



DETERMINAÇÃO DA DISTRIBUIÇÃO DO TEMPO DE RESIDÊNCIA EM PROCESSOS QUÍMICOS ATRAVÉS DO PROCESSAMENTO DIGITAL DE IMAGENS

FONSECA¹, G.G.L.; MATIAS¹, J.O.A.; GUT², J.A.W.

¹Aluno do DEQ/EP/USP ²Professor do DEQ/EP/USP

Dep. de Engenharia Química - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Av. Prof. Luciano Gualberto, trav.3, n.380, 05508-010 - São Paulo - SP

e-mail: jorgewgut@usp.br

RESUMO - Este trabalho visa desenvolver um método offline de medição da distribuição do tempo de residência (DTR) em escoamento de fluidos em processos químicos. O procedimento experimental proposto é constituído da filmagem do escoamento de um fluido em um tubo de retenção após a injeção de um traçador. Além disso, desenvolveu-se um programa em MATLAB que permite traçar as curvas de DTR através da conversão da intensidade da cor do traçador nos frames do filme em valores numéricos.

Palavras chave: escoamento, análise colorimétrica, difusão.

INTRODUÇÃO

A análise da distribuição do tempo de residência (DTR) é uma importante ferramenta no estudo de sistemas de escoamento contínuos. A análise teórica é normalmente baseada na suposição de idealidade do escoamento pistonado, escoamento convectivo ou da mistura perfeita. Nenhuma dessas suposições corresponde ao escoamento real que ocorre na maioria dos casos. O conhecimento do verdadeiro comportamento do fluido é essencial para o dimensionamento de equipamentos, para a avaliação de projetos e para um discernimento mais completo do processo físico (Wolf e Resnick, 1963).

Desta forma é necessário desenvolver maneiras de medir a DTR e, utilizando-se dos dados coletados, criar modelos que descrevam os casos não ideais. Esta medição pode ser feita através de diversos métodos de

impulso/resposta e estes se encaixam em duas categorias: off-line ou on-line.

Em ambos os métodos, um traçador é injetado em um ponto na entrada do equipamento. Nos métodos off-line, o fluido que sai do equipamento é coletado em amostras de volume definido por um certo intervalo de tempo. Posteriormente, a concentração média do traçador nestas amostras é determinada. Já nos métodos on-line, usa-se um sistema de aquisição de dados que analisa continuamente a vazão de saída em tempo real e coleta dados de concentração com dada frequência de aquisição. Os métodos on-line permitem a obtenção de um número maior de pontos para a curva de DTR e consomem menor tempo para consolidação dos dados (Lee *et al.*, 2009).

Existem diversos métodos on-line para medição do tempo de residência em um escoamento. Entre eles estão o condutimétrico, onde o traçador é uma solução salina concentrada e mede-se a condutividade elétrica

do fluido (Gutierrez et al., 2010) e também o colorimétrico, onde o traçador é uma solução de corante e mede-se a absorvância ou a transmitância do fluido (Lee et al., 2009).

O objetivo deste trabalho é desenvolver e testar um método colorimétrico para determinação da DTR baseado no processamento digital das imagens que mostram a saída do traçador do equipamento através de um tubo transparente.

Revisão Bibliográfica

A distribuição do tempo de residência (DTR) é uma aproximação empírica que pode descrever o escoamento em um equipamento (Danckwerts, 1953). Os elementos do fluido seguem rotas de extensões diferentes através do equipamento. A distribuição desses tempos na saída é chamada de função da densidade (de probabilidade) de tempos de residência $E(t)$, que caracteriza a DTR do processo. A maneira mais simples de se obter esta função é pelo método do pulso, onde uma pequena quantidade de um traçador inerte é instantaneamente injetada na entrada do equipamento e sua concentração, $C(t)$, é continuamente registrada na saída. A função de densidade de tempo de residência é então obtida pela Equação 1, onde C_0 é a concentração de fundo do traçador (Levenspiel, 1999).

$$E(t) = \frac{C(t) - C_0}{\int_0^{\infty} C(t) - C_0 dt} \cong \frac{C_i}{\sum C_i \Delta t_i} \quad (1)$$

Além da utilidade de se conhecer a probabilidade de um tempo de residência estar compreendido em um intervalo de tempo definido, também é igualmente importante conhecer a probabilidade de um tempo de residência ser inferior a um dado valor. A função de distribuição cumulativa de tempos de residência $F(t)$ permite obter esta informação, sendo calculada através da integral de $E(t)$, pela Equação 2 (Levenspiel, 1999).

$$F(t) = \int_0^t E(t) dt \cong \frac{\sum_0^t C_i \Delta t_i}{\sum_0^{\infty} C_i \Delta t_i} \quad (2)$$

No estudo de tempos de residência, o tempo médio de residência é um parâmetro muito importante, pois indica o tempo médio que as moléculas permaneceram no sistema.

Este pode ser calculado pela Equação 3 (Levenspiel, 1999).

$$t_m = \int_0^{\infty} t \cdot E(t) dt \cong \frac{\sum t_i C_i \Delta t_i}{\sum C_i \Delta t_i} \quad (3)$$

Conhecido o tempo de residência médio é conveniente utilizar o tempo adimensional, θ , e a distribuição de tempo de residência correspondente, $E(\theta)$, calculados pelas Equações (4) e (5) respectivamente (Levenspiel, 1999; Torres e Oliveira, 1998).

$$\theta = \frac{t}{t_m} \quad (4)$$

$$E(\theta) = t_m \times E(t) \quad (5)$$

Finalmente, é possível determinar a dispersão da distribuição em torno do seu valor médio, a variância, cujo valor é calculado pela Equação 6 (Levenspiel, 1999).

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t_i - t_m)^2 \cdot E(t) \cdot dt \cong \frac{\sum (t_i - t_m)^2 \cdot C_i \cdot \Delta t_i}{\sum C_i \Delta t_i} \quad (6)$$

Modelar e prever a DTR para variadas combinações de condições de operação requerem uma vasta gama de informações sobre a distribuição. Medir isto manualmente, pelos métodos tradicionais é trabalhoso e sujeito a erros. Por este motivo, sugere-se neste trabalho um método de análise colorimétrico em que a concentração do traçador é medida da seguinte maneira: o escoamento do fluido de estudo, com um corante injetado, é filmado na saída do equipamento e depois tratado em um programa computacional que analisa a intensidade da cor através do tempo e então determina os pontos da DTR.

Teoria da análise colorimétrica

Uma cor pode ser descrita em diversos sistemas (RGB, CYMK, $L^*a^*b^*$, etc.). No sistema de cores de $L^*a^*b^*$, por exemplo, cada cor é determinada por três coordenadas, L (representando a luminosidade), a^* (valores negativos indicam verde, enquanto valores positivos indicam magenta) e b^* (valores negativos indicam azul e positivos indicam amarelo). Com essa distinção das cores através das coordenadas, é possível em uma imagem digital separar mais facilmente algumas tonalidades e, posteriormente medir sua intensidade.

Para a análise através de processamento digital de imagens, a filmagem do processo tem seus frames separados e todos os pixels, de

alguns frames pré-determinados, são lidos pelo programa e analisados em relação ao valor da cor. Isso permite que a cor do traçador possa ser identificada ao passar por um tubo transparente, fornecendo assim, a curva da concentração em função do tempo.

METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para a determinação do tempo de residência, foi desenvolvido um método baseado no trabalho de Lee *et al.* (2009) e de Stähle (2009).

O principal objetivo da análise é desenvolver uma técnica que usa numerosos pontos experimentais para determinar a distribuição do tempo de residência e que pode ser facilmente reproduzida. Para testar a técnica, foi usado um corante azul [Azul de metileno (C.I. 52.015) P.A., fabricante Synth] com concentração de 1% v/v_{água} e o volume injetado foi de 0,08 mL. Diversas concentrações e volumes de corante foram testados e estes valores foram escolhidos através de um critério simples, a menor concentração que fosse detectável pela câmera e pelos observadores, visando desta maneira alterar o mínimo possível a estrutura do fluido estudado (água) com a adição das moléculas de corante. Caso as mesmas apresentassem mesma facilidade de detecção, o critério utilizado foi o de menor variância em relação ao tempo médio.

A concentração relativa do corante foi determinada através da análise do filme gravado por uma câmera digital comum (Sony Cyber-shot DSC-W5) em um tripé estático. Um tubo de vidro foi adaptado à tubulação de saída do equipamento para que fosse possível ver a passagem do traçador em um fluxo de água destilada. A câmera foi posicionada de tal maneira que apenas o tubo de vidro transparente e um fundo branco são capturados na filmagem, Figura 1.

A régua foi posicionada na frente do fundo por dois motivos: para estabilizar o foco da câmera e para padronização da relação pixel/centímetro da imagem. Esta padronização é útil, pois se pretende analisar a variação da intensidade da cor do corante (neste caso, azul) em apenas uma região da

foto e é importante garantir que ela tenha sempre a mesma área em diferentes ensaios.

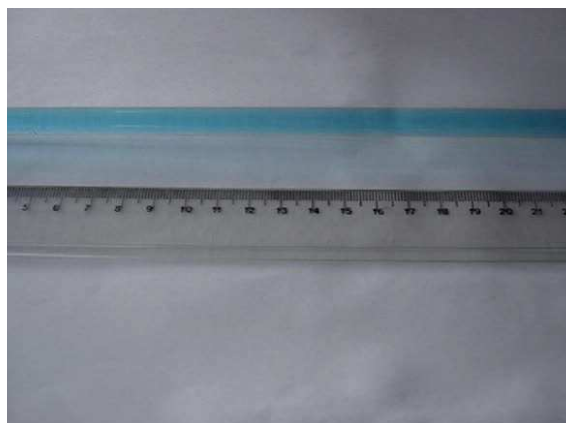


Figura 1 – Frame do filme mostrando a passagem do corante azul pelo tubo.

A metodologia experimental foi aplicada para estudar a DTR de água destilada escoando no tubo de retenção do pasteurizador de bancada FT-43 (Armfield) com vazão de operação de 20L/h. Trata-se de um tubo helicoidal com diâmetro interno de 6,6 mm e volume interno de 200 mL, Figura 2.



Figura 2 – Tubo de retenção usado para o experimento de DTR (sem o isolamento térmico).

A metodologia está baseada nas seguintes etapas: Liga-se a bomba e água começa a percorrer o sistema, em seguida, inicia-se procedimento de filmagem; depois de decorridos 5 segundos de captura de imagens o corante é injetado em um ponto pré-determinado a jusante da detecção; o processo é filmado até, por um critério visual, o fluxo de água se tornar incolor.

Este tempo de espera de 5 segundos é necessário para determinar a coloração natural do fundo, sem a presença do traçador. Este valor de fundo deve ser subtraído dos resultados finais de intensidade de cor. Com as filmes obtidos é possível iniciar uma análise dos dados através do MATLAB® (Versão R2010a, The MathWorks Inc., Natick EUA).

Na linguagem de programação foram implementadas duas rotinas de cálculos que visam ajudar no tratamento de dados, a eliminação do ruído proveniente da “cauda” da função $E(t)$, Equação 1, e também o refinamento da detecção nos instantes de maior concentração de corante.

A primeira rotina foi desenvolvida, pois a determinação do tempo de residência no final do processo é afetada pela variância e pela curtose da distribuição (indicador do tamanho da “cauda” da distribuição) (Torres e Oliveira, 1998). Para minimizar este fenômeno, apenas 99% do total da concentração do traçador são utilizados nos cálculos. Este limite é determinado através da função da distribuição cumulativa de tempos de residência, $F(t)$, Equação 2, onde o tempo correspondente a 99% da concentração total é utilizado como tempo limite para os cálculos, ou seja, a partir deste tempo, todas as concentrações são consideradas como sendo 0.

A segunda rotina, relativa ao refinamento da detecção, consiste basicamente no aumento da amostragem quando as partículas de corante cruzam o detector, neste caso a câmera. Normalmente é analisado pelo programa desenvolvido um quadro a cada segundo de filmagem, porém quando o corante começa a cruzar o detector, esse número é alterado para quatro quadros por segundo. Isto foi implementado para diminuir o tempo computacional, evitando assim analisar quadros que não apresentam detecção de corante, e também para fornecer um maior número de dados para uma análise mais precisa da DTR do processo.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após a análise dos frames dos filmes, foram obtidos os seguintes resultados

gráficos, Figura 3, para concentração de 1% $v/v_{\text{água}}$ de corante e um volume injetado de 0,08 mL.

Logo em seguida, foi subtraído do valor medido da intensidade da cor o que correspondia ao valor da “coloração natural” do background (que foi obtida nos primeiros 5 segundos de filmagem, isto é, antes da injeção do traçador e foi denominado de valor de referência).

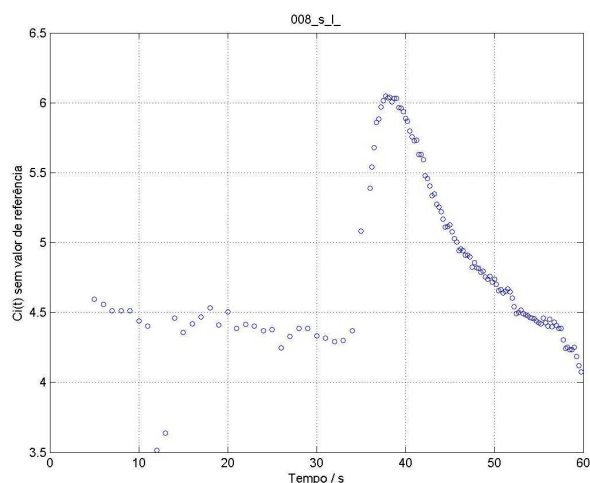


Figura 3 – Gráfico da Concentração de traçador medida em função do tempo para as condições 1% $v/v_{\text{água}}$, 0,08 mL.

Como o fluido estudado (água destilada) é transparente é importante frisar que quando uma intensidade da cor é medida, ela é a somatória da intensidade da cor do corante diluído e do background. Portanto, conclui-se que essa subtração é necessária para a análise, pois com esse artifício matemático espera-se minimizar a interferência da coloração do fundo na detecção.

Caso algum ponto analisado possua valores de intensidade abaixo do valor de referência, têm a intensidade considerada como zero, pois foi considerado que é impossível de se obter uma “intensidade negativa”, visto que o valor de referência foi fixado como sendo relativo à ausência da coloração do traçador.

Para uma melhor comparação dos gráficos experimentais com os teóricos foi calculado o número de Reynolds do processo, caracterizando assim o tipo escoamento no interior do tubo. Para esse cálculo foram utilizadas as propriedades da água à 20 °C ($\rho_{\text{água}} = 998 \text{ kg/m}^3$, $\mu_{\text{água}} = 1,00 \times 10^{-3} \text{ Pa.s}$) (Bennet,

C.O., 1982) e o diâmetro do tubo e a vazão utilizada nos experimentos ($Q = 20 \text{ L/h}$, $\Phi_{\text{tubo}} = 6,6 \text{ mm}$), o valor obtido para o Reynolds foi de 1066 que permite afirmar, com uma boa margem de segurança, que o escoamento é laminar (para o escoamento dentro de tubos, considera laminar a faixa de Reynolds de 0 a 2100) (Bennet, C.O., 1982).

A Equação 7 apresenta a forma teórica para curva $E(\theta)$ da DTR do escoamento laminar num tubo reto (Levenspiel, 1999).

$$E(\theta) = \frac{1}{2\theta_3} \quad \theta \geq \frac{1}{2} \quad (7)$$

A Figura 4 apresenta a curva teórica e a curva obtida através experimentalmente. O resultado está de acordo com o estudo teórico de Ruthven (1971) sobre escoamento laminar em tubos helicoidais. Em comparação com a curva teórica para escoamento em tubo reto, a DTR de um tubo helicoidal deve ter a curva E mais estreita, alta e com um tempo de residência mínimo maior. Estas diferenças estão associadas às correntes de recirculação que se formam ao longo das curvas.

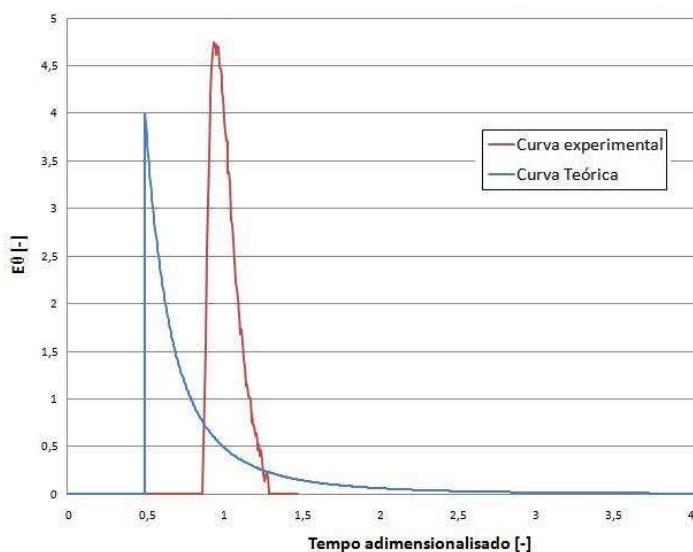


Figura 4 – Comparação entre os resultados experimentais e teóricos.

CONCLUSÕES

Neste trabalho, o principal objetivo foi desenvolver a linguagem de programação que atendesse às necessidades de identificação da concentração de corante ao longo do tempo de uma maneira satisfatória e trabalhasse com os dados obtidos de maneira que fosse possível

aplicar todas as equações da revisão bibliográfica.

Com base nos dados apresentados é possível estimar que este método apresenta boas perspectivas de desenvolvimento. Isso pode ser afirmado observando o comportamento da curva experimental de DTR. Portanto, os primeiros testes mostraram que os objetivos do trabalho foram ser alcançados.

Nos próximos passos estão previstos primeiramente a idealização de uma metodologia experimental fixa e reproduzível. Para isso, será preparado um aparato que permita uma luminosidade fixa, sem interferências externas. Logo em seguida serão feitos testes com diversas variações nos parâmetros do processo e posteriormente os dados provenientes destes ensaios serão tratados e comparados com outros obtidos por diferentes métodos, como o condutimétrico (Gutierrez et al., 2010).

NOMENCLATURA

C: concentração de traçador (kg/m^3);
 C_0 : concentração de fundo do traçador (kg/m^3);
 E : função de distribuição de tempo (s^{-1});
 F : função de distribuição cumulativa de tempos de residência (-);
 Q : vazão volumétrica no trocador de calor (L/h);
 Re : Número de Reynolds (-);
 t_m : média do tempo de residência (s).
 ρ : densidade (kg/m^3)
 Φ : diâmetro interno do tubo (mm)
 μ : viscosidade (Pa.s)

REFERÊNCIAS

- BENNET, C.O., MYERS, L.E. (1982) Momentum, Heat and Mass Transfer. McGraw Hill. New York.
- DANCKWERTS, P. W. (1953), Continuous flow systems: Distribution of residence times. Chemical Engineering Science, 2(1). 1-13.
- GUTIERREZ, C.G.C.C., DIAS, E.F.T.S., GUT, J.A.W. (2010), Residence time distribution in holding tubes using generalized convection model and numerical convolution for non-ideal tracer detection. Journal of Food Engineering, 98, 248-256.

- LEE S. W., HANNA M.A., JONES D.D. (2009), Residence time distribution determination using On-Line digital image processing, *Stärke*, 61, 146-153.
- LEVENSPIEL, O. (1999), *Chemical Reaction Engineering*, 3rd ed. John Wiley & Sons, New York.
- RUTHVEN, D.M. (1971), The residence time distribution for ideal laminar flow in a helical tube. *Chemical Engineering Science*, 26, 1113-1121.
- STÄHLE P. (2009), Bestimmung von Verweilzeit- und Molekülgrößenverteilungen stärkebasierter Rohstoffe bei der Hochgeschwindigkeitskochextrusion. Karlsruher Institut für Technologie, Alemanha.
- TORRES, A.P. OLIVEIRA, F.A.R. (1998), Residence Time Distribution Studies in Continuous Thermal Processing of Liquids Foods: A Review. *Journal of Food Engineering*, 36, 1-30.
- WOLF, D., RESNICK, W. (1973), Residence Time Distribution in Real Systems, *I&EC Fundamentals*, 2(4), 287-293.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradem a todos que ajudaram durante a execução e concepção do trabalho, principalmente aos amigos Mario Hirth, que ajudou na inspiração do trabalho, e Vitor Gripp, que teve participação essencial no trabalho de programação.