Corantes Fluorescentes: Piranina, Uranina Eosina
- Químicos: cloreto (sódio), brometo (potássio), iodeto (potássio)
- \blacktriangleright Radioativos: ⁵¹Cr, ⁸²Br, ⁶⁰Co, ¹³⁷C

2.2.1 Radiotraçadores

Estudos realizados no século XX, pelo físico Húngaro George de Hevesy, revelam que a utilização dos isótopos radioativos como elemento marcador, representa uma das mais fascinantes técnicas descobertas no século passado (Bitelli,1982). Sendo empregados em diversos processos físicos, químicos e biológicos (IAEA, 2008).

Os radiotraçadores, são substâncias marcadas com isótopo radioativo e quando inserido ao meio de estudo, permite fácil detecção e medição através da energia emitida e captada por detectores de cintilação NaI.

A utilização desta técnica possui utilidade relevante, sendo empregada na medicina com o uso dos radiofármacos; na agricultura, fornecem dados de taxas e velocidade de absorção de fertilizantes; na indústria é empregado para detecção de falhas em equipamentos como bloqueios em tubulações, vazamentos, vazão, volume morto, eficiência de mistura, by-pass entre outros.

Em meados do século passado, os radiotraçadores foram utilizados pela primeira vez na solução de problemas na indústria. A Tabela 1 mostra os radiotraçadores mais utilizados em indústrias.

Isótopo	Meia-vida	Energia (Mev)	Forma química	Fase de rastreamento
³ H	12,6 a	β 0,0018 (100%)	Água tritiada	Aquoso
²⁴ Na	15 h	γ 1,37 (100%) 2,75 (100%)	Carbonato de sódio	Aquoso
⁸² Br	36 h	γ 0,55 (70%) 1,32 (27%)	Brometo de amônio p-dibromo benzeno Dibromobifenil CH ₃ Br, C ₂ H ₅ Br	Aquoso Orgânico Orgânico Gás
¹⁴⁰ La	40 h	γ 1,16 (95%) 0,92 (10%) 0,82 (27%) 2,54 (4%)	Cloreto de lantânio Óxido de lantânio	Aquoso/Sólido Sólido
¹⁹⁸ Au	2,7 d	γ 0,41 (99%)	ácido cloroáurico	Aquoso/Sólido
¹⁹⁷ Hg	2,7 d	γ 0,077 (19%)	Mercúrio Metálico	Mercúrio
¹³¹ I	8,04 d	γ 0,36 (86%) 0,64 (9%)	Potássio ou Iodeto de Sódio Iodobenzeno	Aquoso Orgânico
⁵¹ Cr	28 d	γ 0,320 (9,8%)	Cr, EDTA, CrCl ₃	Aquosa
^{99m} Tc	бh	γ 0,14 (90%)	Pertecnetato de sódio	Aquosa
⁴⁶ Sc	84 d	γ 0,89 (100%) 1,84 (100%)	Óxido de Escândio Cloreto de Escândio	Sólido Aquoso/Sólido
¹³³ Xe	5.27d	γ 0,08 (100%)	Xenônio	Gás
⁸⁵ Kr	10,6 a	γ 0,51(0,7%)	Criptônio	Gás
⁷⁹ Kr	35 h	γ 0,51(15%)	Criptônio	Gás
⁴¹ Ar	110 min	γ 1,29(99%)	Argônio	Gás
⁶⁸ Ga	67 min	γ 511	Cloreto de Gálio	Aquosa

Tabela 1: Radiotraçadores mais utilizados em indústria (AIEA, 2008)

A aplicabilidade do uso dos radiotraçadores foi expandida, a fim de solucionar problemas e aprimorar processos industriais, fornecendo diagnóstico em tempo real (IAEA, 2004).

Algumas características que o radiotraçador deve possuir antes de ser inserido no meio de estudo são listadas a seguir (Ramos 2013):

- O radiotraçador deve possuir compatibilidade física/química com o fluido a ser rastreado, pois em algumas circunstâncias, pode acontecer, do radiotraçador inserido no sistema se deteriorar, mudar de fase, ocorrer absorção ou adsorção indesejáveis, ocorrer interação química com os elementos do sistema, ocasionando resultados imprecisos;
- A meia-vida do radiotraçador deve ser adequada com o tempo da aferição e o tempo de armazenagem. Ainda assim, é indicado que se escolha um radiotraçador com o tempo de meia-vida curto, em termos de proteção radiológica;
- A energia e o tipo de radiação emitida, uma vez que é utilizado um volume de radiotraçador inferior ao fluido de estudo. O radiotraçador deve emitir energia suficiente para ser identificado pelo detector. Nessa perspectiva, os radiotraçadores emissores gama são os mais apropriados, por apresentarem características de alta detecção.

Quando as circunstâncias do sistema não propiciam a ativação direta de elementos presentes no interior da unidade, utiliza-se radiotraçadores com propriedades físico/química e com hidrodinâmica aproximada ao material de uso (Brandão 2002). Portanto, a seleção de um radiotraçador apropriado é crucial para o sucesso de estudo de rastreamento, para obtenção de resultados confiáveis e significativos.

A AIEA listou algumas vantagens da utilização dos radiotraçadores. Uma delas está relacionada ao fato de que é mais fácil a detecção que os isótopos não radioativos dos mesmos elementos. Outras vantagens são listadas abaixo:

- O uso de radiotraçadores pode ser apliacado na maioria das plantas industriais, devido eles terem alta sensibilidade de detecção para concentrações extremamente pequenas;
- Devido a ínfima quantidade utilizada, quando injetada, não ocorre pertubações a no sistema sob investigação;
- Possibilidade de medições "in situ", o que favorece informações em um menor período de tempo;
- Um radiotraçador emissor de gama pode ser identificado emregando-se detectores posicionados externamente a unidade, essa carcterística é extremanete favorável para análises em plantas industriais;

- O grande fator do radiotraçador desaparer do meio em estudo pele fator de diluição e pelo decaimento radioativo possibilita a repetibilidade dos testes;
- Diversos radiotraçadores podem ser utilizados concomitantemente, devido as características de emissão de radiação, pode-se identificar o radiotraçador, através da espectrometria gama, ou seja, a medição pode ser feita com precisão, sem interferência de outros elementos contidos no sistema.

2.2.2 Gerador de Radionuclídeos

Neste tópico será abordado de forma sucinta o princípio fundamental do Gerador de Radiotraçadores, do qual consistiu apenas, em adquirir o radiotraçador ⁶⁸Ga.

O gerador de radioisótopo é um dispositivo que, através do decaimento do um radionuclídeo com o tempo de meia-vida longo (pai), origina outro radionuclídeo com tempo de meia-vida curto (filho).

A grande vantagem dos geradores, é a possibilidade de obtenção dos radiotraçadores independente das instalações de irradiação, ou seja, não precisa de um acelerador de partículas para produzir radiotraçadores, tornando-os disponíveis próximos do local de investigação. Este tipo de dispositivo é uma iniciativa para produção de radiotraçadores em estudos de processos industriais (IAEA, 2013).

Uma das pesquisas relevantes quanto ao emprego da técnica dos radiotraçadores, está relacionado ao estudo da Distribuição do tempo de residência em colunas de uso industrial.

2.3 Distribuição do Tempo de Residência (RTD)

Fortemente associadas à técnica dos radiotraçadores, as RTDs proporcionam resultados direto na avaliação de processos contribuindo na melhoria da qualidade final do produto. Amplamente aplicada em processos químicos e muito utilizada no campo ambiental, poluição, setores de processamento mineral, ETE e até mesmo em aplicações biotecnológicas (Torres, 1998; IAEA, 2001), a técnica da Distribuição do Tempo de Residência tem sido bastante explorada em diversas pesquisas, como

diagnóstico de misturas imperfeitas e identifica a causa do mau funcionamento em equipamentos industriais (IAEA, 2008).

A ideia em utilizar a Distribuição do Tempo de Residência foi inicialmente proposta por MacMullin e Weber para estudar o desempenho de reatores químicos. Porém, o conceito não foi muito explanado até o início dos anos 1950. Em 1953 o Prof. P.V. Danckwerts, estruturou de forma organizada e definiu determinadas funções de probabilidade ao qual chamou de Funçoes Distribuições do Tempo de Residência que permitem estudos em processos industriais de unidades complexas. A partir deste momento, este assunto teve um grande crescimento e passou a seguir a nomenclatura de Danckwerts (Fogler, 2013).

2.3.1 Funções RTDs

Ao percorrer a unidade, cada partícula do radiotraçador possui a sua "história", devido o tempo em que permaneceu no interior do equipamento, em termos estatísticos, definido como Função Distribuição de Probabilidade (Funções de Idade); cuja principal vantagem é a possibilidade de estudar os mecanismos e processos que surgem no interior da unidade, com o levantamento da curva resposta do radiotraçador e assimilando a problemas operacionais existentes (Brandão, 2003).

As Funções RTDs (Danckwerts 1953) viabilizam a discriminação de possíveis problemas encontrados em sistemas como: canalização, *bypass*, curto-circuito e existência de volume morto (Kasban, 2010).

Em 2001, Brandão descreveu em sua tese de doutorado as funções RTDs, postuladas por Danckwerts. O texto completo, assim como as funções e as curvas correspondentes para cada função encontram-se em sua tese. Abaixo, será abordado, de forma sucinta a descrição dessas funções RTDs.

• I (t) - Função Distribuição da Idade Interna: representa a distribuição da idade de elementos dentro da unidade;

• E (t) - Função Distribuição do Tempo de Residência: representa a distribuição de idades de elementos do fluido que saíram da unidade num tempo (t). Também conhecida como distribuição de frequências da idade do fluido;

• F (t) - Função Acumulativa do Tempo de Residência: representa a fração total de material que passou pela unidade até um instante de tempo (t);

• Λ (t) - Função Intensidade: definida como a fração do fluído com idade t que deixará a unidade num intervalo de tempo entre o instante de tempo (t) e (t + Δ t);

 τ - Tempo Médio de Residência: tempo médio gasto pelo fluido para percorrer toda a unidade.

Dentre as funções RTDs apresentadas acima, apenas, a " \mathbf{E} (\mathbf{t})" e " $\boldsymbol{\tau}$ " serão utilizadas neste trabalho.

 E (t) - Quando elementos de um fluido seguem caminhos diferentes através de um sistema, podem levar tempos diferentes para percorrer todo o recipiente. A distribuição destes tempos para o fluxo de fluido ao deixar o recipiente é chamada de função de distribuição de tempo de residência, E(t), ou distribuição de idade de saída. A Figura 7 ilustra a representação da curva característica da função E(t).



Figura 7: Curva E (t) típica medida pela técnica de traçadores. (Brandão, 2001)

Matematicamente a função, E(t), é expressa pela Equação integral (4) e representa a fração de material que passou pela unidade no intervalo de tempo t e t + dt.

$$\int_0^\infty E(t)dt = 1 \tag{4}$$
A fração de radiotraçador com menor idade do que (t) está representada pela região hachurada na curva E(t) e é dada pela Equação 5.

$$\int_0^t E(t')dt' \tag{5}$$

E a fração mais antiga é representa área da curva em "branco" é dada pela Equação 6.

$$\int_{t}^{\infty} E(t')dt' = 1 - \int_{0}^{t} E(t')dt'$$
(6)

• (τ) - O Tempo Médio de Residência é representado pela Equação 7.

$$\tau = \int_{t_i}^{t_f} t * E(t) dt \tag{7}$$

Onde:

 t_i - início do processo t_f - final do processo

Para colaborar na identificação de problemas nas unidades é utilizado o fator adimensional (θ). Definido com relação entre o tempo decorrido após a injeção do material marcado na unidade e o tempo médio de residência τ , representado pela Equação 8.

$$\theta = \frac{t}{\tau} \tag{8}$$

Onde: t - tempo τ - tempo médio

Representando a variável (θ) para a Função E(t) tem-se, a Equação 9:

$$E(\theta) = \tau * E(t) \tag{9}$$

Também é definido um tempo de residência médio θ_{ad} para a variável admensional como mostra a Equação 10. Para a unidade, operando em condições corretas $\theta_{ad} = 1$

$$\theta_{ad} = \int_0^\infty \theta' * E(\theta') d\theta'$$
(10)

As RTDs são experimentalmente determinadas pela técnica estímulo/resposta, no qual, consiste em injetar um pequeno volume de radiotraçador em um ponto específico do recipiente de estudo e acompanhar por meio de detectores, o escoamento do radiotraçador pelo interior da unidade.

2.3.2 Métodos de injeção

A Figura 8, ilustra os diferentes tipos de injeções que podem ser utilizados para estudar escoamentos em recipientes. Os métodos de injeção comumente utilizados são *injeção em pulso e injeção em degrau* (Levenspiel, 2000).



Figura 8: Diferentes métodos de injeção: a) Injeção em pulso; b) Injeção em degrau; c) injeção periódica; d) injeção aleatória. (Levenspiel, 2000)

Neste estudo, somente será utilizada injeções tipo "pulso" rápido. Este método injeção, consiste em injetar uma quantidade de radiotraçador, repentinamente, na corrente de alimentação que entra no sistema, de uma só vez.

Ao sair da unidade, a resposta registrada, normalizada, fornece imediatamente a curva E(t), representada pela Equação 11.

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^\infty C(t).dt}$$
(11)

Onde:

C (t) - representa a concentração do radiotraçador no meio no instante de tempo t.

A Figura 9 representa a forma esquematica das curvas típicas de concentraçãotempo na entrada (b) e na saída (c) de uma coluna de recheio arbitrária, após a injeção tipo pulso, feita na corrente de alimentação do sistema (a).



Figura 9: Resposta à injeção tipo pulso de Radiotraçador: a) sistema; b) entrada ; c) saída. (Fogler, 2013)

Quando normalizada em função das variáveis concentração-tempo, a curva C(t) resulta na curva resposta adimensional $E(\theta)$, conforme ilustrada na Figura 10, onde representa a distribuição de tempos de residência do material no sistema.



Figura 10: Função normalizada da distribuição de tempos de residência do material – curva de resposta adimensional. (Sassaki, 2005)

2.3.3 Métodos Matemáticos para Cálculo das Curvas Características

A Figura 11 mostra o esquema da representação matemática da análise de um sistema empregando-se radiotraçadores. (Brandão, 2003).



Figura 11: Esquema da representação matemática da análise de um sistema empregando-se radiotraçadores. (Brandão, 2003)

O processo inicia-se pela entrada de uma pequena porção de material marcado na unidade por meio de uma injeção (instantânea ou contínua) e o seu deslocamento monitorado em pontos específicos por meio dos detectores cintiladores. As alterações causadas na distribuição do radiotraçador no meio estão relacionadas aos processos que estão ocorrendo no interior da unidade, sendo a resposta registrada na saída dependente tanto da ação do sistema como do processo de injeção do radiotraçador. A concentração do radiotraçador no meio é diretamente proporcional à taxa de contagem registrada no detector. Define-se então a seguinte Equação de Convolução,12, representada na forma de operadores. (Brandão, 2001)

$$y(t) = x(t) \otimes E(t)$$
(12)

Onde:

x (t) – Medida da taxa de contagem da nuvem do radiotraçador na entrada da unidade.

y (t) – Medida da taxa de contagem da nuvem do radiotraçador na saída da unidade.

E (t) – Curva característica da unidade.

Pode ser representada pela Equação geral 13:

$$y(t) = \int_0^\infty x(t) \cdot E(t - t')dt'$$
 (13)

A identificação precisa da curva característica da unidade depende da correção de possíveis flutuações nos sinais de X (t) e Y (t) registrados nos detectores, da escolha do processo de injeção que define a forma de X(t) e do método matemático empregado para resolver-se a Equação da Convolução.

Para o caso das medidas experimentais, o cálculo é obtido pela Equação 14:

$$E(t) = \frac{C(t_i)}{\Sigma C(t_i) \Delta t_i}$$
(14)

Onde:

C (t_i): Contagem registrada pelo detector NaI(Tl) no instante t_i Δ t_i: Intervalo de tempo em cada contagem

Aplicando-se o operador matemático da Transformada de Laplace (L), para a Equação de Convolução, é obtida a Equação 15:

$$L[y(t) = L[x(t) \otimes E(t)]$$
(15)

Por definição das propriedades da transformada de Laplace pode-se escrever:

L[y(t)] - y(s) $L[x(t) \otimes E(t)] - x(s). E(s)$

Então, no espaço da transformada de Laplace, tem-se a Equação 16:

$$y(s) = x(s).E(s)$$
 (16)

Considerando a injeção de pulso rápido, é apresentada a Equação 17:

$$E(s) = \frac{y(s)}{x(s)}$$
 (17)

- x (S) é a transformada de Laplace dos dados registrados pelo detector na entrada da unidade.
- y (S) é a transformada de Laplace dos dados registrados pelo detector na saída da unidade.
- S = Variável da transformada de Laplace

Sendo proporcional ao: $\tau_{entrada}$, $\tau_{saída}$ e $\Delta \tau$ da unidade

2.3.4 Interpretação das curvas RTD e identificação de problemas

As informações contidas nas várias curvas de distribuição da idade permitem a identificação de problemas na operação das unidades.

Para que uma análise correta possa ser realizada, contudo, é necessário que a unidade tenha sido inicialmente bem caracterizada (parâmetros geométricos, volume total e tipo do efluente) e também que a posição dos detectores (localização física no sistema em estudo, o uso de colimadores) e o processo de aquisição dos dados (meia-vida e atividade do radiotraçador, intervalo de tempo entre medidas sucessivas e tempo total de aquisição de dados), tenham sido definidos adequadamente, de modo a permitir que os fenômenos que estão ocorrendo no interior da unidade possam ser avaliados (Brandão, 2002).

Detecção de Zona Morta - ZM: define-se como uma "zona morta" uma região da unidade que retém o fluido por um tempo maior que τ . Ao entrar nessa região, o radiotraçador permanece em repouso e é removido lentamente, o que é observado claramente na curva da função RTD frente a existência de uma cauda longa, com o tempo de residência (τ_{ZM}) medido menor que τ (Brandão, 2002).

Da Equação 10, tem-se a Equação 18.

$$\theta_{ad} = \int_0^{\theta_1} \theta' * E(\theta') d\theta' + \int_{\theta_1}^{\infty} \theta' * E(\theta') = \theta_{ZM} + \int_{\theta_1}^{\infty} * E(\theta') d\theta' = 1$$
(18)

Da igualdade acima, é dada a Equação 19.

$$Q_{ZM} = \frac{\tau_{ZM}}{\tau} < 1 \to \tau_{ZM} < \tau \tag{19}$$

Detecção de Canalização - CN: Ocorre, quando alguns elementos do fluido se deslocam pela unidade mais rápido que outros. Ou seja, quando parte do radiotraçador, passa pela unidade com o tempo inferior ao tempo de residência, a curva E(t) mostra uma estrutura de picos localizado em momentos de tempo abaixo de τ , o que corresponde ao registro da passagem antecipado do radiotraçador, como indica a Figura 12.



Figura 12: Curva característica E(t) para uma unidade com canalização. (Brandão, 2003)

2.3.5 Metodologia Para o Cálculo da RTD Pela Técnica Dos Momentos Estatísticos Associados

O formalismo matemático apropriado para a elaboração da resposta (função de transferência) para sistemas complexos é o emprego da transformada de Laplace (Brandão, 2001).

No domínio-S das transformadas de Laplace, a função de transferência E (S) de uma unidade contém toda a informação do estado estacionário e dinâmico da unidade e atua como um operador linear sobre a função de entrada x (S), resultando na função de saída y (S), representado pela Equação 20 (Brandão, 2003).

$$L[y(t) = L[x(t)] \otimes L[E(t)] \Leftrightarrow Y(S) = X(S) \otimes E(S)$$
(20)

A função distribuição de tempo de residência da unidade é calculada pela transformada inversa de Laplace de E (S) (Brandão, 2003).

Os cálculos da transformada de Laplace do registro da movimentação da nuvem de radiotraçador, foram calculadas utilizando o programa Atomum_Moments, cedido pela empresa, Atomum Serviços Tecnológicos LTDA.

A partir de medidas experimentais, o programa Atomo_Moments, calcula a Transformada de Laplace por métodos numéricos e permite calcular os valores de E (S) a contar de y (S) e x (S).

A técnica dos Momentos Estatísticos Associados permite então que seja ajustado um modelo matemático para E (S) ao resultado experimental obtido. Ou seja, considerando modelos de escoamento podemos então ajustar por método de mínimos quadrados não linear alguns modelos teóricos para descrever o escoamento na unidade. Foi utilizado o parâmetro CHi-2 de cada ajuste para definir qual modelo descreve melhor o escoamento do fluido pela unidade. Foram testados os seguintes modelos: Misturador perfeito, Pistão perfeito, N misturador perfeito em série e Dispersão axial. Para cada um dos modelos fora utilizadas as Equações: 21, 22, 23 e 24.

Misturador perfeito:
$$E(S) = \frac{1}{1+\tau S}$$
 (21)

Pistão Perfeito:
$$E(S) = e^{-\tau S}$$
 (22)

N misturador perfeito em série:
$$E(S) = \frac{1}{(1+S\tau)^N}$$
 (23)

Dispersão Axial:
$$E(S) = Exp\left[\left(\frac{P}{2}\right) \cdot \left(1 - \sqrt{1 + \frac{4S\tau}{P}}\right)\right]$$
 (24)

Onde:

 $\begin{aligned} \tau_p &= Tempo \text{ médio de residência do escoamento tipo pistão perfeito} \\ T\tau &= Tempo \text{ médio de residência do escoamento tipo misturador perfeito} \\ P &= número de Péclet do escoamento \end{aligned}$

2.4 Tipos de Escoamento

No interior de um equipamento de processo, qualquer tipo de escoamento pode correr, entretanto só dois tipos de escoamentos têm modelagem matemática definida: O **Escoamento Pistonado** e o **Escoamento com mistura perfeita** (Figura 13).



Figura 13: Tipos de escoamento: a) Pistonado; b) Mistura perfeita. (Fogler, 2013)

No escoamento pistonado, o fluido percorre de maneira ordenada, com velocidade constante e em caminhos paralelos do recipiente, as moléculas do fluido saem do recipiente ao mesmo tempo, não ocorrendo mistura entre os elementos do fluido. Normalmente acontece em equipamentos como trocadores de calor, colunas cromatográficas reatores catalíticos, colunas de recheio, etc (Danckwerts, 1953).

O escoamento com mistura perfeita, os elementos do fluido estão completamente agitados e uniforme em todo o recipiente; A corrente de saída tem a mesma composição que o fluido no interior do recipiente (Levenspiel, 2000).

Normalmente as indústrias tentam projetar equipamentos que estejam o mais próximo do ideal por serem os dois tipos de escoamentos mais simples de serem tratados matematicamente. Apesar de, ser difícil que um equipamento siga esses padrões de escoamento, um grande número de equipamentos se aproxima do comportamento ideal (Levenspiel, 2000).

No entanto, equipamentos reais constantemente se desviam dos ideais. Alguns fatores são responsáveis por causarem o desvio dos dois modos de escoamento ideal, como: formação de canais preferenciais do fluido, recirculação interna do fluido ou criação de regiões de estagnação no recipiente. Alguns dos fenômenos, são descritos a abaixo:

- Zonas estagnantes Local onde o fluido retido no sistema tem pouca interação com a região ativa. A troca de matéria entre estas regiões ocorre de forma lenta;
- Escoamento preferencial Quando, uma quantidade elevada de elementos do fluido passa pelo equipamento em um tempo inferior que os demais;

- Reciclo ocorre quando parcelas do fluido são recirculadas para a entrada ou ao interior do equipamento;
- **Retromistura** são porções do fluido que se movimentam em caminho oposto a corrente principal.
- **Curto circuito** quando partículas do fluido circulam pelo equipamento sem transitar todo meio do sistema.

Para estudar o escoamento de um fluido em equipamentos de processos, faz-se necessário avaliar a maneira como o fluido transcorre pelo dispositivo, uma vez que o escoamento está suscetível a sofrer modificações devido às propriedades do equipamento. Como, por exemplo, em colunas de recheio que podem conter irregularidades no preenchimento. Conforme é ilustrado na Figura 14. Em que, é observado um desnível no preenchimento da coluna, Figura 14 (a) e na Figura 14(b), observa-se que a coluna ficou com um espaço vazio no meio.



Figura 14: Irregularidades no preenchimento de uma coluna de recheio: a)Desnível no preenchimento; b) espaço vazio no meio da coluna.

2. 5 Colunas de recheio

Muito utilizadas em grande parte dos processos químicos, as colunas de recheio ou torres recheadas, são largamente encontradas em operações como: absorção, dessorção, extração líquido-líquido, destilação e outras (Caldas et al, 2007; Cremasco, 2012).

Os recheios, denominado também como internos de torres, são acessórios inseridos no interior das colunas e são os responsáveis pelo adequado desempenho das mesmas. A finalidade do recheio é promover uma imensa superfície de contato entre as

fases do fluido (líquido/líquido; líquido/gás), o qual também promove a transferência de massa entre as fases, mantendo o contato contínuo em toda a extensão do leito recheado. A Figura 15, mostra um esquema característico dessas colunas, assim como os diversos tipos de recheio que compõe o interior de uma coluna.



Figura 15: Coluna de recheio composta por vários tipos de elementos internos. (Caldas, 207)

Os principais internos são: pratos ou bandejas e os recheios. A diferença principal entre as colunas de pratos e de recheio é em relação ao comportamento hidrodinâmico das fases nessas colunas. Na coluna de pratos (Figura16) não ocorre o mesmo grau de contato entre as fases envolvidas, os pratos (estágios) são separados entre eles. Ou seja, no interior da coluna os pratos são montados em número variado e com uma distância determinada entre um e outro, de acordo com a finalidade da coluna.



Figura 16: Ilustração de Coluna de pratos. (Caldas, 2007)

Diferente da coluna de recheio, que ao invés de possuir bandejas, a seção transversal da coluna é totalmente ocupada por vários elementos, isto faz com que o contato entre as fases seja maior, além de ser continuo. Nos últimos anos as refinarias tem substituído as seções com badejas por leitos com recheio (fixo), com o intuito de diminuir a queda pressão e elevar o rendimento nos processos. Estes recheios podem ser de dois tipos: estruturados e randômicos.

Os recheios estruturados, também chamados de ordenados ou arrumados, são inseridos no interior da coluna de forma organizada, como ilustrado na Figura 17. São formados por estruturas de chapas, podendo ser de forma corrugadas e perfuradas, dobradas e montadas, encaixadas em diferentes geometrias complexas. São encontrados em diversos materiais metálicos e não metálicos (Caldas).



Figura 17: Ilustração de Coluna com recheio estruturado. (Caldas, 2007)

Os recheios randômicos são colocados na coluna de forma aleatória, sem a preocupação com o formato resultante. A Figura 18, ilustra os tipos de recheios randômicos e a forma como ficam inseridos no leito de uma coluna, Figura 19. As peças possuem várias geometrias, sendo das mais simples até as mais complexas, como as em forma de anéis lisos ou recortados, brita, selas, telas, malhas e etc. Também podem ser metálicos e não-metálicos (até mesmo cerâmicos) (Caldas, 2007).



Figura 18: Tipos de recheio randômicos: a) Anel Rasching; b) Sela de Berl;c) Sela Intalox; d) Anel de Pall; e) IMTP. (Caldas, 2007)



Figura 19: Ilustração de coluna com recheio randômico. (Caldas, 207)

Para um bom desempenho da coluna, os recheios devem possuir as seguintes propriedades:

- Apresentar extensa superfície de interface entre as fases;
- Ser quimicamente inerte com os fluidos em processos;
- Dispor de boa resistência mecânica, a fim de evitar quebras;
- Possuir baixo custo.

CAPÍTULO III

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Montagem da linha de transporte

Para execução dos experimentos, foi montada uma linha de transporte de água, Figura 20, no laboratório de radiotraçadores do Instituto de Engenharia Nuclear. Onde foram feitas algumas adaptações, como: local do ponto de injeção do radiotraçador, adaptação do medidor de vazão, adaptação da coluna de recheio e posicionamento dos detectores NaI na linha de transporte e na coluna de recheio.

A linha de transporte de água é composta por 6 linhas de tubos em PVC medindo ³/₄", interconectadas por válvulas de manobra, onde, cada linha contém 6 m na horizontal e 17, 5 cm na vertical. Todas as conexões foram devidamente vedadas com a utilização de fita Teflon[®], para evitar qualquer tipo de vazamento. Uma caixa d'água com capacidade de 1000L, situada a uma altura de 3m acima do nível do piso, foi utilizada para alimentar a linha de transporte.



Figura 20: Linha de Transporte de Água.

Esta linha de "transporte de água" serve de base para outras pesquisas desenvolvidas no laboratório de radiotraçadores do IEN.

3.2 Ponto de injeção do radiotraçador

O ponto de injeção consiste em um artefato feito de PVC, contendo um pequeno orifício ao meio (Figura 21), para inserção do radiotraçador, por meio de uma seringa (Figura 22). Este ponto de injeção foi posicionado após o medidor de vazão e a uma certa distância da coluna de recheio para que, o radiotraçador após ser injetado neste local possa percorrer a linha de transporte e ser homogeneizado a jusante do fluxo de água, antes entrar na coluna de recheio.



Figura 21: Ponto de injeção.



Figura 22: Seringa utilizada.

No planejamento de um teste com radiotraçadores a quantidade de material radioativo deve ser otimizada a fim de garantir a possibilidade de realização das medidas e a segurança radiológica tanto do grupo que realiza o teste quanto do operador da unidade. Como por exemplo, a extensão da agulha, além de garantir que o radiotraçador seja injetado diretamente a jusante do fluxo, é minimizado qualquer contato direto entre o operador e o radiotraçador.

Na realização de um experimento, várias etapas envolvem a manipulação direta do radiotraçador, todos os procedimentos para garantir a segurança individual, (uso de filme e anel dosimétrico, de luvas, roupas especiais) e do local onde se realiza o teste (instalação de dosímetros de área, transporte e manipulação adequada do material radioativo, estocagem apropriada do material marcado antes da injeção e de possíveis rejeitos gerados) devem ser observados (Brandão, 2002).

3.3 Aquisição do 68Ga

O ⁶⁸Ga foi fornecido pela divisão de radiofármacos do IEN. Onde, nas dependências da produção de radiofármacos situa-se o Gerador Ga - 68 Eckert & Ziegler - Cyclotron Co. LTD Obrinsk, Rússia. A Figura 23, mostra o Gerador de ⁶⁸Ga.



Figura 23: Gerador de ⁶⁸Ga.

- O radiotraçador ⁶⁸Ga foi escolhido por apresentar as seguintes propriedades:
- ✓ Apresenta tempo de meia-vida curto, cerca de 67 min, o que contribui para que sua atividade decaia rapidamente; isso garante que não ocorra efeito memória após uma investigação e que qualquer que seja a contaminação da planta ou descargas no meio ambiente é desprezível;
- ✓ É compatível quimicamente com fluido de transporte, H₂O, meio utilizado para estudo do deslocamento do fluxo; sendo ambos polares;
- ✓ Excelente emissor de pósitrons (89%), decai com energia máxima de 1,92 MeV;
 O pósitron interage com um elétron e dois fótons gama são emitidos com energia de 511 keV, cada. Seguido por decaimento de fótons γ de 1077 keV com baixa

intensidade de emissão (3,23%). A Figura 24, ilustra o espectro para as energias emitidas, 511 keV e 1077 keV, utilizando detector HpGe.



Figura 24: Espectro gama do ⁶⁸Ga para detector HpGe. (AIEA, 2013)

3.4 Medidor de Vazão

Foi utilizado o rotâmetro da marca CONAUT, modelo 440. Opera em vazões de 130 L/h à 1300 L/h, suporta pressão de até 10 bar e trabalha em temperatura máxima de até 60 ^oC. Utilizado em área variável, onde o flutuador é suspenso pelo fluido até a altura correspondente à vazão, a leitura é feita diretamente através da escala gravada em baixo do relevo no cone de medição. A Figura 25, mostra o medidor de vazão posicionado a linha de transporte de água.



Figura 25: Medidor de vazão.

3.5 Montagem da Coluna de Recheio

A coluna consiste em um tubo acrílico com 10,16 cm de diâmetro interno e 43 cm de altura e, como material de recheio, foram utilizadas esferas de acrílico com 0,7 cm de diâmetro. Para a realização dos experimentos, a coluna foi utilizada em quatro formas diferentes. Primeiro, foram feitos testes com a coluna vazia, ou seja, sem a presença das esferas. Na segunda fase do teste, foram inseridas as esferas de acrílico no interior da coluna, como observado na Figura 26. Com o intuito de provocar "falhas" no interior da coluna, foram feitos testes com um artefato em formato cilíndrico (tubo) colocado no meio da coluna. Para que nenhuma esfera de acrílico entrasse no interior deste "tubo", utilizou-se uma tela em cada uma das extremidades deste artefato. E por último, foi realizado o experimento com outro artefato de PVC, em formato diferente, colocado na parte superior da coluna. A Figura 27 mostra como ficaram essas obstruções na coluna. Para evitar qualquer tipo de vazamento nas extremidades da coluna, foi aplicado cola de silicone nos tampos de vedação, inferior e superior, da coluna.



Figura 26: Coluna utilizada: a) coluna vazia; b) coluna com recheio.



Figura 27: Coluna com obstruções: c) obstrução no meio; d) obstrução superior.

3.6 Posicionamento dos Detectores

Ao todo, foram utilizados cinco detectores NaI(Tl) 1x1", respectivamente, posicionados no início (D1) e no fim (D5) da linha de transporte e os outros três foram, respectivamente, posicionados antes (D2), no meio (D3) e depois (D4) da coluna de recheio. Antes de serem utilizados, os detectores (Figura 28) foram previamente calibrados.



Figura 28: Detectores NaI(Tl).

Os detectores foram posicionados em suportes de ferro, montados exclusivamente para este fim. Para uma melhor colimação, foram envolvidos por blindagem de chumbo. A distância utilizada entre os detectores, foi de 10 cm tanto para

linha de transporte de água, quanto para a coluna de recheio, (Figura 29). Na coluna de recheio, os detectores assumiram as seguintes posições: entrada da coluna (D2); meio da coluna (D3) e saída da coluna (D4).



Figura 29: Posição dos detectores Na(Tl): a) linha de transporte; b) Coluna.

3. 7 Programa Atomum Tracer

O programa Atomum Tracer é um software desenvolvido para empresa Atomum Serviços Tecnológicos Limitada, que permite calcular as curvas RTD a partir dos dados registrados pela passagem da nuvem do radiotraçador pela região sensível do detector. É um programa interativo com o usuário, que permite selecionar correções necessárias para o calculo correto da RTD. Essas correções são: *smooth* dos dados para eliminação de ruídos; correção do decaimento radioativo; correção de linha de base definição de um novo intervalo de tempo. O arquivo de saída fornece o tempo médio de residência, a variância, as curvas E(t), F(t), I (t) e N (t); também, calcula a variável adimensional (θ) e as curvas E (θ) e F (θ).

3.8 Realização dos experimentos

Após o processo de obtenção do radiotraçador, o mesmo foi colocado em um castelo de chumbo e transportado, segundo as normas de proteção radiológica, para o laboratório de radiotraçadores, localizado também nas dependências do IEN.

Antes de injetar o radiotraçador na linha de transporte, as válvulas de manobra foram abertas para que o fluxo de água percorresse na linha de transporte com o intuito de retirar a presença de ar contido na tubulação.

O radiotraçador ⁶⁸Ga, com atividade em torno de 8 μ Ci, foi diluído em água destilada. Utilizando-se a seringa, foi feita a injeção tipo pulso com volume de 2,0 mL para cada experimento, utilizando vazões de 200 L/h e 400 L/h.

Para obtenção da aquisição dos dados, em processos que são utilizados radiotraçadores, normalmente, é empregado um conjunto de módulos eletrônicos, composto por: detectores, multicanal e computador. Em que, os sinais captados pelos detectores, são transmitidos pela interface de cabos que estão conectados ao multicanal e a partir deste, são enviados para o computador. Com este conjunto é possível obter informações do espectro de energia e com isso levantar o registro dos dados da curva RTD.

Os dados obtidos pelo conjunto mencionado acima, foram ajustados pelo sistema de aquisição múltiplo Ludlum, gerando as curvas característica para as devidas situações: Coluna vazia, coluna preenchida, coluna com obstrução no meio e coluna com obstrução superior.

CAPÍTULO IV

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em todos os gráficos, observa-se o pico característico de injeção **tipo pulso**. Com os dados experimentais tratados, inicia-se a fase de cálculo das curvas de distribuição do tempo de residência para a unidade. Inicialmente é efetuada a normalização dos dados da taxa de contagem (CPS) e calculadas as curvas: E(t), o tempo médio de residência (τ), a adimensional de tempo (θ), e as curvas associadas $E(\theta)$.

O menor valor de CHi-2 apresentado, corresponde ao tipo de escoamento foi ajustado.

Apesar, de ter sido utilizado detectores na "Linha de Transporte", o intuito deste trabalho, foi estudar somente o escoamento do fluxo na "Coluna de Recheio". Portanto, somente os dados dos detectores (D2) e (D4) é que serão utilizados.

Aplicando-se a técnica dos MOMENTOS, com a utilização do programa ATOMUM_MOMENTS, os dados adquiridos foram ajustados a modelos teóricos e obteve-se os seguintes resultados:

4.1 Experimentos usando coluna vazia, sem a presença das esferas de acrílico para vazão de 200 L/h.

Nota-se na Figura 30 que a curva gerada pelo detector 2 (Posição D2 - entrada da coluna), indica que o material apresenta dificuldade para sair da coluna. Ou seja, ocorre uma retenção do fluxo, caracterizado pelo efeito cauda.

No gráfico $E(\theta)$ (Figura 31), além de se observar o efeito descrito acima, quando as curvas de entrada (Posição D2) e saída da coluna (Posição D4) se sobrepõe, nota-se ainda uma canalização. Provavelmente, a coluna vazia criou regiões de estagnação em seu interior, dificultando a saída do material e regiões de canalização, onde o material saiu com o tempo menor de entrada, ou seja, não ocorreu mistura entre as partículas do fluido.



Figura 30: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h



Figura 21: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 200 L/h

Utilizando os padrões de escoamento no espaço de Laplace, a Figura 32 mostra o gráfico onde indica que o escoamento Pistão Perfeito (linha vermelha) e N Misturadores em Série (linha roxa), foram os escoamentos que mais se ajustaram, pois se sobrepuseram sobre a reta dos dados experimentais (indicados por uma cruz).



Figura 32: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h.

Através dos valores obtidos do CHi-2, a Tabela 2, confirma o modelo de escoamento para N misturadores. Pois, foi o modelo que teve o menor CHi-2.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (57,727 +/- 0,004)s	4,1 x 10 ⁻⁹
Misturador Perfeito	Tau= (52,749 +/- 0,004)s	3,1 x 10 ⁻⁷
Dispersão Axial	Tau= $(50,727+/-0,004)$ s Péclet = $(6,05+/-5,3) \ge 10^{-8}$	8,2 x 10 ⁻⁷
N misturadores	Tau= (2,81 +/- 0,34) N = 18 +/- 2	3,1 x 10 ⁻⁹

Tabela 2: Valores do CHi-2 para vazão de 200 L/h

4.2 Experimentos usando coluna vazia, sem a presença das esferas de acrílico para vazão de 400 L/h.

Para vazão de 400 L/h, não foram observadas grandes diferenças. As curvas mantêm quase os mesmos aspectos, como a característica do efeito calda, provocando uma retenção do líquido. Porém, é observado na curva em azul (Posição 2), a presença de um pico, indicado por uma seta. Este pico é característico de uma canalização do material no interior da coluna, Figura 33. Observando-se o mesmo efeito na variável $E(\theta)$, Figura 34.



Figura 33: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 L/h



Figura 34: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 400 L/h.

Utilizando os padrões de escoamento no espaço de Laplace, o gráfico da Figura 35 mostra que não é possível identificar qual tipo de escoamento se faz presente, pois todas as retas foram ajustadas, tendo, porém, ficado só um pouco fora do alinhamento dos dados obtidos.



Figura 35: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 L/h

Entretanto os valores do CHi-2, mostram na Tabela 3 que os modelos que mais se ajustaram foram: Pistão Perfeito e Dispersão Axial, devido ao CHi-2 ter apresentado os menores valores.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (21.82 +/- 0,01)s	6.8 x 10 ⁻⁸
Misturador Perfeito	Tau= (22.52 +/- 0.02)s	3.7 x 10 ⁻⁷
Dispersão Axial	Tau= (21.82+/- 0.01)s Péclet = 6.73 +/- 0.2 x 10 ⁻⁸	6.8x 10 ⁻⁸
N misturadores	Tau= (0.22+/- 1.1) N = 102 +/- 508	7.0x 10 ⁻⁴

Tabela 3: Valores do CHi-2 para vazão de 400 L/h

4.3 Experimentos usando coluna com recheio para vazão de 200 L/h

Nesta situação é observado que pode ter ocorrido uma mistura perfeita. Devido ao preenchimento da coluna com as esferas de acrílico. Ocorre uma homogeneização do fluido. Sendo obervado maior uniformidade no gráfico, ou seja, o perfil de escoamento está sendo o mesmo na entrada (posição D2) e na saída (posição D4) da coluna, como mostra o gráfico representado pelo E(t) (Figura 36). O mesmo é observado para a variável de E(θ) (Figura 37).



Figura 36: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h



Figura 37: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 200 L/h.

Para os padrões de escoamento no espaço de Laplace, o gráfico da Figura 38, mostra que não é possível identificar qual tipo de escoamento se faz presente, pois todos os escoamentos foram, aparentemente, ajustados.



Figura 38: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h.

Porém, os valores do CHi-2, mostram na Tabela 4 que os modelos Pistão Perfeito e Dispersão Axial foram os que mais se ajustaram, devido o CHi-2 ter indicado o menor valor.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (24.55 +/- 0,002)s	1.2 x 10 ⁻⁹
Misturador Perfeito	Tau= (24.67+/- 0.01)s	3.8 x 10 ⁻⁸
Dispersão Axial	Tau= (24.15+/- 0.001)s Péclet = (5.16 +/ 2.8)x 10^{-8}	1.2x 10 ⁻⁹
N misturadores	Tau= (0.67+/- 0.3) N = (36 +/- 20)	1.4x 10 ⁻⁷

Tabela 4: Valores do CHi-2 para vazão de 200 L/h

4.4 Experimentos usando coluna com recheio para vazão de 400 L/h

Para a vazão de 400 L/h, observa-se a mesma situação da vazão de 200 L/h. Ou seja, o aumento da vazão não influenciou na mistura. Continuando uma mistura perfeita tanto para o gráfico E(t) (Figura 39), quanto para o gráfico E(θ) (Figura 40).



Figura 39: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 L/h



Figura 40: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 400 L/h

Para os padrões de escoamento no espaço de Laplace, o gráfico da Figura 41, revela que não é possível identificar qual tipo de escoamento se faz presente, pois todas as retas, ao que parece, foram ajustadas. Ou seja, o aumento da vazão não influenciou nos padrões de escoamento.



Figura 41: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 L/h.

Contudo, os valores do CHi-2 mostram na Tabela 5 que o modelo ajustado para esta vazão foi Dispersão Axial, pelo fato do CHi-2 ter apresentado o menor valor.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (11.42+/- 0,0007)s	5.5 x 10 ⁻¹⁰
Misturador Perfeito	Tau= (11.63+/- 0.03)s	1.25 x 10 ⁻⁸
Dispersão Axial	Tau= (11.45+/- 0.002)s Péclet = 16.24 +/ 1.3 x 10 ⁻⁸	3.1 x 10 ⁻¹⁰
N misturadores	Tau= (1.4+/- 0.1) N = 8.1 +/- 0.6	3.1x 10 ⁻⁹

Tabela 5:	Valores do	CHi-2 para	vazão de	400 L/h

4.5 Experimentos usando coluna com obstrução superior para vazão de 200 L/h

Com a obstrução da coluna na parte superior, a vazão de 200 L/h, observa-se que a diferença de altura de cada uma das curvas, indica que o material que entrou, ficou "preso" no interior da coluna. Ou seja, levou um tempo maior para sair da coluna. Além de ser verificado a presença do efeito calda, o que comprova que ocorreu uma retenção do líquido (Figura, 42).



Figura 42: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h



Figura 43: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 200 L/h

A Figura 43, mostra para variável de $E(\theta)$ que existe uma boa simetria das curvas, mesmo assim é observado a diferença de altura entre as curvas de entrada (Posição D2) e saída (Posição D4) da coluna.

A Figura 44, indica que o modelo que mais se ajustou foi o modelo Pistão Perfeito e Dispersão Axial, por ambos estarem sobrepostos aos dados obtidos.



Figura 44: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h

Pelo valor de CHi-2 ser o menor, a Tabela 6, comprova que o modelo Pistão Perfeito foi o que melhor se ajustou.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (25.40+/-0.002)s	1.1 x 10 ⁻¹⁰
Misturador Perfeito	Tau= (25.94+/- 0.1)s	3.9 x 10 ⁻⁶
Dispersão Axial	Tau= $(25.40 + / -0.001)$ s Péclet = 15.65 + / - 2.57) x 10 ⁻⁸	1.1 x 10 ⁻⁹
N misturadores	Tau= (0.63+/-0.4)s N = (40.1 +/- 2.5)	1.4 x 10 ⁻⁶

Tabela 6:	Valores do	CHi-2 para	vazão d	e 200 L/h
-----------	------------	------------	---------	-----------

4.6 Experimentos usando coluna com obstrução superior para vazão de 400 L/h.

Neste experimento, é observado na Figura 45, na posição D4, que existe a presença de um pico, indicado por uma seta, sinalizando a característica de canalização, ocorrendo um arraste de material. Além da presença de retenção do material, pelo efeito cauda, indicado. O mesmo é comprovado para a Figura 46, no gráfico para E (θ).



Figura 45: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 L/h



Figura 46: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 400 L/h

A Figura 47, indica que, somente o modelo de Dispersão Axial se ajustou, onde é observado que só ele se sobrepôs aos dados obtidos.



Figura 47: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 L/h.

O valor de CHi-2 da Tabela 7, comprava que o modelo Dispersão Axial, foi o modelo que mais se ajustou, devido o menor valor de CHi-2.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (25.40+/-0.002)s	1.1 x 10 ⁻⁹
Misturador Perfeito	Tau= (25.96+/-0,12)s	3,9 x 10 ⁻⁴
Dispersão Axial	Tau= $(25,40 + /0,001)$ s Péclet = $(15.65 + /-2,57)$ x 10 ⁻⁸	1,01 x 10 ⁻⁹
N misturadores	Tau= (0.64+/- 0,04) N = 40.1 +/- 25	1.4x 10 ⁻⁴

Tabela 7: Valores do CHi-2 para vazão de 400 L/h

4.7 Experimentos usando coluna com obstrução no meio para vazão de 200 L/h

É observado na Figura 48, que as curvas possuem uma boa simetria entre a entrada (D2) e a saída (D4). A diferença entre os picos das curvas azul e vermelha é mínima, o que indica que o material entrou e saiu da coluna quase ao mesmo tempo. Porém é observado a presença do efeito calda, indicando que a coluna reteve parte do material. O mesmo é observado para o gráfico $E(\theta)$ (Figura 49).



Figura 48: Curva E(t) para experimento com vazão de 200 L/h



Figura 49: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 200 L/h
Como foi provocado um *Bay Pass* com a canalização inserida (obstrução no meio) os modelos que estavam sendo usados não ajustaram boas curvas. Com isso, utilizou-se outros dois modelos adicionais: Misturador com *By Pass* e Dispersão com *By Pass*.

Para os padrões de escoamento no espaço de Laplace, o gráfico da Figura 50, mostra que mesmo incluindo mais dois modelos, nenhum modelo se sobrepôs por completo sobre a reta dos dados. Ou seja, não tem como identificar qual deles, alcançou o máximo de ajuste.



Figura 50: Curva E(S) para experimento com vazão de 200 L/h

Porém, pelo valor de CHi-2 da Tabela 8, o modelo Misturador com *Bay Pass*, foi o modelo que mais se ajustou, devido o menor valor do CHi-2.

Nestes modelos é utilizado o parâmetro "α" que corresponde ao percentual de fluxo que está passando no misturador (Sistema utilizado - Coluna).

O valor de α observado no Misturador com *Bay Pass*, corresponde que 85% de fluxo passou pelo sistema e 15% passou pela canalização.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (32.12 +/- 0,27)s	2.3 x 10 ⁻⁵
Misturador Perfeito	Tau= (33.04 +/- 0.28)s	2.1 x 10 ⁻⁵
Dispersão Axial	Tau= $(32.11 + - 0.41)s$ Péclet = $(4.21 + - 5.1x + 10^3)$	2.3 x 10 ⁻⁴
N misturadores	Tau= (864.87 +/- 77.35)s N =(0.59 +/- 0.03)	9.17x 10 ⁻⁴
Misturador com by pass	Alfa = (0.85 +/ - 0.01) Tau = (32.98 +/- 2.23) s	9.8x10 ⁻⁶
Dispersão Axial com by pass	Alfa= (0.91+/- 0.03) Peclet (2.63 x10 ⁹ 4.7 x 10 ⁹⁾	1.1x10 ⁻⁵

Tabela 8: Valores do CHi-2 para vazão de 200 L/h

4.8 Experimentos usando coluna com obstrução no meio para vazão de 400 L/h

A Figura 51, mostra a presença de pico, indicando que o material ficou retido pela obstrução e depois foi removido. Porém, pela simetria das curvas observada na Figura 52, gráfico $E(\theta)$, a coluna homogeneíza o fluxo novamente, após a passagem pela obstrução. E a diferença de altura entre as curvas, mostra que uma parte do material ficou preso dentro da coluna, sendo liberado depois.



Figura 51: Curva E(t) para experimento com vazão de 400 L/h



Figura 52: Curva $E(\theta)$ para experimento com vazão de 400 L/h

Para os padrões de escoamento no espaço de Laplace, o gráfico da Figura 53, revela que nenhum modelo foi ajustado para o dado obtido. Mesmo com o aumento da vazão, não houve mudança significativa para este experimento. Para esta vazão, não foram utilizados os modelos adicionais, empregados para vazão de 200 L/h.



Figura 53: Curva E(S) para experimento com vazão de 400 L/h

Os valores de CHi-2, indicam que nenhum modelo de escoamento se ajustou para os dados obtidos para coluna com obstrução no meio, conforme observado na Tabela 9.

Modelo	Parâmetro	CHi-2
Pistão Perfeito	Tau= (32.48+/-0.06)s	2.2 x 10 ⁻⁴
Misturador Perfeito	Tau= (34.35+/-0.49)s	1.3 x 10 ⁻⁴
Dispersão Axial	Tau= (32.262 ± 1234)s Péclet = (8.6+/ 0.03 x 10 ⁻⁵)	4.2 x 10 ⁻¹
N misturadores	Tau= (1730 +/-20) N = 0.5+/-0.03	7.5x 10 ⁻¹

Tabela 9: Valores do CHi-2 para vazão de 400 L/h

CAPÍTULO V

5 CONCLUSÕES

Este trabalho, tem-se como conclusão:

- O projeto e montagem do sistema para os experimentos mostraram-se adequado à pesquisa.
- Apesar de ter sido utilizado detector no "meio" da coluna (D3), este dado não foi apresentado, devido o meio" da coluna possuir geometria diferente da entrada (D2) e saída (D4). Além de mais, todos os fatores de escoamento que ocorrem no interior da coluna, é evidenciado utilizando-se os detectores de entrada e saída da coluna.
- A técnica empregada de injeção por pulso com o radiotraçador utilizado, mostrou-se eficiente para caracterizar as curvas de RTD.
- Para o experimento com a coluna vazia, foi observado a presença de zonas de retenção e canalização, próprias da coluna.
- Os experimentos realizados com a coluna preenchida com as esferas de acrílico, é observado que ocorre uma uniformidade de comportamento apresentado pelo fluxo. Como observado pelas curvas resposta, apresentando com isso características de uma mistura perfeita.
- Para o escoamento com obstrução no meio da coluna, a técnica dos momentos associados não conseguiu ajustar a nenhum dos modelos de escoamento. Apesar de terem sido ajustados matematicamente, não tem significado físico. Ou seja, os quatro modelos não foram ajustados para obstrução no meio.
- Os resultados indicam que a metodologia proposta é promissora e adequada para a solução de problemas de escoamento em colunas em indústrias e pode ser utilizada para o desenvolvimento de um sistema real.

Em virtude de nenhum dos quatro modelos terem sido ajustados matematicamente, para a coluna com obstrução no meio. Fica como proposta de trabalho futuro aplicar, para esta situação, outros modelos matemáticos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Associação Brasileira da Indústria Química (ABIQUIM). Disponível em: <<u>https://abiquim.org.br/comunicacao/noticia/3824</u>> acesso em 13/04/2018, 13:15.

Azeredo. S.V. Modelagem Hidrodinâmica de Decantador Primário de Esgotos Utilizando-se a Técnica de Traçadores. Tese.M.Sc. UFRJ, Rio de Janeiro, 1985.

Bitelli, Thomaz. **Dosimetria e Higiene das Radiações**. São Paulo: Grêmio Politécnico, 1982, 584 p.

Blet, V. *et al.* Characterization of a packed column using radioactive tracers. **Chemical Engineering Science,** v. 54, n. 1, p. 91-101, Jan 1999.

Brandão, Luis E. B. "Otimização de unidades de tratamento de águas residuais urbanas e industriais empregando-se traçadores radioativos" Tese de Doutorado - COPEE/UFRJ Julho 2001.

Brandão, Luis E. B.; " Análise de Unidades Industriais pela Técnica de Traçadores Radioativos - Funções Distribuição do Tempo de Residência ". *Relatório Técnico -* IEN, n. 17. Instituto de Engenharia Nuclear. Rio de Janeiro, 2003.

Brasil, Nilo Índio do. *et al.* **Processamento de Petróleo e Gás: petróleo e seus derivados, processamento primário, processos de refino, petroquímica, meio ambiente**. Rio de Janeiro LTC, 2002, 266 p.

Burkhardt. T *et al.* Residence time distributions with a radiotracer in a hydrotreating pilot plant: Upflow versus downflow operation. Chemical Engineering Science, Vol.57(11), pp.1859-1866, 2002.

Caldas, Jorge Novaes et al. **Internos de Torres: pratos e recheios**. Rio de Janeiro: Interciência: Petrobrás, 2007, 510p.

Cremasco, Marco Aurélio. **Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos**. São Paulo: Blucher, 2012. 423 p.

Chen. P *et al.* Hydrodynamics of slurry bubble column during dimethyl ether (DME) synthesis: Gas–liquid recirculation model and radioactive tracer studies. **Chemical Engineering Science**, Vol.61(19), pp.6553-6570, 2006.

Danckwerts, P. V. Continuous flow systems - distribution of residence times. **Chemical Engineering Science**, v. 2, n. 1, p. 1-13, 1953.

Din, G.U *et al.* Radiotracer investigations to study the hydrodynamic characteristics of continuous phase in a pulsed sieve plate extraction column. **EPJ Web of Conferences**, Vol.50, 2013.

Ferreira, L.S. Determinação de Velocidade e Direção de Fluxo de Água Subterrânea utilizando Técnicas Nucleares. Tese M.Sc. UFRJ, Rio de Janeiro, 1976.

Fogler, H.Scott. Elementos de engenharia das reações químicas. Rio de Janeiro: LTC, 2013, 853p.

Gonçalves, E. R. Desenvolvimento de metodologia para medidas de atividade total de amostras de óleo marcado com ¹⁹⁸Au. Tese M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2013.

Goswami, S. *et al.* Investigation of flow dynamics of single phase in a pulsed sieveplate column using radiotracer technique. **J Radioanal Nucl Chem**, Vol.313(3), pp.669-676, Set 2017.

Hull, D.E. **Radiotracer studies of flow patterns in industrial plants**. The International Journal of Applied Radiation And Isotopes, 1957, Vol.1(4), pp.305-31

International Atomic Energy Agency. **Radiotracer technology as applied to industry.** Austria, 2001.

International Atomic Energy Agency. Radiotracer applications in industry – a guidebook. Austria, 2004.

International Atomic Energy Agency. **Radiotracer residence time distribution method for industrial and environmental applications.** Vienna, 2008.

International Atomic Energy Agency. **Radiotracer generators for industrial applications.** Vienna, 2013.

Kasban, H., *et al.* New Trends for On-Line Troubleshooting in Industrial Problems Using Radioisotopes. **The Online Journal on Electronics and Electrical Engineering**. v. 2, n. 3, 2010, 284-292 p.

Knoll G.F., **Radiation Detection and Measurement**, John Wiley & Sons, 3rd edição, 2000.

Kumar, R. *et al.* Investigation of holdup and axial dispersion of liquid phase in a catalytic exchange column using radiotracer technique. **Applied Radiation and Isotopes,** v. 121, p. 51-60, Mar 2017.

Levenspiel, Octave. Engenharia das reações químicas. São Paulo: Blucher, 2000,563p

Okumo, E. Radiação: Efeitos, Riscos e Benefícios. São Paulo: Editora Harbra, 1998, 81p.

Ortwein, A *et al.* Determination of residence time distributions in different high pressure gasification processes by radioactive tracers. **International Journal of Hydrogen Energy**, Vol.39(22), pp.11606-11610, Jul 2014.

Pant, H.J. and Sharma, V.K. Radiotracer investigation in an industrial-scale oxidizer. **Applied Radiation and Isotopes,** Vol.99, pp.146-149, Mai 2015

Ramos, V.S. Uso das Técnicas de Radiotraçadores e de Contagem Total em Medidas de Vazão de Sistemas Abertos. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2006

Sá, J.R *et al.*; Interação da Física das Radiaações com o Cotidiano: uma prática multidisciplinar para o Ensino de Física. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, vol. 39, nº 1, 2017

Santos, A. R. **Estudo do comportamento dinâmico de colunas de flotação utilizando técnicas nucleares.** Tese M.Sc., CNEN, Belo Horizonte, 2005.

Sassaki, R.A. Distribuição de Tempos de Residência em Sistemas Alimentados com Vazão Variável. Dissertação de M.Sc, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2005.

Silva, L.L *et al.* Traçadores: o uso de agentes químicos para estudos hidrológicos, ambientais, petroquímicos e biológicos. Quím. Nova vol.32 no.6 São Paulo 2009.

Tauhata, L. *et atl.*, **Radioproteção e Dosimetria: Fundamentos**, 10^a revisão, Rio de Janeiro, IRD/CNEN, 2014, 344 pp.

Tauhata, L. e Almeida, E. Física Nuclear. Rio de Janeiro: Editora Guanabara, 1981. 413 pp.

Torres, A. P., Oliveira, F. A. R. **Residence Time Distribution studies in continuous thermal processing of liquid foods: a review.** Journal of Food Engineering 36, 1-30, 1998.

Yianatos, J. B. *et al.* Measurement of residence time distribution of the gas-phase in flotation columns. **Minerals Engineering,** v. 7, n. 2-3, p. 333-344, Feb-Mar 1994.