



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA FONTE-DETECTOR  
DE RADIAÇÃO PARA PERFILAGEM GAMA EM COLUNAS  
DE FRACIONAMENTO DE PETRÓLEO**

**PABLO ANTONIO VÁSQUEZ SALVADOR**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Aplicações.

Orientadora:  
Dra. Margarida Mizue Hamada

**São Paulo  
2004**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
**Autarquia associada à Universidade de São Paulo**

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA FONTE-DETECTOR DE  
RADIAÇÃO PARA PERFILAGEM GAMA EM COLUNAS DE  
FRACIONAMENTO DE PETRÓLEO**



**PABLO ANTONIO VÁSQUEZ SALVADOR**

**Dissertação apresentada como parte  
dos requisitos para obtenção do  
Grau de Mestre em Ciências na Área  
de Tecnologia Nuclear – Aplicações.**

**Orientadora:  
Dra. Margarida Mizue Hamada**

**SÃO PAULO  
2004**

*Dedico este trabalho aos meus pais,  
Enrique e Helena; ao Sr. Joel e a  
Dona Neuza e; em especial a Maria  
Djiliah.*

## *AGRADECIMENTOS*

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade de realizar este trabalho, especialmente ao Centro de Tecnologia das Radiações;

À Dra. Margarida Mizue Hamada pela orientação, estímulo e amizade;

Ao M.Sc. Wilson Aparecido Parejo Calvo, Gerente do Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN – CNEN/SP pelo apoio dado durante todo o trabalho;

À Dra. Maria Helena Oliveira Sampa, Chefe da Divisão de Pesquisa e Desenvolvimento do Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN – CNEN/SP pela ajuda dada para minha admissão ao programa de pós-graduação;

Ao M.Sc. Fabio E. Costa do Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN – CNEN/SP pelo auxílio prestado durante todo o projeto;

Ao M.Sc. Pedro Aoki e ao Técnico Valdir Cosmos da Silva do Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN – CNEN/SP por disponibilizar os equipamentos de detecção;

Ao Eng. Francisco Pablo Ramírez, do Instituto Mexicano do Petróleo pelas sugestões dadas durante a construção do equipamento;

Ao Dr. Paulo Rela pela extraordinária ajuda prestada durante o planejamento e a execução da perfilagem gama;

Ao Eng. Francisco Sprenger pelas contribuições valiosas na parte experimental;

A M.Sc. Maria Djiliah C. A. de Souza pelas dicas com a língua portuguesa;

Ao Técnico Jorge Abiel do Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN – CNEN/SP pelo suporte dado na elaboração do projeto;

Ao Dr. Eddy Segura Pino pelo apoio e amizade;

Aos Senhores Marcos Cardoso, Cláudia R. Nolla, Gaudêncio Francisco de Sales por estarem sempre a disposição;

A Agência Internacional de Energia Atômica pelo suporte financeiro e especialmente ao Dr. Jovan Thereska pelas idéias sugeridas;

Aos meus colegas do IPEN pelo auxílio, estímulo e amizade;

A Ligia e ao Alessandro por me servirem quando precisei;

E a todos que de alguma forma contribuíram para realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

	<b>Página</b>
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	15
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	17
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	18
3.1. Princípio geral da metodologia da perfilagem gama.....	18
3.2. Descrição dos processos industriais de fracionamento em colunas de destilação.....	19
3.2.1. Processo de destilação.....	19
3.2.2. Colunas de pratos.....	20
3.2.2.1. Pratos de fluxo cruzado.....	21
3.2.2.2. Tipos de dispositivos de contato.....	22
3.2.3. Colunas empacotadas.....	24
3.3. Interação da radiação gama com a matéria.....	25
3.4. Mecanismo da perfilagem gama.....	28
3.5. Critérios básicos para o projeto de equipamentos nucleônicos.....	29
3.5.1. Tipo de medição.....	30
3.5.2. Parâmetros de avaliação.....	31
3.5.2.1. Sensibilidade.....	31
3.5.2.2. Erro estatístico.....	32
3.5.2.3. Resolução.....	34
3.5.2.4. Otimização da sensibilidade.....	35
3.5.2.5. Otimização da resolução.....	36
3.5.2.6. Minimização do erro estatístico.....	36
3.5.2.7. Determinação da atividade da fonte.....	37
3.5.2.8. Critérios práticos para o cálculo da atividade para perfilagem gama.....	38
3.6. Aplicação da técnica de perfilagens gama em diferentes tipos de colunas.....	38
3.6.1. Perfilagens de colunas de pratos.....	38
3.6.1.1. Altura do spray sobre um prato.....	40
3.6.2. Perfilagem gama em grade.....	41

3.7. Identificação de anomalias no funcionamento das colunas de destilação com a perfilagem gama.....	42
3.7.1. Arraste do líquido ( <i>entrainment</i> ).....	44
3.7.2. Inundação ( <i>flooding</i> ).....	44
3.7.2.1. Inundação por arraste ( <i>jet flooding</i> ).....	44
3.7.2.2. Inundação no <i>downcomer</i> .....	45
3.7.3. Gotejamento ( <i>weeping</i> ).....	45
3.7.4. Espuma ( <i>foaming</i> ).....	46
3.7.5. Danificações mecânicas em colunas de pratos.....	46
3.7.6. Perfilagem com a coluna vazia.....	47
3.7.7. Problemas nas colunas empacotadas.....	48
3.8. Planejamento da perfilagem gama.....	50
3.9. Possíveis problemas na execução da perfilagem gama.....	51
3.10. Proteção radiológica.....	51
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>52</b>
4.1. Materiais.....	52
4.1.1. Características dos materiais utilizados para a perfilagem gama em escala de laboratório.....	52
4.1.2. Materiais utilizados para a confecção do sistema para perfilagem industrial.....	55
4.1.3. Características da coluna industrial estudada.....	58
4.2. Descrição dos Métodos.....	60
4.2.1. Medição da radiação atenuada pela coluna e calibração dos equipamentos.....	60
4.2.2. Cálculo da atividade da fonte de $^{60}\text{Co}$ .....	61
4.2.3. Determinação do perfil de densidades.....	62
4.2.3.1. Normalização do perfil de densidades.....	63
4.2.4. Determinação dos coeficientes efetivos de atenuação de massa.....	63
4.2.5. Determinação dos parâmetros hidráulicos.....	63
4.2.6. Levantamento de informações técnicas necessárias para realização da perfilagem gama na coluna industrial.....	64
4.2.7. Orientação das linhas de perfilagem gama na coluna industrial.....	65
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>66</b>
5.1. Atividades do $^{60}\text{Co}$ calculadas pelo programa JANU.....	66
5.2. Resultados dos experimentos realizados em escala laboratorial.....	67
5.2.1. Resultados da calibração dos detectores para as medidas de atenuação.....	67

5.2.2. Resultados das perfilagens gama com a fonte de 0,22 MBq (6 $\mu$ Ci) de <sup>60</sup> Co .....	68
5.2.2.1. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de CsI(Tl).....	68
5.2.2.2. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de NaI(Tl) .....	71
5.2.3. Resultados das perfilagens gama com a fonte de 11,1 MBq (300 $\mu$ Ci) de <sup>60</sup> Co .....	74
5.2.3.1. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de CsI(Tl).....	74
5.2.3.2. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de NaI(Tl) .....	77
5.2.4. Resultado da perfilagem da coluna vazia e com líquido com os detectores de CsI(Tl) e NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq (300 $\mu$ Ci) de <sup>60</sup> Co.....	80
5.2.5. Resultado da normalização das perfilagens gama realizadas em escala laboratorial.	82
5.3. Resultados das perfilagens realizadas na coluna industrial .....	83
5.3.1. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq (40mCi) de <sup>60</sup> Co.....	83
5.3.2. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq (40mCi) de <sup>60</sup> Co.....	86
5.3.3. Resultado da normalização das perfilagens gama realizadas na coluna industrial ...	89
5.3.4. Considerações sobre proteção radiológica.....	90
<b>6. TRABALHOS FUTUROS</b> .....	91
<b>7. CONCLUSÕES</b> .....	95
<b>APÊNDICE A</b> .....	96
<b>APÊNDICE B</b> .....	97
<b>ANEXO A</b> .....	100
<b>ANEXO B</b> .....	101
<b>ANEXO C</b> .....	102
<b>ANEXO D</b> .....	104
<b>ANEXO E</b> .....	107
<b>ANEXO F</b> .....	109
<b>ANEXO G</b> .....	110
<b>ANEXO H</b> .....	113
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	114

## LISTA DE TABELAS

	<b>Página</b>
<b>TABELA 1</b> – Erro estatístico segundo o tipo de medição .....	32
<b>TABELA 2</b> – Otimização da resolução segundo o tipo de medição .....	36
<b>TABELA 3</b> – Minimização do erro segundo o tipo de medição .....	37
<b>TABELA 4</b> – Características da coluna utilizada no laboratório.....	52
<b>TABELA 5</b> – Características dos detectores utilizados no laboratório.....	54
<b>TABELA 6</b> – Condições de trabalho no laboratório. ....	55
<b>TABELA 7</b> – Características dos sistemas para o deslocamento da fonte e do detector. ...	57
<b>TABELA 8</b> – Características gerais da coluna e seus principais parâmetros de operação. 60	
<b>TABELA 9</b> – Valores alimentados ao programa JANU para o cálculo da atividade.....	61
<b>TABELA 10</b> – Atividades calculadas pelo programa computacional JANU para $^{60}\text{Co}$ . ...	66
<b>TABELA 11</b> – Condições de operação do sistema de contagem dos detectores. ....	68
<b>TABELA 12</b> – Valor e desvio padrão das contagens para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ na coluna do laboratório.....	70
<b>TABELA 13</b> – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ na coluna do laboratório.....	70
<b>TABELA 14</b> – Valor e desvio padrão das contagens para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ na coluna do laboratório.....	73
<b>TABELA 15</b> – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ na coluna do laboratório. ....	73
<b>TABELA 16</b> – Altura dos níveis dos líquidos e coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ na coluna do laboratório. ....	74
<b>TABELA 17</b> – Valor e desvio padrão das contagens para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ na coluna do laboratório.....	76

<b>TABELA 18</b> – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de <sup>60</sup> Co na coluna do laboratório.....	76
<b>TABELA 19</b> – Alturas dos níveis dos líquidos e coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de <sup>60</sup> Co na coluna do laboratório.....	77
<b>TABELA 20</b> – Valores e desvios padrão das contagens para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de <sup>60</sup> Co na coluna do laboratório.....	79
<b>TABELA 21</b> – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de <sup>60</sup> Co na coluna do laboratório.....	79
<b>TABELA 22</b> – Alturas dos níveis dos líquidos e coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de <sup>60</sup> Co na coluna do laboratório.....	80
<b>TABELA 23</b> – Valores e desvios padrão das contagens para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de <sup>60</sup> Co na coluna industrial.....	85
<b>TABELA 24</b> – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de <sup>60</sup> Co na coluna do industrial.....	85
<b>TABELA 25</b> – Espessuras e posições relativas dos pratos determinados com base no perfil de densidades para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de <sup>60</sup> Co na coluna industrial.....	86
<b>TABELA 26</b> – Valores e desvios padrão das contagens para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de <sup>60</sup> Co na coluna industrial.....	88
<b>TABELA 27</b> – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de <sup>60</sup> Co na coluna do industrial.....	88
<b>TABELA 28</b> – Espessuras e posições relativas dos pratos determinados com base no perfil de densidades para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de <sup>60</sup> Co na coluna industrial.....	88
<b>TABELA 29</b> – Características gerais da coluna e seus principais parâmetros de operação.....	92
<b>TABELA 30</b> – Características dos leitos estruturados.....	94
<b>TABELA 31</b> – Economia de custos na aplicação da perfilagem gama.....	100

<b>TABELA 32</b> – Principais características das fontes radioativas gama. ....	102
<b>TABELA 33</b> – Intervalos de energia para os principais processo de absorção de energia gama. ....	102
<b>TABELA 34</b> – Coeficientes de absorção de massa $\mu/\rho$ .....	102
<b>TABELA 35</b> – Coeficientes lineares de atenuação $\mu_1$ .....	103
<b>TABELA 36</b> – Valores das espessuras médias ( $x_{1/2}$ ) e dos coeficientes de atenuação de massa ( $\mu_m$ ) para diversos materiais .....	103

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Página</b>
<b>FIGURA 1</b> – Arranjo de fluxo cruzado em uma coluna de destilação.....	21
<b>FIGURA 2</b> – Representação esquemática das áreas ativas de um prato em uma coluna de destilação.....	22
<b>FIGURA 3</b> – Tipos de dispositivos de contato.....	23
<b>FIGURA 4</b> – Representação esquemática de uma coluna de destilação empacotada.....	25
<b>FIGURA 5</b> – Esquema da perfilagem gama.....	28
<b>FIGURA 6</b> – Sensibilidades absoluta e relativa.....	31
<b>FIGURA 7</b> – Erro Estatístico.....	34
<b>FIGURA 8</b> – Flutuações estatísticas e resolução.....	34
<b>FIGURA 9</b> – Zona de otimização.....	35
<b>FIGURA 10</b> – Perfilagem gama para diferentes tipos de colunas de pratos.....	39
<b>FIGURA 11</b> – Representação gráfica da altura do spray na perfilagem gama.....	40
<b>FIGURA 12</b> – Perfilagem gama para colunas empacotadas.....	41
<b>FIGURA 13</b> – Perfilagem gama ideal em uma coluna de pratos.....	43
<b>FIGURA 14</b> – Danificações mecânicas em colunas de pratos.....	46
<b>FIGURA 15</b> – Perfilagem em uma coluna vazia e em um coluna em funcionamento.....	48
<b>FIGURA 16</b> – Perfilagem gama em uma coluna empacotada e em uma coluna de pratos.....	49
<b>FIGURA 17</b> – Recheio randômico antes e depois do funcionamento.....	50
<b>FIGURA 18</b> – Esquema do sistema fonte –detector utilizado no laboratório.....	53
<b>FIGURA 19</b> – Sistema utilizado no laboratório.....	54
<b>FIGURA 20</b> – Irradiador panorâmico.....	55
<b>FIGURA 21</b> – Sistema para o deslocamento da fonte e do detector na coluna industrial..	56
<b>FIGURA 22</b> – Esquema do sistema utilizado para a deslocação da fonte e do detector na coluna industrial.....	58
<b>FIGURA 23</b> – Coluna industrial para tratamento de água.....	59
<b>FIGURA 24</b> – Orientação da linhas da perfilagem gama seguindo a linha pq.....	65

<b>FIGURA 25</b> – Espectros de energia das fontes radioativas gama de $^{133}\text{Ba}$ , $^{137}\text{Cs}$ e $^{60}\text{Co}$ obtidas com o detector de CsI(Tl). .....	67
<b>FIGURA 26</b> – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ .....	69
<b>FIGURA 27</b> – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ . .....	69
<b>FIGURA 28</b> – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ . .....	72
<b>FIGURA 29</b> – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de $^{60}\text{Co}$ .....	72
<b>FIGURA 30</b> – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ .....	75
<b>FIGURA 31</b> – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ .....	75
<b>FIGURA 32</b> – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ . .....	78
<b>FIGURA 33</b> – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ .....	78
<b>FIGURA 34</b> – Comparação da perfilagem gama da coluna vazia com a coluna com líquido e com uma seção com espuma, utilizando o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ .....	81
<b>FIGURA 35</b> – Comparação da perfilagem gama da coluna vazia com a coluna com líquido e com uma seção com espuma, utilizando o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ . .....	82
<b>FIGURA 36</b> – Normalização das perfilagens gama para os detectores de NaI(Tl) e de CsI(Tl) com a fonte de 11,1 MBq de $^{60}\text{Co}$ no sistema utilizado no laboratório.....	83
<b>FIGURA 37</b> – Perfil das densidades relativas da coluna industrial para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de $^{60}\text{Co}$ .....	84
<b>FIGURA 38</b> – Perfil das densidades relativas da coluna industrial para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de $^{60}\text{Co}$ . .....	87
<b>FIGURA 39</b> – Normalização das perfilagens gama para os detectores de NaI(Tl) e de CsI(Tl) no sistema utilizado na coluna industrial. ....	89

<b>FIGURA 40</b> – Coluna de pré- vaporização para destilação atmosférica e a vácuo para hidrocarbonetos. ....	91
<b>FIGURA 41</b> – Projeto da coluna de destilação industrial. ....	93
<b>FIGURA 42</b> – Orientação das linhas da perfilagem pq, rs, tu e vw. A= Entrada de Carga, B= saída do produto de topo, C= entrada do refluxo do topo, D= saída de nafta intermediaria, F= saída do produto de fundo, G= entrada de vapor de retificação, H= respiro, BV= boca de visita. ....	94
<b>FIGURA 43</b> – Irradiador de chumbo utilizado nos testes do laboratório. ....	96
<b>FIGURA 44</b> – Projeto mecânico do irradiador utilizado na perfilagem gama da coluna industrial: montagem das peças. ....	97
<b>FIGURA 45</b> – Projeto mecânico do irradiador utilizado na perfilagem gama da coluna industrial: descrição da peça 1. ....	98
<b>FIGURA 46</b> – Projeto mecânico do irradiador utilizado na perfilagem gama da coluna industrial: descrição da peça 2. ....	99
<b>FIGURA 47</b> – Pratos de fluxo cruzado e de fluxo em contracorrente. ....	101

# DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA FONTE-DETECTOR DE RADIAÇÃO PARA PERFILAGEM GAMA EM COLUNAS DE FRACIONAMENTO DE PETRÓLEO

**Pablo Antonio Vásquez Salvador**

## RESUMO

A perfilagem com raios gama é uma técnica on-line para “observar” o desempenho hidráulico de uma coluna de destilação em operação, independente das condições de trabalho (pressão e temperatura), tornando-se assim, uma solução rápida e rentável. O princípio deste método consiste na instalação de uma fonte radioativa e um detector de radiação, posicionados externamente à torre, para medir a transmissão da radiação gama através do meio da coluna de destilação. O sistema fonte-detector de radiação para perfilagem gama é constituído basicamente de: (1) uma fonte gama de  $^{60}\text{Co}$  com um colimador panorâmico de chumbo, (2) um detector cintilador acoplado a um contador e (3) um equipamento para a deslocação do sistema. Neste trabalho foi desenvolvido um sistema fonte-detector de radiação para perfilagem com raios gama em colunas de fracionamento, comparando dois tipos de detectores cintiladores: NaI(Tl) (comercial) e CsI(Tl) (desenvolvido no IPEN). Para projetar o sistema fonte – detector, foi confeccionada uma coluna modelo em escala laboratorial, simulando uma coluna de destilação industrial, nas quais diversas variáveis foram avaliadas. O equipamento desenvolvido foi testado em uma coluna de 6,5 m de diâmetro e 40 m de altura, utilizada para tratamento de água. Para o cálculo das atividades das fontes de  $^{60}\text{Co}$  usadas, tanto na escala laboratorial (11,1MBq) como na escala industrial (1,48TBq), foi utilizado um programa de simulação computacional. Nos testes realizados no laboratório e na coluna industrial, tanto o detector de NaI(Tl) como o de CsI(Tl) apresentaram boas propriedades para as aplicações nas perfilagens com raios gama, identificando posições e determinando espessuras dos pratos.

**DEVELOPMENT OF A SEALED SOURCE – RADIATION DETECTOR  
SYSTEM FOR GAMMA RAY SCANNING OF PETROLEUM  
DISTILLATION COLUMNS**

**Pablo Antonio Vásquez Salvador**

***ABSTRACT***

Gamma Ray Scanning is an online technique to “view” the hydraulic performance of an operating column, with no disruption to operating processes conditions (pressure and temperature), as a cost-effective solution. The principle of this methodology consists of a small suitably sealed gamma radiation source and a radiation detector experimentally positioned to the column, moving concurrently in small increments on opposite sides and the quantity of gamma transmitted. The source–detector system consists of: (1) sealed  $^{60}\text{Co}$  radioactive source in a panoramic lead radiator, (2) a scintillator detector coupled to a ratemeter / analyzer and (3) a mobile system. In this work, a gamma scanning sealed source –detector system for distillation columns, was developed, comparing two scintillator detectors: NaI(Tl) (commercial) and CsI(Tl) (IPEN). In order to project the system, a simulated model of a tray-type distillation column was used. The equipment developed was tested in an industrial column for water treatment (6.5 m diameter and 40 m height). The required activities of  $^{60}\text{Co}$ , laboratory (11.1MBq) and industrial works (1.48TBq) were calculated by simulation software. Both, the NaI(Tl) and the CsI(Tl) detectors showed good proprieties for gamma scanning applications, determining the position and presence or absence of trays.

## 1. INTRODUÇÃO

Para alcançar níveis altos de sofisticação tecnológica, as industriais têm buscado técnicas mais eficientes e versáteis que as tradicionais para a investigação de falhas operacionais, nas quais as tecnologias baseadas nos radioisótopos têm mostrado ser ferramentas sensíveis para tais averiguações, alcançando relações de custo-benefício de 1:20 até 1:50 (ANEXO A) <sup>13,33</sup>.

Embora estas tecnologias possam ser aplicáveis em um amplo espectro, as plantas químicas e petroquímicas, e os campos petrolíferos são identificados como os principais usuários das aplicações das fontes radioativas seladas <sup>33</sup>. Os benefícios da aplicação da técnica do radioisótopo na indústria são derivados da: (1) tecnologia usada para diagnosticar causas específicas da ineficiência na operação da planta ou do processo em tempo real, minimizando paralisações desnecessárias e prevenindo perdas na produção e (2) na otimização de processos, fornecendo informações que facilitam aprimoramentos nos processos ou na qualidade do produto.

Dentre as diversas aplicações de radioisótopos nas indústrias, a técnica de perfilagem com raios gama vem sendo utilizada desde a década de setenta para identificar anomalias na operação de equipamentos como colunas de destilação, vasos, reatores, assim como para localizar depósitos e obstruções em tubulações <sup>9,27</sup>. Esta técnica ajuda a visualizar o desempenho interno de uma coluna de destilação sendo eficaz na detecção de problemas de funcionamento proporcionando informações qualitativas. As informações obtidas por este método tem ajudado a diagnosticar e resolver 70% das falhas encontradas em uma coluna, e nos outros 30% dos casos, a perfilagem gama tem direcionado o estudo à verdadeira causa do problema descartando, assim, hipóteses erradas <sup>18,19</sup>. Além de solucionar problemas de funcionamento, as perfilagens gama podem também otimizar um processo de destilação.

A maior vantagem sobre os métodos convencionais, está fundamentada no fato que as pesquisas podem ser conduzidas enquanto a planta está em funcionamento (*on-line*), sem interromper a produção, não importando quais são as condições do processamento (recipientes a alta pressão, fluidos químicos e corrosivos, etc) <sup>33</sup>. Esta conveniência aliada à rapidez com que as medidas de perfilagem podem ser realizadas, evitam períodos com

altos custos de produção, em que as colunas operam com condições reduzidas, proporcionando uma economia nos custos de produção e de pesquisa.

Os resultados das medidas da perfilagem gama permitem que decisões importantes referentes ao processo de destilação possam ser tomadas, possibilitando a ocorrência de <sup>2</sup>:

- Campanhas extensas.
- Campanhas seguras.
- Reduções dos consumos de energia e aumento do processamento.

As aplicações das perfilagens com raios gama podem trazer benefícios <sup>15</sup>, como:

- Aumento da rentabilidade e da eficiência da mão de obra.
- Redução de custos de operação e de manutenção.
- Redução do consumo de energia e aumento da eficiência do processo.
- Redução do tempo das paralisações não programadas (*downtime*), possibilitando identificar, antecipadamente, a real necessidade da paralisação da unidade.
- Otimização do desempenho da coluna de destilação.
- Identificação prévia dos materiais e tipos de manutenção necessários antes das paralisações programadas.
- Antecipação dos problemas antes de alcançar um ponto crítico.

Apesar de ser uma técnica bastante difundida e aplicada nas grandes refinarias e indústrias petroquímicas, no Brasil não existem trabalhos de pesquisa, publicados, relacionados com a perfilagem com raios gama em colunas de destilação. Para a realização do serviço de perfilagem gama no Brasil, algumas refinarias contratam empresas localizadas nos Estados Unidos e no Canadá, onde as informações técnicas são restritas e de custo elevado. Essas desvantagens têm dificultado a propagação dessa técnica no Brasil.

Neste trabalho foi projetado um sistema fonte-detector de radiação para perfilagem gama em torres de fracionamento de petróleo, tomando-se por base uma coluna modelo em laboratório. Após a sua caracterização, o sistema foi projetado e confeccionado para aplicação em uma coluna industrial.

## 2. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é desenvolver um sistema fonte-detector de radiação para perfilagem com raios gama para colunas de fracionamento, comparando dois tipos de detectores cintiladores: 1) NaI(Tl) (comercial) e 2) CsI(Tl)<sup>7</sup> (desenvolvido no IPEN); avaliando as suas funcionalidades na aplicação proposta.

O sistema é constituído de uma fonte gama de <sup>60</sup>Co com um colimador panorâmico de chumbo, um detector cintilador, e um equipamento para o deslocamento do sistema. Diferentes critérios para o projeto de equipamentos nucleônicos são abordados como, resolução, sensibilidade, exatidão do sistema, assim como, o cálculo da atividade da fonte e a calibração dos detectores.

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1. Princípio geral da metodologia da perfilagem gama

A perfilagem com raios gama é uma técnica on-line para “observar” o desempenho hidráulico de uma coluna de destilação em operação, independente das condições de trabalho (pressão e temperatura), tornando –se assim, uma solução rápida e rentável.

O princípio deste método consiste na instalação de uma fonte radioativa e um detector de radiação, posicionados externamente à torre, para medir a transmissão da radiação gama através do meio da coluna de destilação.

Nas plantas industriais, uma perfilagem gama deve ser projetada de tal forma que esta possa ser realizada em torno de 60 minutos. Uma taxa de velocidade de deslocamento de 12 m/h pode ser mantida sobre os pratos das colunas. Desta forma, em poucas horas pode –se discutir os resultados da perfilagem gama com os engenheiros de processo, permitindo que possam tomar as medidas adequadas, tais como, paralisar ou manter em funcionamento a planta.

Por outro lado, as fontes radioativas seladas, utilizadas para perfilagens gama das colunas de destilação, demandam somente 1% da atividade utilizada na radiografia industrial <sup>15,16,27</sup>.

Apesar de ser uma técnica bastante aplicada, foram encontrados poucos trabalhos na literatura relacionados às aplicações da perfilagem gama, que forneçam informações chaves na solução de problemas. SEVERANCE <sup>30</sup> mediu diretamente o nível da espuma, avaliando o efeito da adição de agentes antiespumantes numa coluna, realizando perfilagens antes e depois da aplicação destes agentes.

JONES & JONES <sup>10</sup> forneceram exemplos da aplicação da perfilagem gama, estudando os efeitos observados no processo de destilação com a adição de agentes antiespumantes em colunas de pratos. Os autores apresentam resultados de perfilagens que mostram o aparecimento de inundações e arraste de líquido, logo após o término da adição do agente antiespumante. Outro resultado observado foi a redução dos níveis do spray numa seção de uma coluna, após a troca dos pratos com borbulhadores por pratos perfurados.

FULHAM & HULBERT <sup>8</sup> verificaram uma diminuição dos níveis de espuma pela redução das alturas dos vertedouros de saída dos pratos, em uma coluna de destilação, pelas medidas de perfilagem gama antes e depois de feitas as alterações mecânicas.

SEVERANCE <sup>31</sup> demonstrou a validade da técnica da perfilagem na avaliação dos efeitos nas mudanças do processo, localizando o ponto de inundação. Neste experimento foram realizadas perfilagens gama para duas razões de refluxo. Na primeira foi verificada a existência da inundação. Na segunda perfilagem foi constatada que houve uma mudança na localização no ponto de inundação. Pode –se deduzir, assim, que a causa da inundação não era uma falha mecânica e sim, um acúmulo de impurezas dentro da coluna.

JONES-JONES <sup>10</sup> & SEVERANCE <sup>31</sup> realizaram perfilagens em coluna vazias com o intuito de auxiliar na interpretação das perfilagens com a coluna em operação. Perfilagens prévias com a coluna vazia são muito úteis na identificação de interferências e absorções provocadas pela estrutura da coluna.

SEVERANCE <sup>30</sup> demonstrou a efetividade da subtração da perfilagem gama da coluna vazia com relação à perfilagem da coluna em operação. Esta técnica fornece uma melhor resolução da hidráulica do fluido no processo de destilação.

A prática regular da perfilagem gama pode aumentar a produtividade e a vida útil das colunas, podendo esta ser utilizada como uma ferramenta na otimização das condições de operação. Repetidas perfilagens sob diferentes condições de operação como, temperatura, pressão, vazões de alimentação e razões de refluxo podem proporcionar informações gradativas do arraste do líquido, inundação de pratos, inundação por arraste, formação de espuma e gotejamento. Em uma coluna de destilação industrial, diferentes processos de fracionamento são utilizados, os quais devem ser conhecidos previamente para o planejamento da perfilagem gama.

### **3.2. Descrição dos processos industriais de fracionamento em colunas de destilação**

#### **3.2.1. Processo de destilação**

A destilação é um processo de separação física de um fluido (composto químico, petróleo, etc.) em dois ou mais componentes pela diferença de volatilidades <sup>23,25</sup>.

Há dois tipos principais de processos de destilação, como :

- a. Destilação contínua: separação contínua de dois ou mais produtos voláteis

- b. Destilação em batelada (*batch*): separação de um *batch* de alimentação em produtos por remoção seletiva das frações mais voláteis em função do tempo.

A destilação contínua pode ser binária ou multicomponente. A destilação binária pode ser descrita como uma separação de dois compostos químicos (por exemplo: álcool de água). A destilação multicomponente é um processo complexo que envolve a separação de misturas de compostos químicos já existentes, como o refino do petróleo.

O princípio de funcionamento da coluna de destilação depende em grande parte do que há em seu interior (pratos e/ou material de recheio).

Os parâmetros mais importantes que devem ser considerados para o ajuste das condições de operação e projeto de uma coluna são <sup>9</sup>:

- Capacidade da coluna.
- Eficiência na separação.
- Quedas de pressão.
- Temperatura.
- Comparação das condições de operação (reduzidas) com as condições de projeto (*turndown ratios*).

O funcionamento hidráulico de uma coluna de destilação está baseado no movimento em contra corrente do vapor e do líquido. O líquido se movimenta de forma descendente valendo-se de diferentes pontos de alimentação por ação da gravidade, ao passo que, o vapor se movimenta em forma ascendente em razão do diferencial de pressão dentro da coluna. Durante este processo, ocorrem transferências de calor e massa entre eles, quando estes estão em contato. Pode-se considerar este processo como um sistema mistura – separação, onde os tempos de residência das duas fases são fatores importantes <sup>23</sup>.

### 3.2.2. Colunas de pratos

Neste tipo de colunas de destilação, vários pratos são colocados uns sobre os outros, onde cada um se estende quase de um lado ao outro do diâmetro da coluna. A eficiência do prato depende da geometria, das condições de operação e das propriedades físicas do líquido e do vapor. Estas colunas podem ser projetadas para manipular intervalos grandes de fluxos de líquidos e de gases <sup>23,25</sup>.

As colunas de pratos são regidas por dois tipos de parâmetros: os químicos e os mecânicos, os quais devem ser otimizados para minimizar os custos e os riscos. O

desempenho químico pode ser medido em termos de eficiência, e o desempenho mecânico em termos do processamento. Um processo de destilação eficiente necessita dispositivos que coloquem o vapor e o líquido em contato íntimo. Um dispositivo de contato ideal (prato) permitiria chegar perto do equilíbrio verdadeiro entre o líquido e o vapor, porém na prática a condição de equilíbrio perfeito em um prato nunca é alcançada <sup>36</sup>.

### 3.2.2.1. Pratos de fluxo cruzado

Na maioria dos processos químicos industriais, as colunas de destilação estão equipadas com pratos ou bandejas de fluxo cruzado contendo *downcomers*, ou com pratos de fluxo em contracorrente sem *downcomers* ou ambos. Exemplos dos sistemas citados são mostrados no ANEXO B. Os pratos de fluxo em contracorrente têm o mesmo formato dos pratos perfurados, mas não possuem *downcomers*, nos quais o vapor sobe pelas mesmas perfurações que desce o líquido. A FIGURA 1 ilustra o esquema de um prato de fluxo cruzado em uma coluna de destilação.

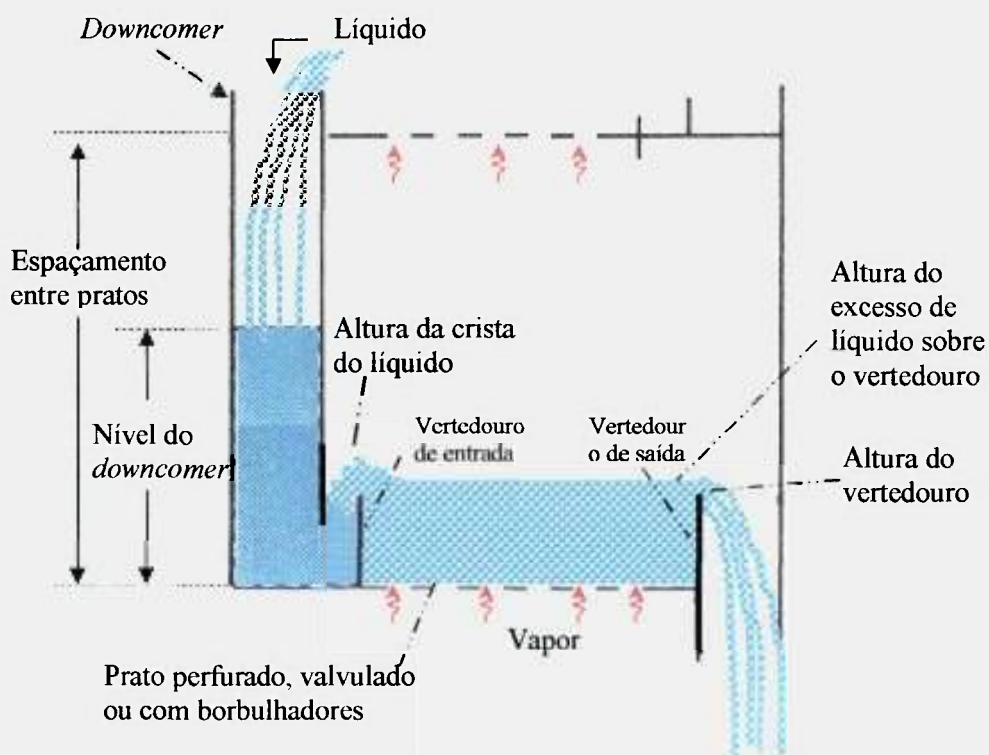


FIGURA 1 – Arranjo de fluxo cruzado em uma coluna de destilação.

Os pratos dentro de uma coluna de destilação com fluxo cruzado são divididos especialmente em três áreas, como <sup>23,25,36</sup>:

- Área do *downcomer* ou ladrão: Entrada do líquido proveniente do prato superior. Antes que o líquido entre na área de borbulhamento, este muda de direção e passa por uma zona morta (sem interação líquido – vapor) que consiste de umas poucas polegadas da área do prato, evitando que o vapor sopre dentro do *downcomer*.
- Área do borbulhamento: O líquido entra em contato com o vapor ascendente por meio das aberturas do prato, e permanece sobre este por um tempo de residência curto por meio de um vertedouro na saída desta área. Esta área consiste mormente de dispositivos para manter o vapor e o líquido em contato.
- Área do vertedouro: Saída do líquido (vertedouro de saída) ao *downcomer* que leva ao prato inferior.

O esquema das áreas ativas de um prato em uma coluna de destilação é mostrado na FIGURA 2.

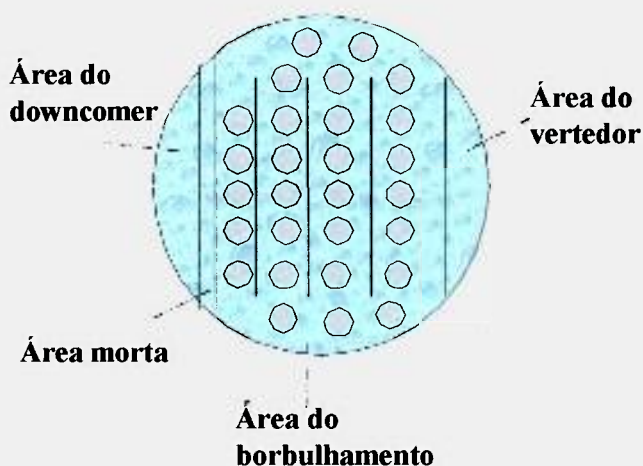


FIGURA 2 – Representação esquemática das áreas ativas de um prato em uma coluna de destilação.

O *downcomer* é uma área aberta formada por um lado da coluna e um defletor, e se estende desde o vertedouro de saída de cada prato até o nível do líquido do prato inferior.

### 3.2.2.2. Tipos de dispositivos de contato

Os dispositivos de contato mais usados são <sup>23</sup> (FIGURA 3):

- Pratos perfurados.
- Pratos valvulados.
- Pratos com borbulhadores (calotas).



FIGURA 3 – Tipos de dispositivos de contato <sup>23</sup>.

#### 3.2.2.2.1. Pratos perfurados

Os pratos perfurados têm pequenos orifícios permitindo ao vapor fluir para cima e entrar em contato com o líquido que está sobre os pratos. O fluxo do vapor ascendente impede que o líquido comece a escoar pelas aberturas dos pratos. Um prato perfurado tem como objetivo aproximar –se do equilíbrio na destilação <sup>20,23</sup>.

A estabilidade do prato perfurado está relacionada especialmente com a habilidade do mesmo em funcionar adequadamente com vazões de vapor reduzidas <sup>9</sup>.

#### 3.2.2.2.2. Pratos valvulados

Estes pratos possuem válvulas móveis acima das perfurações, onde as mesmas sobem e descem por causa das variações das vazões de vapor. O fluxo do vapor levanta as tampas das válvulas móveis, criando uma área de fluxo para a passagem do vapor, direcionando este fluxo em sentido horizontal dentro do líquido, providenciando assim, uma melhor mistura que a obtida nos pratos perfurados. A vantagem dos pratos de válvulas em relação aos outros dispositivos é a sua maior eficiência, em condições de operação com baixas vazões, pois as válvulas se fecham com fluxos baixos de vapor <sup>9,20,23,36</sup>.

#### 3.2.2.2.3. Pratos com borbulhadores

Neste caso, o vapor entra pela parte inferior do prato e sobe por várias chaminés até chegar à tampa do borbulhador (calota) sendo então forçado a escapar por borbulhamento através do líquido sobre o prato. Assim como em outros tipos de pratos, consegue-se um contato íntimo entre o vapor e o líquido, aproximando –se do equilíbrio na destilação sobre os pratos. Os pratos com borbulhadores podem operar com vazões

relativamente baixas de líquido e vapor em comparação com os pratos perfurados e valvulados<sup>9</sup>.

As perfurações nas colunas de pratos com borbulhadores são relativamente grandes. A estas perfurações estão acopladas tubulações curtas, cobertas por uma tampa em forma de calota<sup>23</sup>.

### 3.2.3. Colunas empacotadas

Uma coluna empacotada típica (coluna de recheio) é constituída de<sup>23</sup> (FIGURA 4):

- Recheio randômico (ao acaso) ou recheio estruturado.
- Placa de suporte do leito.
- Divisor do leito empacotado.
- Distribuidor do líquido.
- Tubulações para introduzir a alimentação, entradas e saídas do líquido e do vapor.

Nas colunas com leitos empacotados, os fluxos de líquido e de vapor se dão em contra corrente obtendo –se assim, uma transferência de massa contínua entre as duas fases. O líquido só ocupa o espaço necessário para fluir através do leito. A seção transversal restante da coluna está disponível para o fluxo do vapor. Cada coluna empacotada (randômica ou estruturada) tem limites superiores e inferiores para as vazões do líquido e do vapor que asseguram um desempenho satisfatório.

O recheio randômico recebe este nome pois o recheio dentro do leito não precisa ser posicionado com uma disposição específica. A área de contato superficial entre o vapor e o líquido, para a transferência de calor e de massa, determina o êxito da destilação. A capacidade de cada recheio, em particular, depende da sua geometria e das vazões do líquido e do vapor.

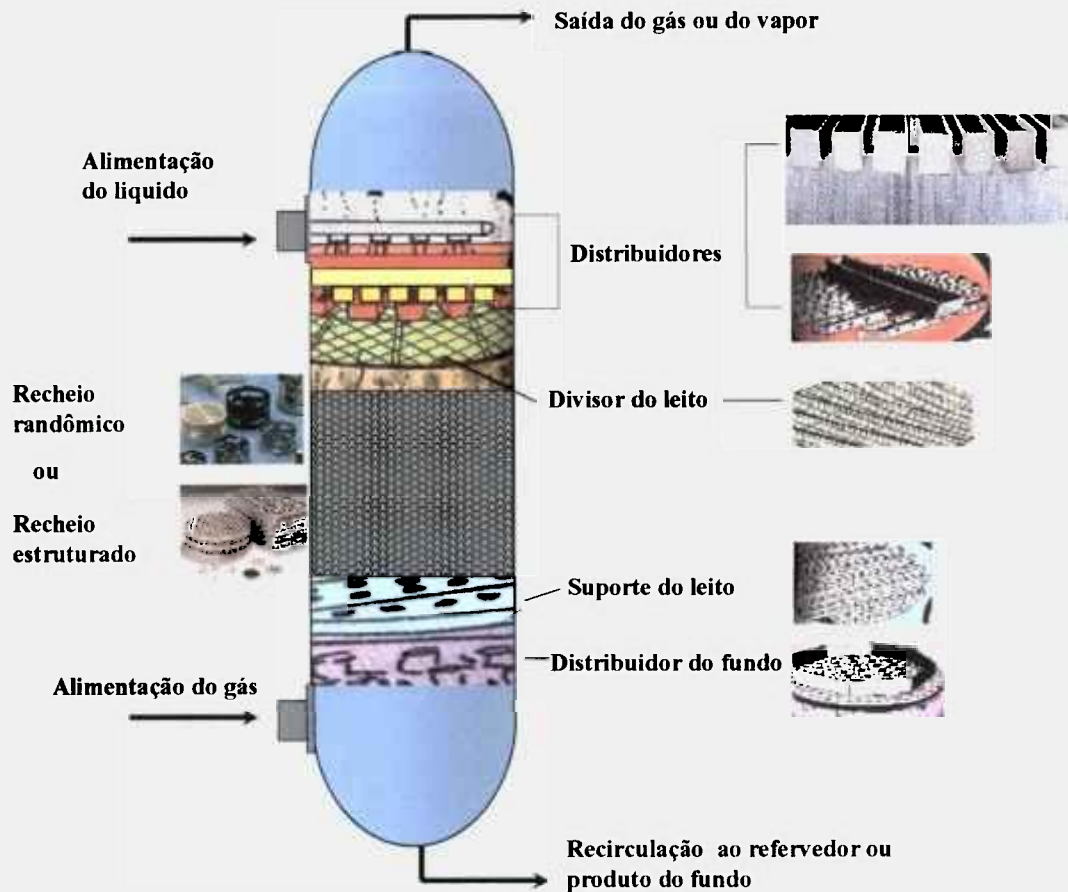


FIGURA 4 – Representação esquemática de uma coluna de destilação empacotada.

### 3.3. Interação da radiação gama com a matéria

A interação da radiação com a matéria é resultado da transferência parcial ou total da energia incidente nos elétrons ou núcleos dos átomos que constituem o meio material que está sendo irradiado.

A radiação que incide sobre o meio material pode estar manifestada na forma de um elétron de alta velocidade, nêutrons, partículas eletricamente carregadas, e na forma de radiação eletromagnética, como raios gama e raios X. O tipo de radiação mais adequada para usos industriais é a radiação gama em razão da sua alta penetrabilidade. Dentre os possíveis mecanismos de interação conhecidos, os três principais processos responsáveis pela absorção de raios gama são: efeito fotoelétrico, efeito Compton e produção de pares.

O efeito fotoelétrico ocorre predominantemente para raios gama de baixa energia, ao passo que, a produção de pares ocorre para a energia do raio gama acima de 1,02 MeV. O intervalo de energia de maior interesse para as aplicações industriais está entre 0,5 e 2.5 MeV, onde o efeito ou espalhamento Compton é o principal responsável pela atenuação da energia <sup>4</sup>. No ANEXO C, TABELA 32, encontram-se as fontes radioativas gama mais utilizadas para aplicações industriais e suas características. Por outro lado, a contribuição do processo de absorção depende do material absorvedor utilizado, pois cada material possui coeficiente de absorção linear específico. Assim, cada material possui intervalos de energia nos quais os efeitos mencionados têm suas contribuições <sup>22</sup>.

O coeficiente de absorção depende da energia do raio gama incidente e da natureza do material absorvedor, sendo este, para uma energia E, igual a:

$$\mu_T(E) = \mu_p(E) + \mu_c(E) + \mu_{pf}(E) \quad (1)$$

onde:  $\mu_T(E)$  = coeficiente total de absorção,  
 $\mu_p(E)$  = coeficiente fotoelétrico,  
 $\mu_{pf}(E)$  = coeficiente Compton,  
 $\mu_c(E)$  = coeficiente de produção de pares.

O coeficiente de absorção de massa está dado por:

$$\frac{\mu}{\rho} = \frac{N}{A} (\mu_p + \mu_c + \mu_{pf}) \quad (2)$$

e o coeficiente de absorção linear  $\mu$  por:

$$\mu = \rho \frac{N}{A} (\mu_p + \mu_c + \mu_{pf}) \quad (3)$$

onde: N = número de Avogadro  
 A = peso atômico  
 $\rho$  = densidade do absorvedor

Se um feixe de fótons (raios gama) de intensidade  $I_0$ , incide sobre um material de espessura  $x$ , a intensidade  $I$  depois de atravessar o material é dada por <sup>5,16,34</sup>:

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu x} \quad (4)$$

onde:

$I_0$  = intensidade do raio gama com um absorvedor de espessura zero,

$x$  = espessura do absorvedor,

$I$  = intensidade do raio gama transmitido através do absorvedor de espessura  $x$ ,

$e = 2,72$  (base dos logaritmos naturais),

$\mu$  = coeficiente de atenuação (inclinação da curva de absorção).

Quando a espessura do absorvedor  $x$  é dada em centímetros, o coeficiente de atenuação é chamado de coeficiente de atenuação linear  $\mu_l$  ( $\text{cm}^{-1}$ ). Se  $x$  é definida em  $\text{g}/\text{cm}^2$ , o coeficiente de absorção é, então, chamado de coeficiente de atenuação de massa,  $\mu_m$  ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ).

As relações numéricas entre  $\mu_m$  e  $\mu_l$  estão dadas por:

$$\mu_l [\text{cm}^{-1}] = \mu_m \left[ \frac{\text{cm}^2}{\text{g}} \right] * \rho \left[ \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right] \quad (5)$$

O coeficiente de absorção linear ( $\mu_l$ ), depende da energia incidente e do tipo de absorvedor. Os valores dos coeficientes de atenuação linear e de massa para vários materiais são apresentados no ANEXO C, TABELA 34 e TABELA 35.

Para um feixe puntiforme de radiação gama mono-energético de intensidade  $I_0$ , que atravessa um meio de densidade  $\rho$ , a radiação residual depois de percorrer uma distância  $x$  é dada por <sup>1,2,5,13,15,27,30</sup>:

$$I = I_0 * e^{(-\mu_m \rho x)} \quad (6)$$

Para feixes de radiação não colimados (*largos*), a equação anterior torna-se igual a <sup>5,15</sup>:

$$I = B * I_0 * e^{(-\mu_m \rho x)} \quad (7)$$

onde:

$B$  = fator de acúmulo (*build-up*)

O fator B leva em consideração a tendência dos raios gama de se dispersarem ou se espalharem, provocando um aumento na intensidade da radiação incidente naquele ponto. No entanto, na prática, os efeitos de espalhamento de energia podem ser minimizados com a calibração do sistema de detecção. Para muitos propósitos, pode ser utilizada a aproximação dada pela EQ.6, no qual o coeficiente de atenuação de massa efetivo é determinado empiricamente <sup>5,15,34</sup>.

Para energias de raios gama maiores a 200 keV, o coeficiente de atenuação de massa  $\mu_m$  é aproximadamente constante em função da energia do fóton e independente da composição elementar do material absorvedor <sup>5</sup>. Nestes casos, a resposta da instrumentação nuclear avaliada pelo método de transmissão depende de três variáveis (EQ.6). Se duas delas permanecem constantes ( $\mu_m$ , x), a resposta será exclusivamente em função da terceira ( $\rho$ ), a qual poderá ser determinada por meio de uma calibração adequada do sistema de detecção <sup>26</sup>.

### 3.4. Mecanismo da perfilagem gama

O mecanismo da perfilagem gama consiste na movimentação simultânea de uma fonte radioativa selada e de um detector de radiação pelas paredes externas (lados opostos) de uma coluna de destilação. Um feixe de energia cruza a coluna, onde a fonte e o detector posicionados em forma diametralmente oposta são deslocados verticalmente ao longo da torre <sup>13,16</sup>, cujo esquema encontra-se na FIGURA 5.

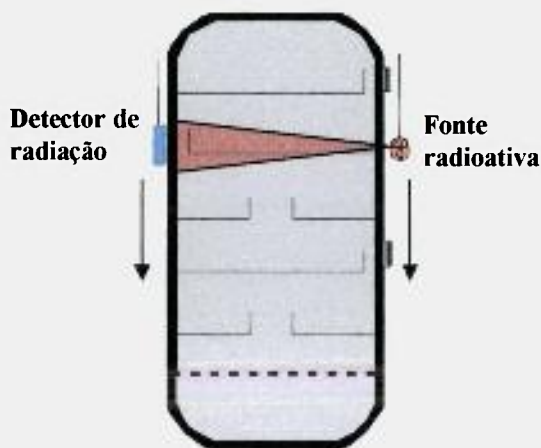


FIGURA 5 – Esquema da perfilagem gama <sup>13</sup>.

Mantendo a geometria constante, qualquer variação do sinal produzida pelo conteúdo da coluna, é traduzida em um perfil de densidades relativas. As áreas que contêm materiais de alta densidade relativa (líquido ou metal) produzem baixas intensidades de radiação transmitida, ao passo que, as áreas de baixa densidade relativa (vapor e espaços entre os pratos) produzem altos níveis de intensidade de radiação <sup>13,25,32</sup>.

O processo de transmissão da energia gama está descrito pela EQ.6. Esta equação mostra que a intensidade da radiação medida por um detector de radiação é inversamente proporcional à densidade do material absorvedor (meio entre a fonte e o detector). Esta equação também descreve uma atenuação exponencial que pode ser considerada como uma função do produto das propriedades do meio absorvedor, como, espessura e densidade. Em outras palavras, um aumento na densidade ou na espessura do material resulta em uma redução na medida da contagem do detector. Se o espaço (distância entre a fonte e o detector) é mantido constante, a intensidade da radiação recebida pelo detector, pode ser uma medida da densidade média do material (substância) entre estes.

Neste processo, os seguintes princípios são importantes <sup>13</sup>:

- Quando um feixe de radiação atravessa um meio contendo um prato com líquido arejado, uma grande quantidade da radiação é absorvida, e assim, somente uma quantidade da radiação relativamente pequena, alcança o detector.
- Se o feixe da radiação atravessa o líquido não arejado, a maior parte da radiação é absorvida pelo meio e a sua intensidade é baixa.
- Quando um feixe de radiação atravessa o vapor, há uma pequena massa que absorve a radiação, portanto intensidades altas da radiação são transmitidas ao detector.

### **3.5. Critérios básicos para o projeto de equipamentos nucleônicos**

A seguir são apresentados os passos fundamentais para o projeto de sistemas fonte – detector para a medição das propriedades da matéria <sup>26</sup>:

- Descrição geral e qualitativa do sistema.
- Seleção do tipo de medição requerida:
  - Transmissão ou retro espalhamento.
  - Absoluta ou relativa.

- Estática ou dinâmica
- Apresentação de dados digital ou analógico.
- Controle por computador ou sistema fixo.
- Definição das condições ambientais nas quais o equipamento trabalha.
  - Temperatura.
  - Umidade.
  - Pressão.
  - Vibrações.
  - Possíveis golpes.
- Definição dos parâmetros do projeto nuclear.
  - Resolução.
  - Sensibilidade.
  - Exatidão e erro.
  - Velocidade do deslocamento e / ou tempo de resposta.
- Seleção do detector de radiação.
- Seleção da fonte radioativa.
- Dimensionamento nuclear (cálculo da atividade da fonte).
- Dimensionamento ou desenvolvimento da blindagem e dos colimadores.
- Projeto mecânico.
- Desenvolvimento de programas computacionais especiais.

### **3.5.1. Tipo de medição**

Para a realização das perfilagens com raios gama utiliza –se o método de transmissão com medição absoluta da taxa de contagens, pois o parâmetro a ser medido (densidade) apresenta um amplo intervalo de variações .

A medição é estática, pois esta é realizada quando o sistema (coluna) está em estado estacionário, (não apresenta variação das condições de operação); onde as leituras da contagem são feitas, seguindo-se um intervalo definido de distância (cada 5 ou 10 cm) e não de forma contínua <sup>27</sup>.

### 3.5.2. Parâmetros de avaliação

#### 3.5.2.1. Sensibilidade

A sensibilidade do sistema relaciona as variações produzidas na magnitude da saída do sistema com as variações absolutas ou relativas do sinal da entrada <sup>22</sup>. A resposta de um sistema, (em razão do estabelecido na EQ.6) para determinação da densidade pelas medidas de transmissão é dada por <sup>26,28</sup>:

$$r(\rho) = \frac{I}{I_0}(\rho) = e^{-\mu_m \times \rho} \quad (8)$$

A sensibilidade absoluta é definida como:

$$S = \left| \frac{dr(\rho)}{d\rho} \right| = \mu_m \times e^{-\mu_m \times \rho} \quad (9)$$

A sensibilidade relativa é definida como:

$$S_r = \left| \frac{dr(\rho)}{d\rho} \right| \frac{\rho}{r} = \rho S = \mu_m \times \rho e^{-\mu_m \times \rho} \quad (10)$$

Na FIGURA 6 estão representadas as sensibilidades absoluta e relativa, onde as variáveis independentes são a densidade e o produto  $\mu_m \times \rho$ , respectivamente.

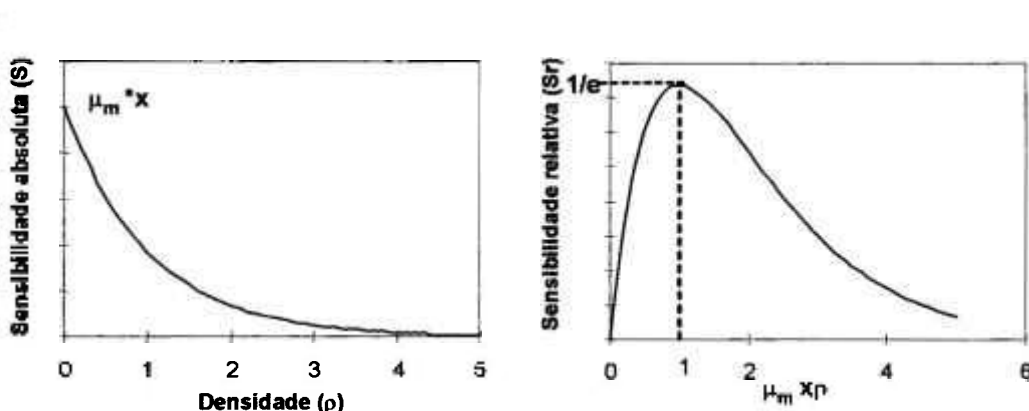


FIGURA 6 – Sensibilidades absoluta e relativa <sup>26</sup>.

A sensibilidade relativa tem um valor máximo quando  $\mu_m \times \rho = 1$ . Para valores de  $\mu_m \times \rho$  entre 0,5 e 1,8; a sensibilidade relativa se mantém dentro de uma zona ótima atingindo valores de pelo menos 80% do valor máximo teórico ( $\mu_m \times \rho = 1$ ), oferecendo assim, flexibilidade ao projeto.

### 3.5.2.2. Erro estatístico

A desintegração radioativa é um fenômeno probabilístico que pode ser aproximado pela distribuição de Poisson (ANEXO G). Se o número de eventos tende ao infinito, a distribuição de Poisson (discreta) tende à distribuição normal ou de Gauss (contínua) que é simétrica com relação ao valor médio <sup>22</sup>.

Para a análise de erros, geralmente, é usado um intervalo de dois desvios padrão ao redor da média, considerando que todos os valores da variável aleatória estão dentro do mesmo, trabalhando-se assim, com um nível de confiança de 95%.

Baseando-se neste critério, define-se o erro relativo da taxa de contagens  $S$  para um número de contagens  $N$ :

$$\left| \frac{\Delta S}{S} \right| = 2 \frac{\sigma_s}{S} = \frac{2}{\sqrt{N}} \quad (11)$$

O erro estatístico possui diversas formas, o qual varia de acordo com o tipo de medição e com a variável da saída do sistema de detecção (TABELA 1) <sup>22,26</sup>.

TABELA 1 – Erro estatístico segundo o tipo de medição <sup>26</sup>.

Detector	Tipo de medição	Variável da saída do detector	Erro relativo na variável da saída
Pulsos	Acumulação (tempo T)	$N$	$\left  \frac{\Delta N}{N} \right  = \frac{2}{\sqrt{N}}$
Pulsos	Acumulação (tempo T)	$S = \frac{N}{T}$	$\left  \frac{\Delta S}{S} \right  = \frac{2}{\sqrt{N}} = \frac{2}{\sqrt{ST}}$
Pulsos	Integração (cte. tempo $\tau$ )	$S$	$\left  \frac{\Delta S}{S} \right  = \frac{2}{\sqrt{2\tau S}}$
Corrente	Integração (cte. tempo $\tau$ )	$i$	$\left  \frac{\Delta i}{i} \right  = \frac{2}{\sqrt{2\tau \frac{\epsilon_0 i}{\epsilon q}}}$

Onde:  $N$  = contagem,

$T$  = tempo da contagem,

$S$  = taxa de contagem ou de eventos integrados com uma constante de tempo,

$\tau$  = constante de tempo de integração,

$\varepsilon$  = energia da radiação incidente,

$\varepsilon_0$  = energia necessária para produzir um par de íons no gás do detector,

$q$  = carga do elétron .

A magnitude da saída do sistema depende de vários parâmetros de entrada, onde alguns destes podem permanecer invariantes durante a medição ( $\mu_m$ ,  $x$ ). Para se calcular o erro na magnitude de saída deve ser aplicada a expressão de propagação de erros de primeira classe.

$$\left| \frac{\Delta r(\rho)}{r(\rho)} \right| = \left| \frac{\rho}{r(\rho)} \left\| \frac{\partial r(\rho)}{\partial \rho} \right\| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| = \mu_m x \rho \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| \quad (12)$$

Da EQ.12 pode –se obter o erro na medida da densidade :

$$\left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| = \frac{1}{\mu_m x \rho} \left| \frac{\Delta r(\rho)}{r(\rho)} \right| \quad (13)$$

Considerando a taxa de contagens  $S$  como a variável da saída do sistema, tem-se:

$$F_r = \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| = \frac{1}{\mu_m x \rho} \frac{2}{\sqrt{ST}} = \frac{1}{\mu_m x \rho} \frac{2}{\sqrt{S_0 e^{-\mu_m x \rho} T}} = \frac{2}{\sqrt{S_0 T}} \frac{e^{0,5 \mu_m x \rho}}{\mu_m x \rho} \quad (14)$$

Considerando o número de contagens  $N$  como a variável da saída do sistema:

$$F_r = \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| = \frac{2}{\sqrt{N_0}} \frac{e^{0,5 \mu_m x \rho}}{\mu_m x \rho} \quad (15)$$

A EQ.15 está representada na FIGURA 7. Esta equação tem um valor mínimo quando  $\mu_m x \rho = 2$ . Pode –se definir uma região de trabalho aceitável para valores de  $\mu_m x \rho$  entre 1,02 e 3,46; intervalo dentro do qual o erro estatístico aumenta somente 20% com relação ao mínimo.

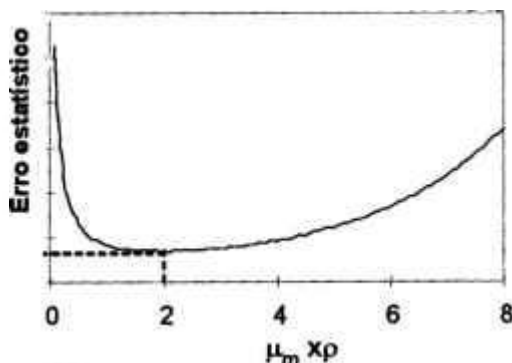


FIGURA 7 – Erro Estatístico <sup>26</sup>.

### 3.5.2.3. Resolução

A resolução é a habilidade de um sistema de medição em diferenciar dois valores muito próximos da variável a ser medida. Em um sistema nuclear a resolução está intimamente vinculada com as flutuações estatísticas <sup>22,26,34</sup>. Para que duas medições não se confundam, as flutuações das faixas do erro estatístico não devem superpor-se; como é mostrado na FIGURA 8.

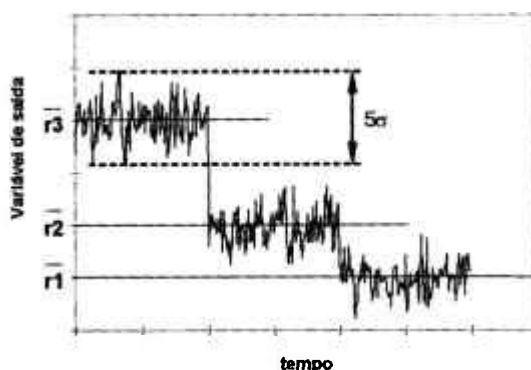


FIGURA 8 – Flutuações estatísticas e resolução <sup>26</sup>.

Como é mostrado na FIGURA 8, os valores das variáveis da saída do sistema  $\bar{r}_1$  e  $\bar{r}_3$ , podem ser diferenciados facilmente, porém a faixa das flutuações de  $\bar{r}_2$  está superposta com as outras duas. Para melhorar a resolução do sistema a fim de se diferenciar os três valores, deve-se diminuir as faixas do erro, aumentando a atividade da fonte ou diminuindo a contagem de fundo (*background BG*) <sup>22</sup>. Como critério geral, a largura da faixa das flutuações estatísticas deve ter um valor de cinco desvios padrão ( $\bar{r} \pm 2,5\sigma$ ), portanto duas medições  $r_1$  e  $r_2$  (próximas entre si), devem satisfazer a seguinte condição da resolução para serem consideradas como valores diferentes:

$$\bar{r}_2 - 2,5\sigma_2 > \bar{r}_1 + 2,5\sigma_1 \quad (16)$$

### 3.5.2.5. Otimização da resolução

Com base na EQ.17 podem ser encontradas expressões necessárias para satisfazer os requerimentos de resolução, com a finalidade de auxiliar os cálculos das variáveis mínimas da saída ( $N_0$  para o número de contagens e  $S_0$  para a taxa de contagens) de um sistema de acordo com o tipo de medição, como apresentado na TABELA 2.

TABELA 2 – Otimização da resolução segundo o tipo de medição <sup>26</sup>

Detector	Tipo de medição	Variável da saída do detector	Condição para a variável da saída
Pulsos	Acumulação (tempo T)	$N$	$N_0 > \frac{25e^{-\mu_m \tau \rho_2}}{(e^{-\mu_m \tau \rho_2} - e^{-\mu_m \tau \rho_1})^2}$
Pulsos	Acumulação (tempo T)	$S = \frac{N}{T}$	$S_0 > \frac{25e^{-\mu_m \tau \rho_2}}{(e^{-\mu_m \tau \rho_2} - e^{-\mu_m \tau \rho_1})^2 T}$
Pulsos	Integração (cte. tempo $\tau$ )	$S$	$S_0 > \frac{12,5e^{-\mu_m \tau \rho_2}}{(e^{-\mu_m \tau \rho_2} - e^{-\mu_m \tau \rho_1})^2 \tau}$
Corrente	Integração (cte. tempo $\tau$ )	$i$	$i_0 > \frac{12,5q\epsilon e^{-\mu_m \tau \rho_2}}{(e^{-\mu_m \tau \rho_2} - e^{-\mu_m \tau \rho_1})^2 \tau \epsilon_0}$

### 3.5.2.6. Minimização do erro estatístico

De acordo com as expressões obtidas para o cálculo do erro estatístico (E), pode-se fixar um valor para o projeto. Na TABELA 3 apresentam-se os valores mínimos para as variáveis da saída de um sistema de medição sem material interposto entre a fonte e o detector.

TABELA 3 – Minimização do erro segundo o tipo de medição <sup>26</sup>.

Detector	Tipo de medição	Variável da saída do detector	Condição para a variável da saída
Pulsos	Acumulação (tempo T)	$N$	$N_0 > \frac{4e^{\mu_m x \rho}}{(\mu_m x \rho)^2} \frac{1}{E^2}$
Pulsos	Acumulação (tempo T)	$S = \frac{N}{T}$	$S_0 > \frac{4}{T} \frac{e^{\mu_m x \rho}}{(\mu_m x \rho)^2} \frac{1}{E^2}$
Pulsos	Integração (cte. tempo $\tau$ )	$S$	$S_0 > \frac{2}{\tau} \frac{e^{\mu_m x \rho}}{(\mu_m x \rho)^2} \frac{1}{E^2}$
Corrente	Integração (cte. tempo $\tau$ )	$i$	$i_0 > \frac{2\varepsilon q}{\tau \varepsilon_0} \frac{e^{\mu_m x \rho}}{(\mu_m x \rho)^2} \frac{1}{E^2}$

### 3.5.2.7. Determinação da atividade da fonte

Uma vez determinada a contagem ( $N_0$ ) no detector sem materiais interpostos, a atividade real requerida é calculada da seguinte forma <sup>8,26</sup>:

$$A_s = \frac{N_0}{R_e R_d R_\mu} \quad (18)$$

$$R_d = \frac{S}{4\pi d^2} = \left( \frac{\phi}{4d} \right)^2 \quad (19)$$

$$R_\mu = e^{-\sum \mu_i x_i} \quad (20)$$

onde:  $R_e$  = Eficiência intrínseca do detector.

$R_d$  = Fator que leva em consideração a geometria da fonte e do detector separados a uma distância  $d$ . Este fator está dado pela relação entre o ângulo sólido de captação do detector (área frontal do colimador,  $S = \pi\phi^2/4$ ) e o ângulo sólido de emissão da fonte ( $4\pi$  para uma fonte isotrópica).

$R_\mu$  = Fator de atenuação por materiais interpostos ( $\mu$  é coeficiente de atenuação e  $x$  é a espessura).

### 3.5.2.8. Critérios práticos para o cálculo da atividade para perfilagem gama

Para o caso das perfilagens com raios gama, uma estimativa da atividade da fonte requerida pode ser calculada com base na seguinte relação <sup>13</sup>:

$$Atividade = \frac{D d^2 2^{\frac{ep}{x_{1/2}}}}{\Gamma} \quad (21)$$

onde:

D = taxa de dose requerida (1 mR/h proporciona uma boa estatística na contagem),

d = diâmetro da coluna (pode ser adicionado 200 mm. ao valor do diâmetro por efeitos das dimensões dos contêineres da fonte e do detector),

ep = dupla espessura da parede da coluna (pode ser aumentado o valor da espessura das paredes do irradiador utilizado para a perfilagem),

$x_{1/2}$  = meia espessura do material da coluna,

$\Gamma$  = constante gama para uma fonte específica.

A expressão anterior é uma aproximação, e não leva em consideração os fatores de acúmulo (build-up) do material, mas existem programas computacionais que podem melhorar os resultados.

Uma boa estatística de contagem pode ser obtida com valores entre 5.000 e 7.000 cps nas regiões do vapor na coluna (linha do vapor); e entre 1.000 e 2.000 cps nas regiões dos pratos (linha do líquido).

Como exemplo, a sensibilidade de um detector de NaI(Tl) (2" x 2") é de 7.500 cps/mR/h. Para outros tipos de detectores este valor é determinado, posicionando uma fonte a uma distância conveniente para que a taxa de dose atinja valores entre 0.6 e 1 mR/h (boa estatística) na posição do detector.

## 3.6. Aplicação da técnica de perfilagens gama em diferentes tipos de colunas

### 3.6.1. Perfilagens de colunas de pratos

A perfilagem deve ser efetuada geralmente atravessando-se os pratos, devendo ser evitada a passagem através dos *downcomers* (FIGURA 10) <sup>2,13,27,29</sup>.

A perfilagem é conduzida através dos *downcomers*, quando são esperadas pequenas falhas no processo como a formação de espuma ou a inundação, a verificação da

integridade da coluna antes de uma paralisação para manutenção, ou o difícil acesso à coluna (ANEXO D).

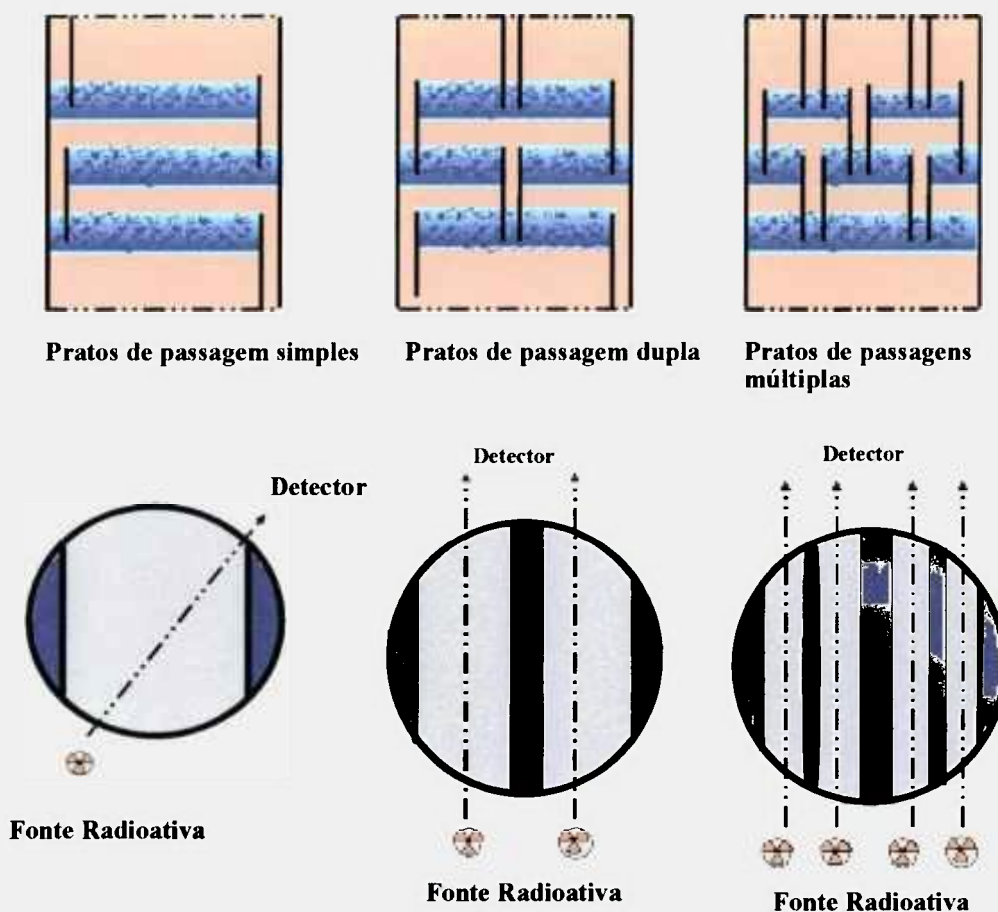


FIGURA 10 – Perfilagem gama para diferentes tipos de colunas de pratos <sup>13</sup>.

Com o auxílio dos projetos mecânicos e do perfil gama de densidade relativa de uma unidade, podem ser feitas deduções com relação a <sup>2,9,13,15,25</sup>:

- Presença e ausência de pratos e outros internos dentro da coluna.
- Presença e formação de coque.
- Localização e extensão de inundações.
- Bloqueios provocados por obstrução do *downcomer*, depósitos de fuligem nos pratos, sujeira ou pratos com sobrecarga de líquido.
- Localização e gravidade do arraste.
- Formação excessiva de espuma e presença de gotejamento de líquido
- Integridade dos distribuidores do líquido.
- Nível do líquido e da espuma nos pratos e nível do líquido na base da coluna.

### 3.6.1.1. Altura do spray sobre um prato

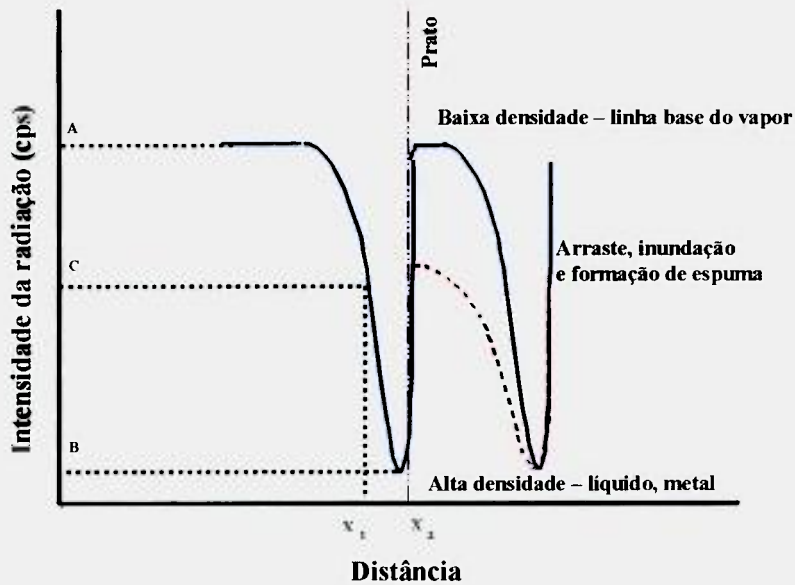


FIGURA 11 – Representação gráfica da altura do spray na perfilagem gama.

A altura do spray do líquido sobre um prato pode ser definida como “a diferença do aumento da absorção gama dada pelo líquido comparada com a diminuição da absorção gama ocorrida na zona de vapor entre pratos”. Na FIGURA 11, a linha vermelha (desvio da absorção do vapor entre pratos) indica a extensão do arraste (*entrainment*) de prato a prato.

A quantidade de líquido sobre o prato é determinada pela altura do vertedouro, ou seja, pela média entre a máxima e a mínima contagem:

$$\text{Nível de líquido sobre o prato} = X_2 - X_1 = \frac{\text{máximo} + \text{mínimo}}{2}$$

Tanto a largura como a altura do pico de atenuação obtidos na perfilagem gama de um prato determinam o nível do líquido sobre o mesmo.

Este método para a determinação de níveis só pode ser utilizado quando uma inundação severa não está presente. Utiliza-se este método, quando a linha base do vapor é mantida como uma referência fixa. A extrapolação das tangentes da curva até a linha base do vapor, pode ser usada como um método alternativo para determinar os níveis do líquido<sup>9</sup>.

### 3.6.2. Perfilagem gama em grade

Este tipo de perfilagem é utilizado para colunas empacotadas, geralmente com diâmetros menores a 3m. Para colunas de diâmetros maiores a 3 m recomenda –se utilizar outro tipo de arranjo, pois uma grande área não é coberta (especialmente a do centro). Para examinar uma coluna deste tipo são necessárias, pelo menos, quatro perfilagens (FIGURA 12) <sup>1,2,13,27</sup>.

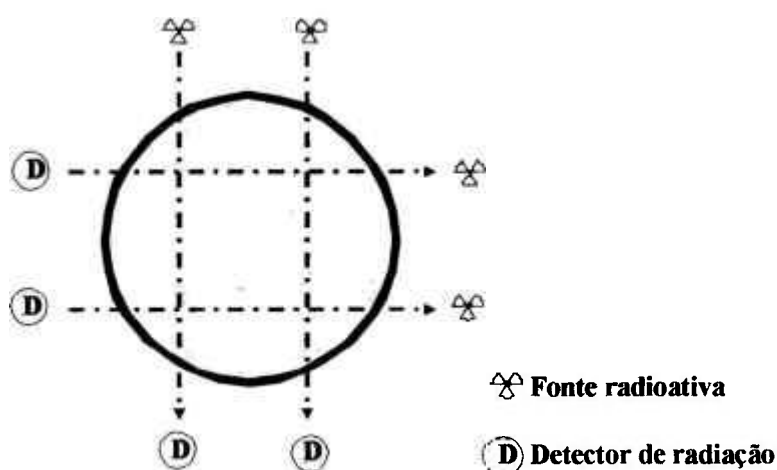


FIGURA 12 – Perfilagem gama para colunas empacotadas <sup>13</sup>.

As condições de operação (vazão da alimentação, temperatura, e outros parâmetros do processo) devem ser mantidas constantes, especialmente durante a realização da perfilagem gama. O registro de mudanças no processo durante a perfilagem, auxilia na interpretação dos resultados, no caso de que sejam encontradas anomalias ou maus funcionamentos <sup>21</sup>.

As perfilagens gama em grade podem diagnosticar problemas como <sup>2,9,13,15,37</sup>:

- Inundações e obstruções.
- Arraste do líquido.
- Material de recheio esmagado.
- Posições superiores e inferiores de leitos empacotados.
- Má distribuição do material do recheio.
- Integridade dos leitos empacotados.
- Distribuição não uniforme do líquido do distribuidor.
- Integridade dos distribuidores do líquido e dos eliminadores de névoas (*demisters*).

### **3.7. Identificação de anomalias no funcionamento das colunas de destilação com a perfilagem gama**

A perfilagem gama pode detectar e localizar as regiões do líquido e do vapor dentro da coluna. Pode também discriminar o líquido arejado e detectar espuma ou alturas do spray nas regiões do vapor. O estado de funcionamento da coluna pode ser indicado pelo prato e pelo espaço de vapor que há sobre este. Uma operação adequada do prato (em forma descendente) mostra um nível razoável do líquido arejado, seguido por um gradiente de densidade que diminui rapidamente até alcançar o espaço do vapor sobre o próximo prato<sup>9,29</sup>. A FIGURA 13 representa uma perfilagem gama ideal de uma coluna de destilação de pratos contendo as principais anomalias de funcionamento.

No ANEXO D, encontra-se um banco de perfis gama referenciais obtidos em situações reais. No ANEXO E são apresentadas as causas de ineficiências comuns encontradas em colunas de destilação industriais.

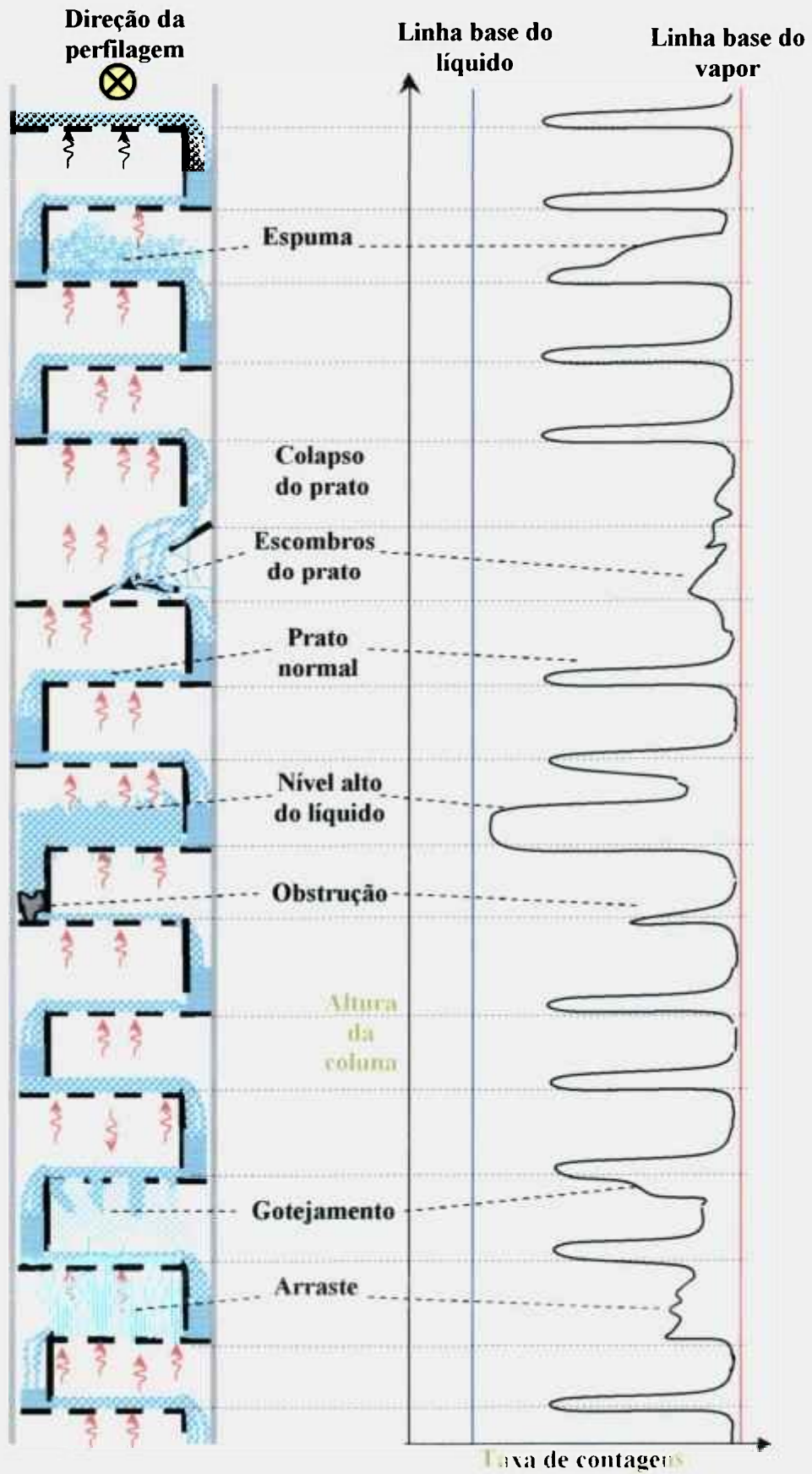


FIGURA 13 – Perfilagem gama ideal em uma coluna de pratos <sup>5,13,15,37</sup>

### 3.7.1. Arraste do líquido (*entrainment*)

O arraste pode ser definido como o levantamento físico de gotas do líquido, provocado pelo aumento do fluxo do vapor. O vapor tende a arrastar as gotas, elevando – as, ao passo que, a gravidade puxa as gotas, descendo –as. Se a velocidade do vapor é relativamente alta, o arraste vence a gravidade, e algumas das gotas podem ser levadas de um prato até outro que se encontra acima.

O arraste pode também ser definido como uma acumulação excessiva do líquido sobre os pratos, induzida pelo transporte do líquido em direção ascendente (de prato a prato) pela corrente do vapor que está subindo <sup>9,25</sup>.

Os pratos perfurados oferecem alta capacidade com baixas quedas de pressão e baixo arraste de líquido em comparação com os pratos valvulados.

### 3.7.2. Inundação (*flooding*)

A inundação é definida como a condição de operação no qual o arraste é tal que não há fluxo ou refluxo descendente. Esta condição representa o desempenho hidráulico máximo na destilação <sup>20,25</sup>.

A inundação é uma indicação de um impedimento na passagem do fluxo do líquido que está acompanhada por uma queda excessiva da pressão provocada pelo impedimento na passagem do fluxo do vapor. As inundações são geralmente provocadas pela deposição de fuligem (sujeira) ou por obstruções nos pratos <sup>9,21</sup>.

O primeiro sinal de inundação pode ser dado pela perda de separação provocada pelo arraste excessivo de líquido.

As condições necessárias para que haja uma inundação podem ser provocadas tanto por uma capacidade inadequada do *downcomer* como por um arraste excessivo de líquido na área do vapor (ANEXO E) <sup>36</sup>.

#### 3.7.2.1. Inundação por arraste (*jet flooding*)

A inundação por arraste é iniciada com a saída de um jato de líquido da área de transferência. O aumento rápido da queda da pressão de um prato, dado pela passagem do vapor através do mesmo, provoca a recirculação do líquido através do prato, gerando espuma que carrega excessivamente o líquido para dentro do prato superior. Esta forte queda de pressão provoca o retorno do fluxo do líquido para dentro do *downcomer*, fazendo com que o líquido seja derramado sobre o prato superior <sup>9,25,36</sup>.

As principais variáveis que afetam a inundação por arraste são a área do vapor no prato, o espaçamento entre pratos, a vazão e a densidade do vapor.

O gradiente do nível do líquido que atravessa um prato com borbulhadores pode causar uma má distribuição do fluxo de vapor em direção da saída do prato (vertedouro), provocando prematuramente uma inundação por arraste. As calotas tendem a obstruir o fluxo do líquido através do prato com altas vazões.

### 3.7.2.2. Inundação no *downcomer*

Quando a razão de refluxo, alimentada à coluna está em excesso em comparação com o fluxo que pode descer pelo *downcomer*, é produzida a inundação ( $Q_{\text{downcomer}} < Q_{\text{fluxo de entrada}}$ ).

Se a capacidade do *downcomer* não é adequada, o líquido é acumulado dentro deste até que seu nível restrinja a passagem do líquido que vem do prato superior. Assim, o nível do líquido arrastado aumenta de prato a prato, provocando a inundação. Pratos com altas pressões de operação sofrem inundações dentro do *downcomer*<sup>9,36</sup>.

As causas mais comuns para inundação do *downcomer* são: fluxo excessivo do líquido, limitações do projeto, vazamentos internos, introdução incorreta da alimentação e depósito de fuligem.

### 3.7.3. Gotejamento (*weeping*)

O gotejamento é a passagem do líquido pelos dutos da saída do gás na parte ativa de um prato até o seu prato inferior. Isto acontece geralmente em pratos com borbulhadores que apresentam problemas mecânicos. Ocorre também, quando há alta pressão do vapor sobre um prato, de tal forma que a diferença de pressão entre este prato e o inferior seja pequena ou até negativa, em alguns momentos. Neste último caso, o gotejamento pode ser provocado por obstruções na parte ativa do prato acima do prato que está gotejando. O gotejamento pode fazer com que a coluna opere com quedas de pressão baixas. Este fenômeno pode ser atribuído ao fato de que os pratos não se encontrem em seu lugar<sup>25</sup>.

Se a vazão de vapor que atravessa um prato perfurado é reduzida gradualmente, alcança –se um ponto no qual começa o gotejamento, que pode ser chamado de “ponto de gotejamento” ou “*weeping point*”. Os pratos valvulados oferecem a mesma capacidade e eficiência que os pratos perfurados, mas tendem a gotejar menos.

Os pratos com borbulhadores são propensos à canalização do fluxo cruzado do vapor. Este fenômeno ocorre quando o vapor sobe preferencialmente pelas regiões do meio e da saída do prato, pois o líquido está gotejando perto da entrada do prato, podendo assim, produzir um arraste excessivo do líquido e uma inundação prematura.

#### 3.7.4. Espuma (*foaming*)

A espuma é a formação de bolhas de vapor na superfície do líquido na parte ativa do prato, formando uma região que dificulta a passagem do vapor para cima, diminuindo assim, a eficiência na separação. A espuma se forma sobre um prato quando a diferença da pressão do vapor do prato superior é pequena. A formação de espuma depende também das propriedades surfactantes do líquido processado <sup>9,25</sup>.

#### 3.7.5. Danificações mecânicas em colunas de pratos

A FIGURA 14 ilustra alguns exemplos de problemas mecânicos que podem ocorrer nos pratos da coluna.



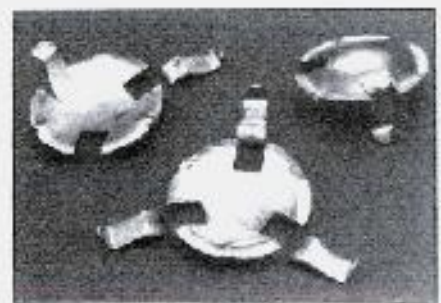
Pratos valvulados colapsados totalmente.  
Diminuição da eficiência da coluna.



Ausência das válvulas sobre o lado da alimentação do prato



Ausência das calotas sobre o prato permitindo o *by-pass* do vapor pelo líquido, diminuindo a eficiência.



Danificações de pratos provenientes da plataforma.

Os pratos de destilação de fluxo cruzado são susceptíveis à vibração (ressonância ou resposta forçada), sendo a mesma responsável pelas falhas estruturais. A interação líquido - vapor dentro da coluna pode ser bastante violenta (dependendo da velocidade do vapor através das perfurações do prato como também do nível do líquido sobre o prato), provocando o colapso dos pratos. Autopulsões provocam grandes flutuações na pressão através dos pratos (individualmente), levando o material à fadiga<sup>1,25,37</sup>.

Danificações parciais nos pratos podem ser atribuídas a<sup>15</sup>:

- Ausência das válvulas sobre pratos valvulados.
- Perfurações grandes nos pratos por corrosão.
- Pratos com grandes obstruções (sujeira) como depósitos, escombros etc.

### 3.7.6. Perfilagem com a coluna vazia

Para um melhor entendimento do que ocorre dentro da coluna, é aconselhável fazer uma perfilagem com a coluna vazia. Para efeitos de comparação, futuros cálculos e deduções; devem ser mantidas as mesmas linhas ou direções da perfilagem (linhas ou direções entre a fonte radioativa e o detector), e um correto alinhamento entre a fonte e o detector<sup>13</sup>. Algumas variações nas perfilagens podem ser explicadas pelas distribuições irregulares do líquido nos pratos, mas estas dependerão, sobretudo, das condições de operação da coluna durante a perfilagem. Todas estas informações devem ser consideradas para trabalhos futuros<sup>16,31</sup>. Na FIGURA 15 é mostrado um exemplo das diferenças que podem ser encontradas entre as perfilagens gama realizadas em uma coluna vazia e em funcionamento.

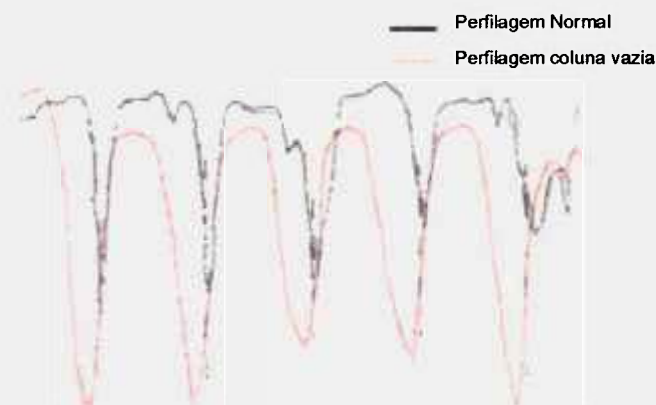


FIGURA 15 – Perfilagem em uma coluna vazia e em um coluna em funcionamento <sup>13</sup>.

### 3.7.7. Problemas nas colunas empacotadas

Durante a operação de uma coluna empacotada podem ser detectadas anomalias como <sup>1,13,29,37</sup>:

- Inundação excessiva.
- Bruscas quedas de pressão.
- Altas quedas de pressão.
- Acumulação do líquido no leito (perfil de temperatura).
- Perdas na separação.
- Perdas de estabilidade.

Tanto as vazões excessivas do vapor (altas quedas da pressão) como as inundações limitam a capacidade da coluna. Uma vazão excessiva de vapor aumenta a força de arraste sobre o líquido que desce, produzindo uma inundação.

Um mau funcionamento no distribuidor pode afetar o desempenho do leito empacotado e da coluna. Os distribuidores podem espalhar o líquido não uniformemente sobre o topo do leito, provocando entupimentos, depósitos e também criando espaços livres para o fluxo do gás.

A FIGURA 16 ilustra um exemplo do perfil da variação da densidade em função das falhas operacionais dentro de uma coluna empacotada e de uma coluna de pratos <sup>25</sup>.

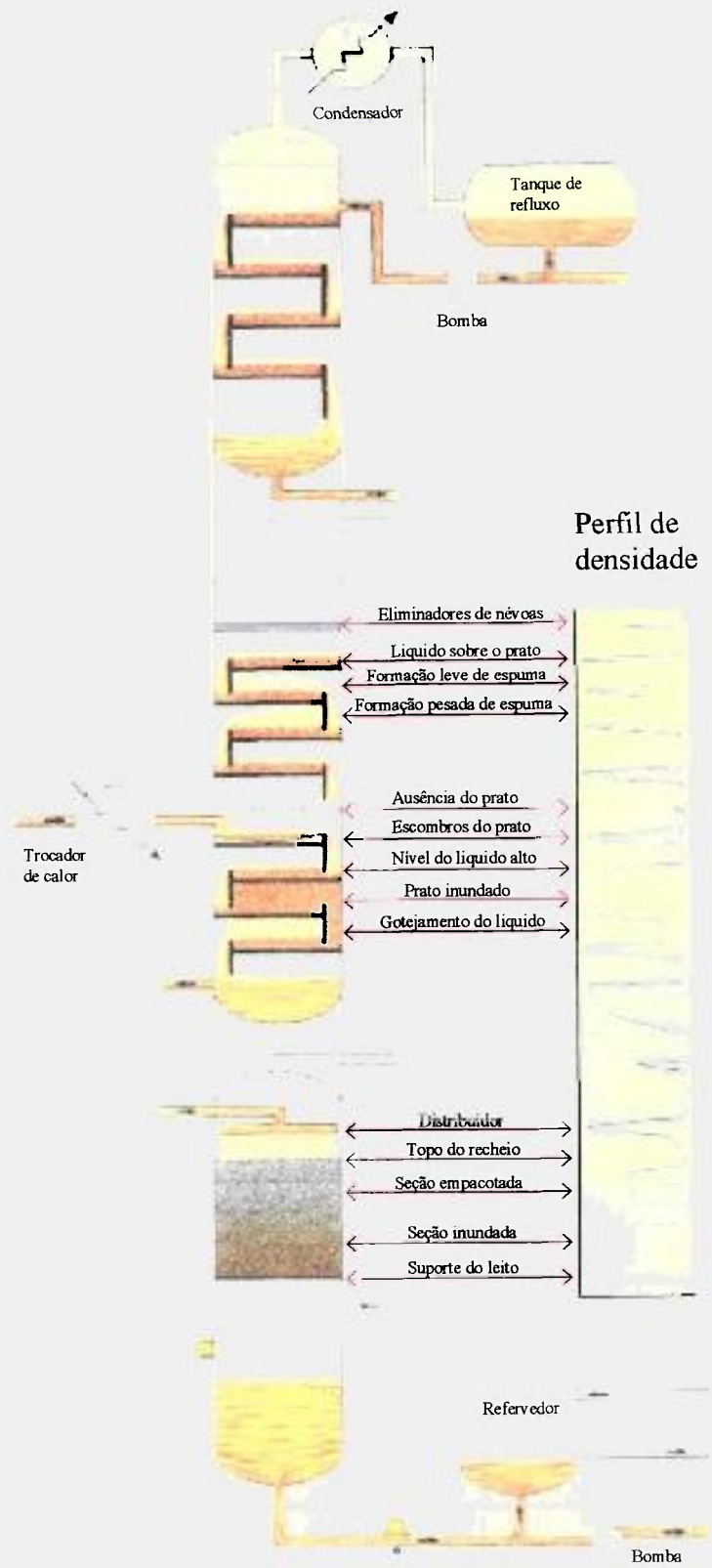


FIGURA 16 – Perfilagem gama em uma coluna empacotada e em uma coluna de pratos.

Recheios de cerâmica ou plástico se esmagam facilmente elevando as quedas de pressão dramaticamente. Na FIGURA 17 são mostradas as diferenças em um recheio randômico antes e depois do funcionamento.

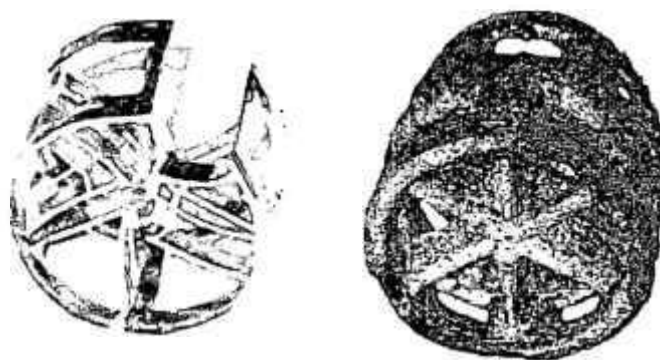


FIGURA 17 – Recheio randômico antes e depois do funcionamento.

### 3.8. Planejamento da perfilagem gama

Para uma melhor interpretação dos dados obtidos, devem –se efetuar as seguintes etapas :

- Perfilagem gama da coluna vazia (componentes internos sem operação).
- Perfilagem gama da coluna antes da paralisação para manutenção.
- Perfilagem gama da coluna depois da paralisação para manutenção, quando a coluna está trabalhando nas condições normais.

As informações anteriores podem ser complementadas com a escolha adequada de uma fonte radioativa selada. Para anomalias consideradas de menor gravidade, como, a formação de espuma (*foaming*), o gotejamento (*weeping*) e a inundação (*entrainment*), recomenda –se utilizar uma fonte radioativa com energia relativamente baixa como  $^{137}\text{Cs}$  e  $^{198}\text{Au}$ , por serem mais sensíveis na detecção de pequenas mudanças de densidade. Para unidades de grandes diâmetros, para situações nas quais possa haver distorção dos resultados por espalhamento da energia e para problemas maiores, como, inundações provocadas por obstruções, coqueamento e variações de pressão relativamente altas na coluna, recomenda –se utilizar  $^{60}\text{Co}$  <sup>13,15,24,34</sup>.

### 3.9. Possíveis problemas na execução da perfilagem gama

Durante a execução da perfilagem gama, alguns problemas podem ser encontrados, como:

- Acessibilidade às colunas.
- Construções externas das colunas (plataformas, suportes, tubulações, etc).
- Variações das condições operacionais do trabalho (vazões de alimentação, razões de refluxo, temperaturas, etc).
- Condições do tempo (vento, chuva, etc).

### 3.10. Proteção radiológica

Os trabalhos realizados em uma área com radiação devem ser efetuados com eficiência e rapidez. As aplicações industriais da radiação não apresentam risco substancial para os trabalhadores, no entanto, algumas das recomendações mais atualizadas para a limitação da dose de radiação são as seguintes <sup>11,12</sup>:

- Apresentar a justificativa da aplicação da técnica com material radioativo.
- As doses devem ser mantidas em um nível que permita a execução do trabalho, levando –se em consideração fatores sociais e econômicos.
- Em qualquer caso, as doses de radiação recebidas pela equipe devem estar abaixo das doses limites.

Em um exemplo prático, no transporte de uma fonte de  $^{60}\text{Co}$ , com aproximadamente 1.482 MBq (40 mCi), do contêiner até o dispositivo de irradiação para a perfilagem gama, gastam –se 30 s. Se o operador mantiver uma distância de 1 m da fonte, este receberá a dose de 5  $\mu\text{Sv}$ . As outras pessoas da equipe que mantiverem uma distância de pelo menos 5 m, receberão a dose máxima de 1,6  $\mu\text{Sv}$ .<sup>34</sup> Durante a perfilagem gama, os operadores que se encontram no nível do solo ficam posicionados atrás de uma blindagem de pelo menos 10 cm de chumbo onde a dose é menor que 4  $\mu\text{Sv}$ . Neste caso, o contêiner da fonte poderá permanecer a uma distância mínima (0,5 m) por no máximo 1 minuto desde o início até o final da perfilagem. O raio da área de trabalho pode ser mantido em 10 m, desta forma a dose recebida pelos operadores da planta será insignificante. A estimativa máxima de dose para a realização de uma perfilagem, levando –se em consideração a carga e a descarga da fonte é de 18  $\mu\text{Sv}$  para a equipe e 1,6  $\mu\text{Sv}$  para outras pessoas. Estes valores podem ser comparados com os da dose limite anual permitida (para trabalhadores 20 mSv/ano e para o público 1mSv/ano). <sup>11,12</sup>

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

O sistema fonte-detector de radiação para perfilagem gama é constituído basicamente de: (1) uma fonte gama de  $^{60}\text{Co}$  com um colimador panorâmico de chumbo, (2) um detector cintilador e (3) um equipamento para o deslocamento do sistema.

O sistema desenvolvido foi fundamentado na detecção da atenuação de um feixe de radiação gama nas diferentes alturas da coluna em virtude das diferenças de densidades dos materiais presentes no interior da coluna, determinando –se desta forma um perfil para as densidades do sistema.

Diferentes critérios para o projeto de equipamentos nucleônicos foram avaliados, a saber: resolução, sensibilidade, exatidão do sistema, assim como, o cálculo da atividade da fonte e a calibração dos detectores.

Para projetar o sistema fonte – detector, foi confeccionada, especialmente para o presente trabalho, uma coluna modelo em escala laboratorial, simulando uma torre de destilação industrial, nas quais diversas variáveis foram avaliadas. Com base nos resultados obtidos nesta etapa, foi projetado um sistema fonte – detector móvel, adequado para aplicação industrial. O sistema foi testado em uma coluna de 6,5 m de diâmetro e 40 m de comprimento, utilizada para tratamento de água.

### 4.1. Materiais

#### 4.1.1. Características dos materiais utilizados para a perfilagem gama em escala de laboratório.

A coluna modelo foi confeccionada utilizando tubos de aço, cujas características são apresentadas na TABELA 4.

TABELA 4 – Características da coluna utilizada no laboratório.

Coluna do laboratório	Comprimento	Espessura das paredes	Diâmetro externo
Tubulação de aço. A-516-60	100 cm	0,7 cm	23 cm

No interior da estrutura foram colocados, entre pratos, líquidos de diferentes densidades a alturas distintas simulando uma coluna de destilação, como esquematizado na FIGURA 18. Como pode ser observado na FIGURA 19, foi confeccionado um suporte metálico para fixar o detector de radiação e a fonte radioativa, de forma que a separação entre estes fosse diametralmente oposta e constante. A seguir, o conjunto foi deslocado ao longo da coluna sendo registrados os resultados de atenuação da radiação.

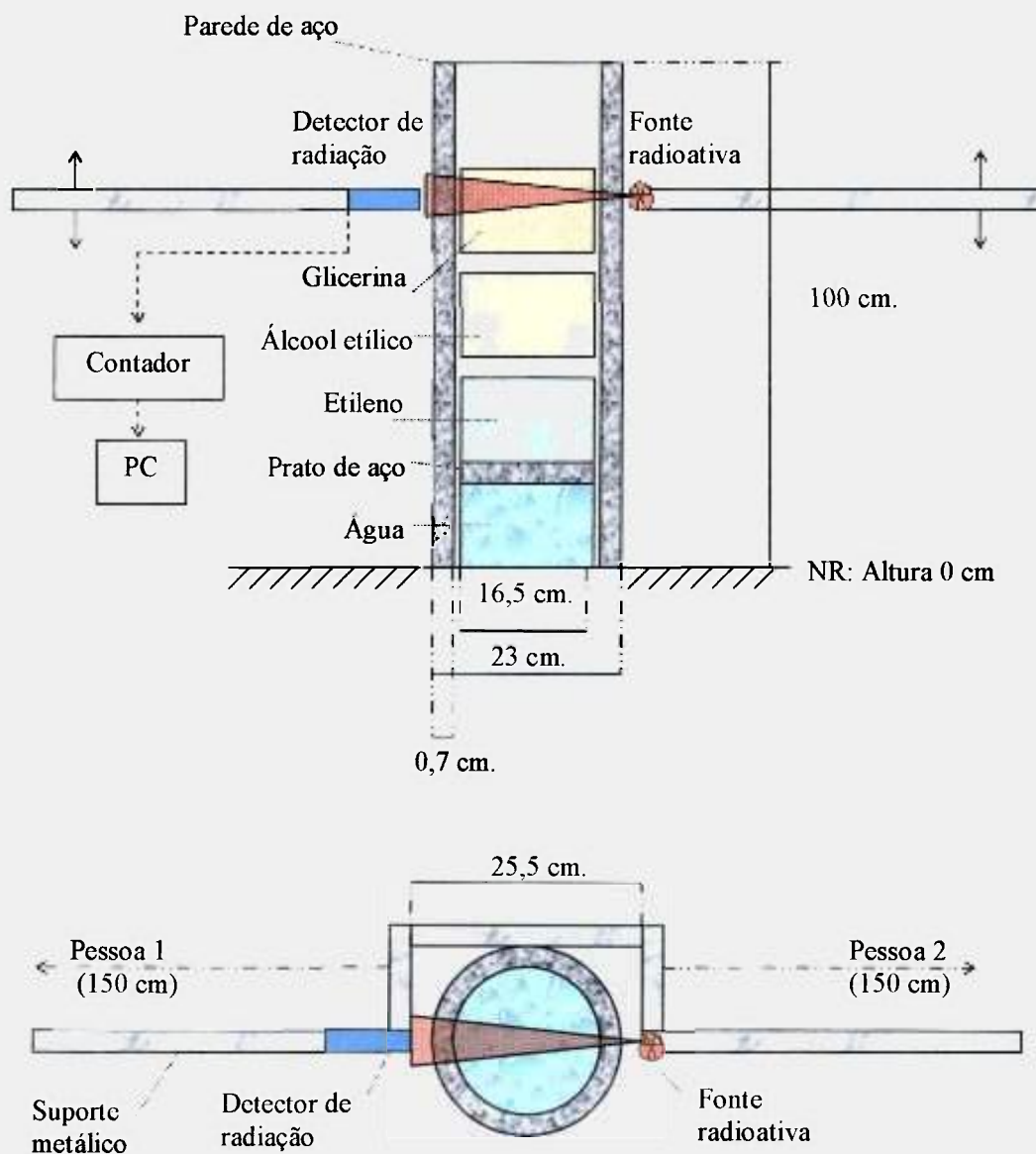


FIGURA 18 – Esquema do sistema fonte –detector utilizado no laboratório.



FIGURA 19 – Sistema utilizado no laboratório.

Para este experimento, foram utilizadas: fonte de  $^{60}\text{Co}$  de (1) 0,22 MBq (6 $\mu\text{Ci}$ ) da Amersham, usada como fonte de referência para calibração de detectores de radiação e de (2) 1,11 MBq (300 $\mu\text{Ci}$ ) calculada e confeccionada especialmente para essa aplicação no Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN/CNEN-SP.

A fonte de 1,11 MBq de  $^{60}\text{Co}$  foi colocada no interior de um irradiador de chumbo. Para colimação do feixe de radiação, foi feita uma abertura (janela) de 0,5 cm na parede do irradiador. No APÊNDICE A é mostrado o projeto esquemático do irradiador utilizado nos testes do laboratório.

Todas as análises foram realizadas utilizando-se, alternativamente, dois tipos de detectores cintiladores, NaI(Tl) e CsI(Tl), cujas características são descritas na TABELA 5. Cada detector possui o seu próprio sistema de contagem, ligado a um computador para o registro dos resultados das medidas.

TABELA 5 – Características dos detectores utilizados no laboratório.

<b>Tipo de detector</b>	<b>Procedência</b>	<b>Características do sistema de contagem</b>	<b>Eficiência intrínseca</b>	<b>Dimensões</b>
NaI(Tl)	Minekin (Austrália) Mod. 9501	Discriminação superior e inferior - Fotomultiplicador 550 -1200 V.	30%	5 cm x 5 cm (2" x 2")
CsI (Tl)	CTR-IPEN <sup>7</sup>	Discriminação inferior- Fotodiodo PIN 12 V.	3 %	2,5 cm x 1 cm

A TABELA 6 sumariza as condições nas quais os trabalhos foram realizados no laboratório.

TABELA 6 – Condições de trabalho no laboratório. <sup>14</sup>

<b>Parâmetro</b>	<b>Valor</b>	<b>Parâmetro</b>	<b>Valor</b>
Temperatura ambiente	20 °C ± 5 °C	Radiação Solar	Não direta
Umidade relativa	50 % ± 30 %	Variações da voltagem	± 10% do valor nominal
Pressão	101,3 kPa ± 10,0 kPa	Alinhamento fonte -detector	± 0,5 cm.

#### 4.1.2. Materiais utilizados para a confecção do sistema para perfilagem industrial

Para aplicação na coluna industrial, foi confeccionada uma fonte de <sup>60</sup>Co de 1,48TBq (40 mCi) no Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN/CNEN-SP. Esta atividade foi calculada, considerando –se que a maioria das colunas industriais apresentam diâmetros entre 2 a 3m. Para medidas de radiação, foram utilizados os mesmos detectores da escala laboratorial, cujas características são apresentadas na TABELA 5.

A FIGURA 20 ilustra o irradiador panorâmico desenvolvido neste trabalho. A estrutura do irradiador panorâmico para a fonte foi construída com aço inoxidável A-516-60, preenchendo seus espaços internos com chumbo. O projeto detalhado do irradiador encontra –se no APÊNDICE B. A fonte foi colocada dentro do irradiador por meio de uma entrada existente na parte superior localizada no centro deste <sup>6</sup>. Este equipamento, tinha como característica, permitir a saída do feixe de radiação, panoramicamente somente quando estivesse suspenso (obturaç o aberta).



FIGURA 20 – Irradiador panorâmico.

Para o deslocamento da fonte de  $^{60}\text{Co}$  e dos detectores de radiação pelas paredes externas da coluna, foram construídos dois sistemas independentes. Cada sistema foi constituído de um guincho para elevação de pesos com um cabo de aço fixado sobre um perfil modular de alumínio, como ilustra a FIGURA 21. Para realizar as medições da altura foi instalada uma roldana sobre cada perfil (precisão de 1cm) e em cada extremo foi colocada uma polia para mudar a direção do cabo de aço. O sistema permitiu também mudar a posição dos guinchos em função das necessidades (condições e tamanho da coluna), bem como, trabalhar em locais com espaços reduzidos. As características do sistema estão indicadas na TABELA 7.



FIGURA 21 – Sistema para o deslocamento da fonte e do detector na coluna industrial.

TABELA 7 – Características dos sistemas para o deslocamento da fonte e do detector.

	<b>Perfil alumínio*</b>	<b>Guincho</b>	<b>Cabo</b>
<b>Tipo</b>	Perfil modular de alumínio 50 x 50 mm com 4 ranhuras –guia (8 mm)	Sistema manual para elevação gradual de pesos com trava mecânica.	1/16" aço
<b>Peso (kg/m)</b>	2,28	-----	0,013
<b>Comprimento (cm)</b>	2000	-----	100 m (1/16") por guincho.
<b>Momento de inércia, <math>I_{x,y}</math> (cm<sup>4</sup>)</b>	20,49	-----	-----
<b>Momento polar de inércia, <math>W_{x,y}</math> (cm<sup>3</sup>)</b>	8,20	-----	-----
<b>Flexão com um peso de no máx. 10 kg (fonte ou detector) (cm)</b>	1,82	-----	-----
<b>Capacidade</b>	-----	máx. 400 kg	- 50 kg carga de trabalho - 160 kg carga de ruptura

\*Características de cada perfil

O funcionamento do sistema para o deslocamento da fonte e do detector é mostrado na FIGURA 22 . Os dois sistemas foram fixados na parte superior da coluna. A fonte e os detectores, seguindo a linha de perfilagem descrita na seção 4.2.7, foram deslocados de forma ascendente, elevando –os simultaneamente. O nível de referência estabelecido foi 40 cm do solo. Por causa da limitação do comprimento dos cabos que levam os sinais elétricos dos detectores aos equipamentos para contagem e registro de dados situados no solo, conseguiu –se somente estudar 32000 cm de altura da coluna. Este tipo de sistema foi adotado por ser mais fácil de manipular, podendo no entanto, ser aprimorado em função das necessidades <sup>6,15,34</sup>.

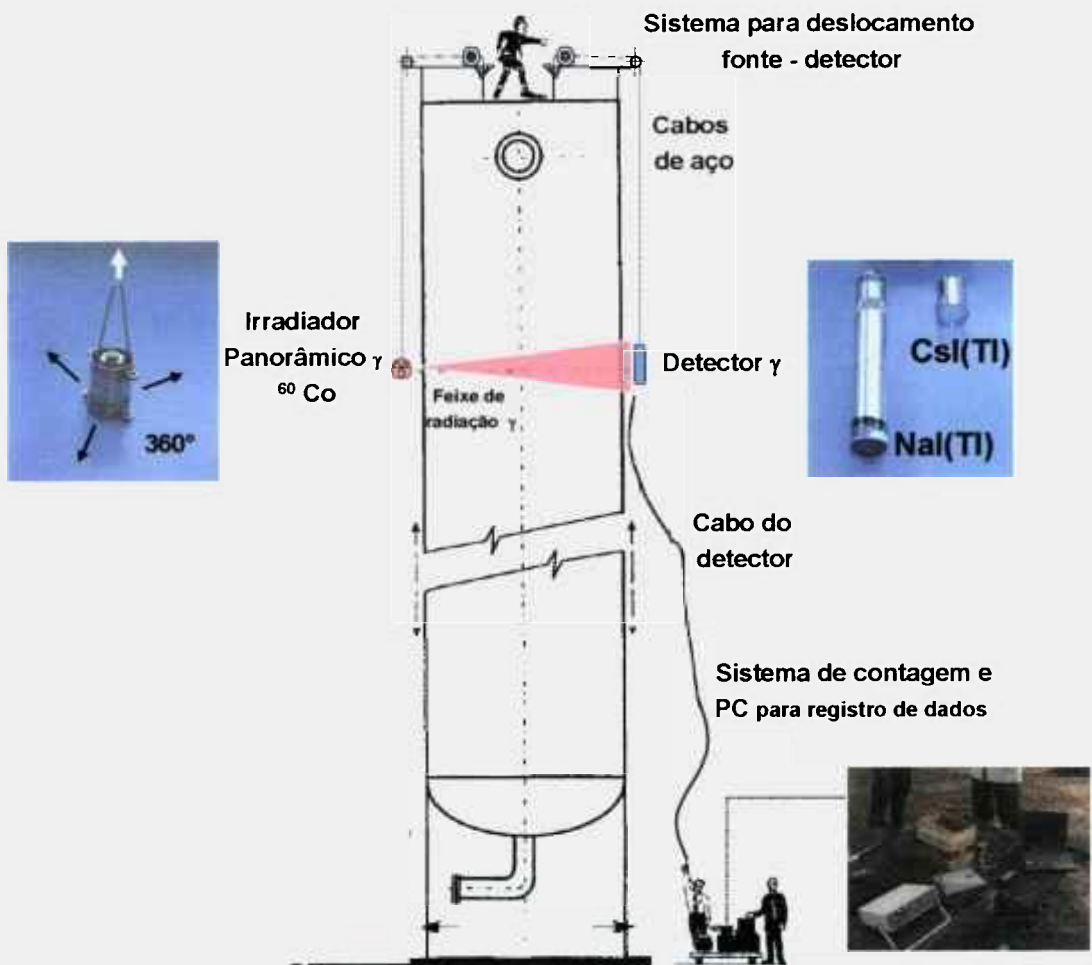


FIGURA 22 – Esquema do sistema utilizado para a deslocação da fonte e do detector na coluna industrial.

#### 4.1.3. Características da coluna industrial estudada

Para testar o sistema desenvolvido, foi utilizada uma coluna de tratamento de água do IPEN, com quatro reservatórios localizados a diferentes alturas, onde cada um destes possui dois pratos: R1-R2, R3-R4, R5-R6 e R7-solo. Na FIGURA 23 é mostrado um esquema do projeto mecânico da coluna.

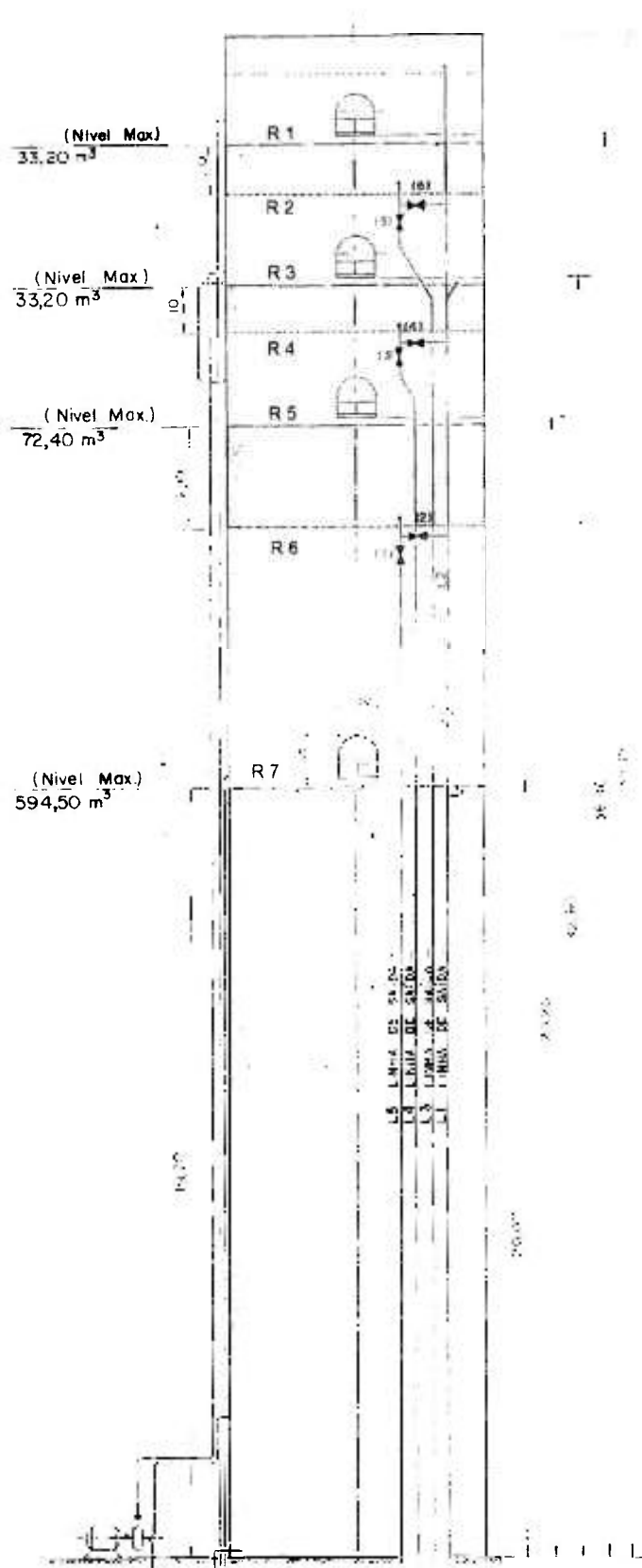


FIGURA 23 – Coluna industrial para tratamento de água.

Na TABELA 8 são apresentadas as características gerais e os principais parâmetros de operação da coluna.

TABELA 8 – Características gerais da coluna e seus principais parâmetros de operação.

<b>Parâmetro</b>	<b>Características</b>
Fluido	Água
Volume (m <sup>3</sup> )	733,3
Temperatura de operação (C)	Ambiente
Diâmetro exterior (mm)	6500
Espessura da parede (mm)	150 (Concreto)
Altura (mm)	39500

## 4.2. Descrição dos Métodos

### 4.2.1. Medição da radiação atenuada pela coluna e calibração dos equipamentos

Inicialmente, as medidas experimentais no laboratório foram realizadas com uma fonte de <sup>60</sup>Co de 0,22 MBq (6μCi) da Amersham. Estes experimentos auxiliaram na definição dos intervalos de medida dos detectores (discriminação) e do sistema de colimação da fonte utilizada (colimação panorâmica). Os sistemas de detecção foram ajustados utilizando-se fontes de calibração de <sup>60</sup>Co (1137 e 1333 keV), <sup>137</sup>Cs (662 keV) e de <sup>133</sup>Ba (350 keV). Mantidas as fontes a uma distância fixa do detector, pôde-se discriminar as energias produzidas pelo <sup>137</sup>Cs ou pelo <sup>133</sup>Ba. Como suas energias são conhecidas, foram determinadas as energias correspondentes ao fotopico e/ou parte do Compton do <sup>60</sup>Co (seção 3.3), com o auxílio de um analisador multicanal acoplado a um computador<sup>3,8</sup>.

Estabelecido o intervalo de medida da região do fotopico nos detectores, estes foram calibrados para que a maior parte das contagens seja proveniente da região do fotopico. A seguir, efetuaram-se as medidas ao longo da coluna a fim de avaliar a atenuação da radiação em função da densidade do material no interior da coluna. Os tempos de contagem para cada ponto variaram de 10 a 120 s.

A radiação de fundo (*background*) foi determinada pela contagem obtida sem a presença da fonte radioativa, nas mesmas condições de trabalho. A determinação da

radiação de fundo é muito importante para o processamento dos dados, pois quando se trabalha com atividades baixas, esta tem grande influência sobre a taxa de contagem detectada. Os tratamentos estatísticos para as determinações dos erros foram feitos utilizando um nível de confiança de 95%, seguindo os critérios apresentados no ANEXO F e no ANEXO G <sup>22</sup>

#### 4.2.2. Cálculo da atividade da fonte de <sup>60</sup>Co

Para a otimização do trabalho de perfilagem gama calculou-se a atividade de <sup>60</sup>Co que satisfizesse as condições de resolução, sensibilidade, exatidão e erro estatístico. Para tanto, utilizou-se o programa computacional JANU, desenvolvido e cedido pela Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA). Neste programa foram considerados todos os critérios definidos no projeto de um sistema de controle nucleônico <sup>26</sup>. Assim, os parâmetros definidos para o sistema, utilizando os detectores de NaI(Tl) ou CsI(Tl), foram introduzidos no programa, como apresentado na TABELA 9. Este programa levou em consideração todos os critérios de projeto apresentados no item 3.5.

TABELA 9 – Valores alimentados ao programa JANU para o cálculo da atividade.

Parâmetros do cálculo da atividade	Valor para os testes do laboratório	Valor para os testes no nível industrial
Diâmetro da camada do composto a medir (diâmetro interno da coluna)	0,16 m.	2 -3 m
Materiais intercalados entre a fonte e o detector	2 paredes de aço, 0,007 m.	2 paredes de aço, 0,015 m.
Tempo da contagem	10 s.	10 s.
Detector	NaI(Tl): 5cm x 5cm (2" x 2") CsI(Tl): 2,5cm x 1cm	NaI(Tl): 5cm x 5cm (2" x 2") CsI(Tl): 2,5cm x 1cm
Distância fonte –detector	0,26 m.	2,20 – 3,20 m
Colimação da fonte panorâmica	4 cm x 1 cm	6 cm x 1 cm
Colimação do detector	NaI(Tl) com colimação.	Sem colimação.
Erro estatístico admitido	1%	2%
Nível de confiança admitido	95%	95%

### 4.2.3. Determinação do perfil de densidades

Utilizando as fontes de  $^{60}\text{Co}$  com atividade calculada pelo programa, e de 0,22 MBq ( $6\mu\text{Ci}$ ), foram realizadas várias perfilagens gama para líquidos de densidades distintas, com e sem espuma e a diferentes níveis de altura da coluna. As perfilagens foram realizadas também com a coluna vazia.

As medições da intensidade da radiação transmitida foram registradas a cada 1 cm para a coluna do laboratório e variaram entre 10, 20 e 100 cm para coluna industrial, levando-se em consideração um nível de referência (NR) <sup>15</sup>.

A EQ.6 representa a base teórica desta medida, e pode ser descrita como <sup>34</sup>:

$$\ln(I) = \ln(I_0) - \mu_m \rho L \quad (22)$$

onde:

$I$  = intensidade de radiação medida quando a coluna foi preenchida com o fluido processado (coluna e fluido),

$I_0$  = intensidade da radiação medida quando a coluna estava vazia (só coluna),

$\mu_m$  = coeficiente de atenuação efetivo de massa do fluido processado,

$\rho$  = densidade do fluido processado,

$L$  = diâmetro interno da coluna ou diâmetro da camada do fluido processado.

Para um prato específico da coluna, a EQ.22 depende somente da densidade já que  $I_0$ ,  $\mu_m$  e  $L$  são constantes, no qual o produto  $\mu_m \rho L$  pode ser chamado de densidade relativa  $\rho_{rel}$ , representando a mudança da densidade. Esta densidade relativa possui valores mais baixos no nível do prato, valores médios no nível do líquido e valores altos para espuma e o ar <sup>30,34</sup>.

$$\ln(I) = \ln(I_0) - \rho_{rel} \quad (23)$$

Portanto, ao graficar o  $\ln(I)$  em função da altura da coluna (EQ.23), obtém-se o perfil das densidades relativas do sistema. O perfil de densidades médias foi determinado, supondo-se que o coeficiente de atenuação efetivo de massa foi o mesmo para cada composição do prato, tanto para o líquido como para o vapor, sendo desta forma, a densidade, a única variável presente.

#### 4.2.3.1. Normalização do perfil de densidades

As medidas das perfilagens foram normalizadas, dividindo –se todos os valores das contagens obtidas pela referência  $I_0$  (EQ.4)<sup>31</sup>. Assim, o perfil tornou-se independente do nível real de radiação (atividade ou decaimento radioativo) e das mudanças nos ajustes de instrumentos ou sensibilidade do detector; sendo somente, dependente de  $\mu$ ,  $\rho$  e  $L$  (coluna e material interno). Na prática, o valor  $I_0$  foi obtido pela medição da radiação transmitida através da coluna vazia por meio do sistema fonte – detector a uma distância conhecida, a mesma que foi registrada. Quando for impossível obter o valor  $I_0$  com a coluna vazia, deve –se seguir o procedimento descrito no item 8 da seção 4.2.6.

#### 4.2.4. Determinação dos coeficientes efetivos de atenuação de massa

Quando se conhece a densidade do líquido dentro da coluna, pode–se determinar os coeficientes de atenuação efetivos de massa para o líquido tomando –se por base a perfilagem gama. É importante ressaltar que na determinação destes coeficientes, estes são constantes para um determinado líquido, portanto a EQ.6 só depende da densidade. Os valores dos coeficientes efetivos de atenuação de massa dependem das condições geométricas da fonte e do detector, assim como, da calibração do detector para discriminação da energia. Desta forma, pôde–se obter a seguinte expressão<sup>34</sup>:

$$\mu_m = \frac{\ln\left(\frac{I_0}{I}\right)}{\rho L} \quad (24)$$

Neste trabalho, foram analisadas as contagens obtidas na região do fotopico. No entanto, quando o objetivo do trabalho for determinar problemas hidráulicos de funcionamento, pode-se trabalhar nas regiões do fotopico e do Compton. Para se obter uma determinação precisa do coeficiente de atenuação de massa efetivo, é recomendada a realização de uma perfilagem gama da coluna vazia, pois nem sempre a espessura das paredes da coluna (internos) será a mesma<sup>31</sup>. Os tratamentos estatísticos para as determinações dos erros foram obtidos seguindo os critérios apresentados no ANEXO G<sup>22</sup>.

#### 4.2.5. Determinação dos parâmetros hidráulicos

Em função das perfilagens obtidas, foram calculados os níveis do líquido (alturas do *spray*) e determinados os possíveis problemas de funcionamento hidráulico em função dos resultados das perfilagens realizadas<sup>8,17</sup>. Os níveis do líquido foram determinados seguindo o procedimento descrito no item 3.6.1.1.

#### 4.2.6. Levantamento de informações técnicas necessárias para realização da perfilagem gama na coluna industrial

Para elaborar os procedimentos que devem ser conduzidos na perfilagem gama de uma coluna industrial, deve-se conhecer, previamente, os projetos de construção da coluna selecionada, detalhes operacionais de processos e normas de segurança, como descrito a seguir:

- 1) Obtenção dos projetos mecânicos detalhados mostrando <sup>13,16</sup>:
  - a) Alturas ou elevações dos equipamentos internos externos da coluna.
  - b) Localizações de bocais e tubulações, bem como, de outros dispositivos especiais.
  - c) Diâmetro interno da coluna.
  - d) Material e espessura da parede.
  - e) Orientação dos *downcomers* e tipo de pratos (simples, passo duplo, etc).
  - f) Densidade volumétrica (*bulk*) e tipo de material de recheio para colunas empacotadas.
- 2) Solicitação de assistência ao engenheiro químico encarregado para os detalhes do processamento.
- 3) Obtenção dos dados operacionais antes, durante e depois da perfilagem (ajuda à interpretação).
- 4) Obtenção de todas as informações sobre os problemas presenciados pelos engenheiros de produção e pelos operadores (problemas de pressões altas e baixas, diferenças de temperaturas), por meio de um questionário, tal como <sup>9</sup>:
  - Quando o problema foi iniciado?
  - Quais foram os primeiros sintomas?
  - O que foi feito para corrigir o problema?
  - As condições de operação da coluna (*upset*) foram mudadas antes que o problema aparecesse?
  - Ocorreram mudanças no processo depois que o problema surgiu?
  - Os sintomas foram detectados antes da apresentação do problema?
- 5) Decisão da orientação das linhas de perfilagens e o número de perfilagens.
- 6) Fixação do ponto de referência (ponto de partida): centro da entrada de manutenção (*manhole*), linha de refluxo, linha de alimentação, etc.
- 7) Instalação de guias de cordas onde for necessário, para manter as posições da fonte e do detector, evitando movimentos ou desvios provocados pelo vento.

- 8) Medição de leituras através do ar para simular uma coluna vazia, colocando-se uma chapa de aço (como simulação) com uma espessura adequada (espessura dupla da parede da coluna) em frente do detector e da fonte (irradiador panorâmico). Não devem ser colocados a fonte nem o detector sobre o solo ou construção que possa influenciar a radiação emitida pela fonte evitando –se o espalhamento. Isto serve para identificar inundação na coluna. Se não houver disponível uma chapa de aço, as leituras devem ser feitas através do ar, transformando-as para o diâmetro correto da coluna.
- 9) Observação das normas de proteção radiológica.
- 10) Verificação do alinhamento da fonte e do detector a cada 50 cm. da perfilagem.
- 11) Notificação de qualquer redução peculiar da intensidade da radiação por causa de obstruções externas.

Neste trabalho, particularmente, foram levados em consideração os itens 1, 5, 6, 9, 10 e 11, citados acima, pois o objetivo do experimento foi avaliar o sistema desenvolvido.

#### 4.2.7. Orientação das linhas de perfilagem gama na coluna industrial

Seguindo as recomendações descritas na seção 3.7.7 para colunas tipo pratos, foi escolhida e realizada uma perfilagem como mostrado na FIGURA 24. A perfilagem foi efetuada com uma distância fonte-detector constante de 4m.

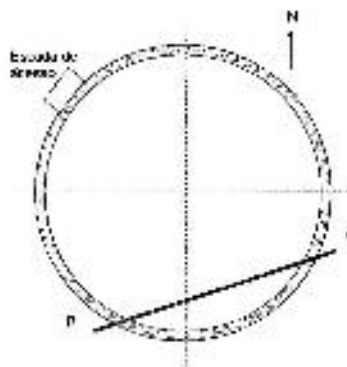


FIGURA 24 – Orientação da linhas da perfilagem gama seguindo a linha pq.

No ANEXO H são apresentados os protocolos das perfilagens realizadas nesta coluna mostrando os detalhes do trabalho em campo. Para fins de comparação, as perfilagens foram realizadas utilizando detectores de NaI(Tl) e de CsI(Tl).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Atividades do $^{60}\text{Co}$ calculadas pelo programa JANU

Como já descrito anteriormente, o tipo de radiação mais adequado para aplicações industriais é a radiação gama, sendo os de maior interesse os radioisótopos que emitem a radiação no intervalo de energia entre 0,5 a 2,5 MeV <sup>4,5,26</sup>. Dentre os radioisótopos que possuem esta característica, os comumente utilizados para a aplicação proposta são  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  e  $^{198}\text{Au}$  (ANEXO C, TABELA 32). No presente trabalho foi escolhido o  $^{60}\text{Co}$ , graças ao fato deste ser produzido rotineiramente no IPEN e possibilitar ser confeccionado nas dimensões e atividade desejada.

Na TABELA 10 é apresentado o cálculo das atividades de  $^{60}\text{Co}$  adequadas que foram obtidas no programa JANU para a realização da perfilagem gama em escala laboratorial e industrial.

TABELA 10 – Atividades calculadas pelo programa computacional JANU para  $^{60}\text{Co}$ .

Nível do trabalho	Atividade calculada pelo JANU		Atividade $^{60}\text{Co}$ utilizada
	NaI (TI)	CsI (TI)	
Laboratório	----	----	0,22 MBq (6 $\mu\text{Ci}$ calibração)
Laboratório	10,36MBq (280 $\mu\text{Ci}$ )	11,84MBq (320 $\mu\text{Ci}$ )	11,1MBq (300 $\mu\text{Ci}$ )
Industrial	0,74TBq (20 mCi)	1,48TBq (40 mCi)	1,48TBq (40 mCi)

Como pode se observar na TABELA 10, uma pequena diferença foi encontrada entre os valores das atividades calculadas para os detectores de NaI(TI) e de CsI(TI). No entanto, para fins práticos, nos experimentos realizados no laboratório foi confeccionada uma fonte de  $^{60}\text{Co}$  com o valor médio das atividades calculadas. Já para os experimentos

realizados na coluna industrial foi confeccionada uma fonte com o valor máximo das atividades calculadas, após assegurar a não ocorrência de variação na resolução e no erro estatístico. Assim, fontes de  $^{60}\text{Co}$  com as atividades calculadas 11,1MBq e 1,48TBq foram confeccionadas no Laboratório de Fontes Seladas do IPEN, irradiando fio metálico de  $^{59}\text{Co}$  no reator IEA-R1 do IPEN, encapsulado em tubo de aço inox com 4 mm de diâmetro por 5 mm de altura. A importância de determinar a atividade otimizada é minimizar a exposição dos operadores a radiação, sem perder a qualidade dos resultados.

## 5.2. Resultados dos experimentos realizados em escala laboratorial

### 5.2.1. Resultados da calibração dos detectores para as medidas de atenuação

As medidas experimentais no laboratório, utilizando fontes de referência de  $^{60}\text{Co}$  para calibração de detectores de radiação, auxiliaram na definição dos intervalos de medida dos detectores (discriminação) e do sistema de colimação da fonte utilizada (colimação panorâmica). Na FIGURA 25 são mostrados os espectros de energia das fontes radioativas gama de  $^{133}\text{Ba}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  e  $^{60}\text{Co}$  obtidas utilizando o detector de CsI(Tl). Como pode ser observado, houve uma nítida discriminação entre as energias correspondentes aos fotopicos de cada radioisótopo. Pôde-se, assim, estabelecer o intervalo de medida da região do fotopico. Com o auxílio dos fotopicos  $^{133}\text{Ba}$  de  $^{137}\text{Cs}$  conseguiu –se posicionar o limite inferior da janela do detector.

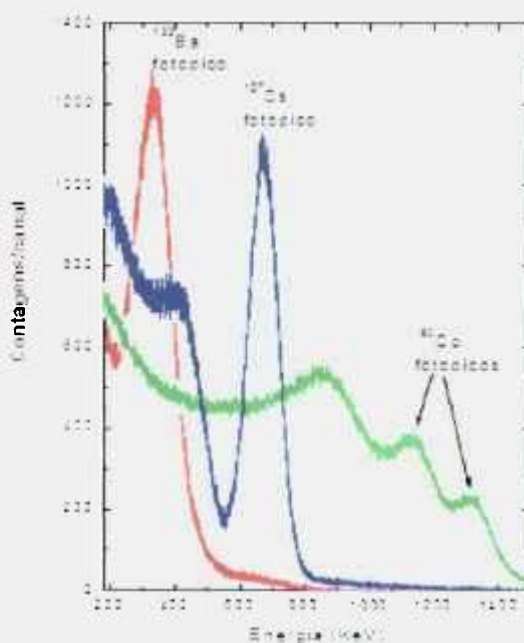


FIGURA 25 – Espectros de energia das fontes radioativas gama de  $^{133}\text{Ba}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  e  $^{60}\text{Co}$  obtidas com o detector de CsI(Tl).

Na TABELA 11 são apresentados os resultados da calibração dos detectores utilizados, onde a maior contribuição nas contagens foi proveniente da região do fotopico do  $^{60}\text{Co}$ . Dessa forma, pôde –se minimizar os efeitos de espalhamento de energia nas medidas da radiação e avaliar a resposta do detector, tornando verdadeira a utilização da aproximação dada pela EQ. 6 (seção 3.3).

TABELA 11 – Condições de operação do sistema de contagem dos detectores.

Parâmetro	Valor	
	Contador NaI(Tl) Minekin / 980 V.	Contador CsI(Tl) IPEN / 12 V.
Janela Superior	10	-----
Janela Inferior	8	5,6

Após a calibração do sistema de detecção, realizou-se a perfilagem gama na coluna modelo, utilizando a fonte padrão de  $^{60}\text{Co}$  para calibração (0,22MBq) e a fonte com a atividade calculada (11,1 MBq) confeccionada especialmente para este trabalho. A seguir são apresentados os resultados das perfilagens com as duas fontes, comparando-os com aqueles obtidos para o detector de CsI(Tl) e de NaI(Tl).

## 5.2.2. Resultados das perfilagens gama com a fonte de 0,22 MBq ( $6\mu\text{Ci}$ ) de $^{60}\text{Co}$

### 5.2.2.1. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de CsI(Tl)

Na FIGURA 26 é representada a intensidade da radiação transmitida em função da altura da coluna e na FIGURA 27 é mostrado o perfil de densidades com base no logaritmo da intensidade da radiação transmitida (I), utilizando a fonte de 0,22 MBq ( $6\mu\text{Ci}$ ) de  $^{60}\text{Co}$  e o detector de CsI(Tl).

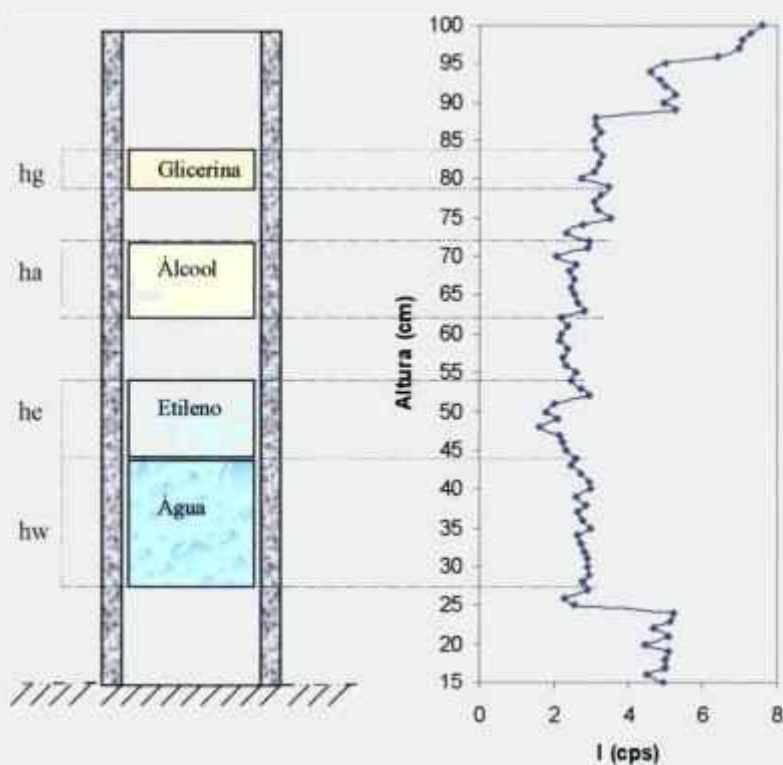


FIGURA 26 – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

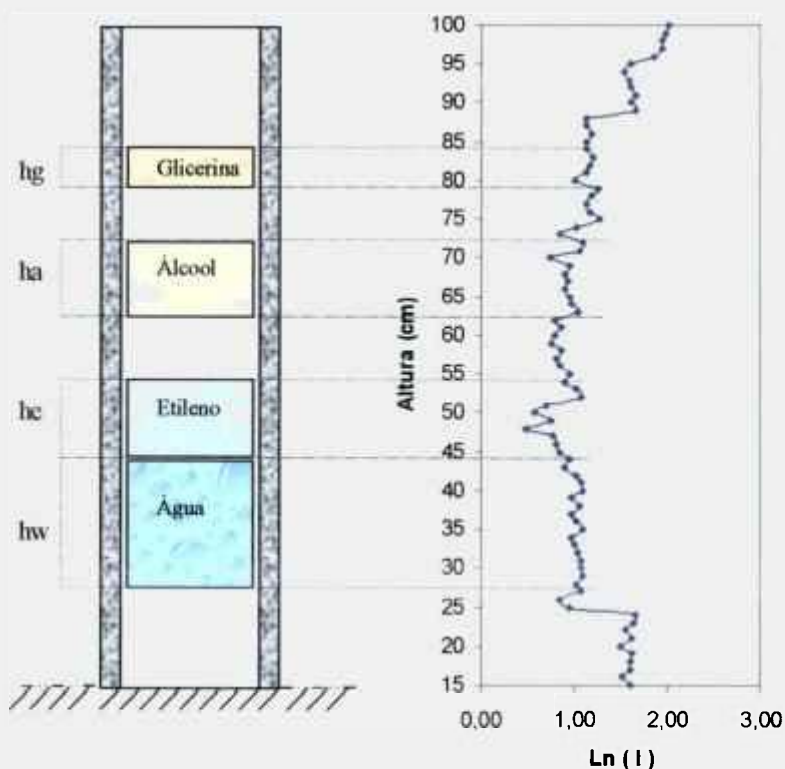


FIGURA 27 – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

Como pode ser observado, o perfil de intensidades da radiação transmitida (I) não distinguiu as diferenças de densidades dos líquidos que se encontravam no interior da coluna (FIGURA 27). Este resultado deveu-se provavelmente a baixa atividade da fonte de  $^{60}\text{Co}$  utilizada, a qual provocou flutuações estatísticas altas nas medidas ( $I_0$ ), como apresentado na TABELA 12 e na TABELA 13.

TABELA 12 – Valor e desvio padrão das contagens para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Tempo contagem (s)	Taxa líquida (cps)			Desvio padrão $\sigma$ (cps)		
		Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio
BG	120	----	----	0,61	----	----	$\pm 0,07$
$I_0$	120	----	----	5,18	----	----	$\pm 0,45$
I	120	2,24	8,20	----	$\pm 0,45$	$\pm 0,53$	----

TABELA 13 – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Erro estatístico na contagem %			LC (cps)	LD (cps)
	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio		
BG	----	----	23,37	0,17	0,33
$I_0$	----	----	7,59	----	----
I	6,38	12,19	----	----	----

BG= contagem de fundo (*background*),

$I_0$  = intensidade da radiação transmitida através da coluna vazia,

I = intensidade da radiação transmitida através da coluna cheia,

LC = limite crítico. Valor limite da taxa de contagem ( $R_S$ ), acima do qual com 95% de nível de confiança,  $R_S > 0$ ,

LD = limite detectável. Valor limite de contagem para estar acima da região do LC, descontando o BG.

\*As definições dos limites críticos e de detecção são descritas no ANEXO G.

O tempo de contagem para cada ponto recomendado para aplicações industriais é de 10 s, para que as medidas sejam realizadas em um tempo aproximado de 1 h em razão das variações dos parâmetros que ocorrem durante o processo de destilação. O comprimento de uma coluna de destilação industrial varia geralmente entre 20 e 60 m<sup>1, 2,8,13</sup>. No entanto, por causa da baixa atividade do radioisótopo utilizado, foi necessário usar tempos de contagem longos (120 s), como apresentado na TABELA 12.

Todas as contagens foram superiores aos valores dos limites críticos e de detecção. No entanto, os valores de  $I_0$  apresentaram altas flutuações estatísticas, conduzindo erros estatísticos altos na contagem dos parâmetros BG,  $I_0$  e I (TABELA 13). Dessa forma, neste experimento foi impossível determinar as alturas dos líquidos e os coeficientes efetivos de atenuação de massa, pois estes não podiam ser diferenciados nos gráficos, como pode ser visto na FIGURA 26 e na FIGURA 27.

#### **5.2.2.2. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de NaI(Tl)**

Na FIGURA 28 e na FIGURA 29 são mostrados os resultados das medidas obtidas com uma fonte de 0,22 MBq (6 $\mu$ Ci) de <sup>60</sup>Co, utilizando um detector de NaI(Tl), já na TABELA 14 e na TABELA 15 são apresentados os valores e desvios padrão das contagens e os erros estatísticos, respectivamente.

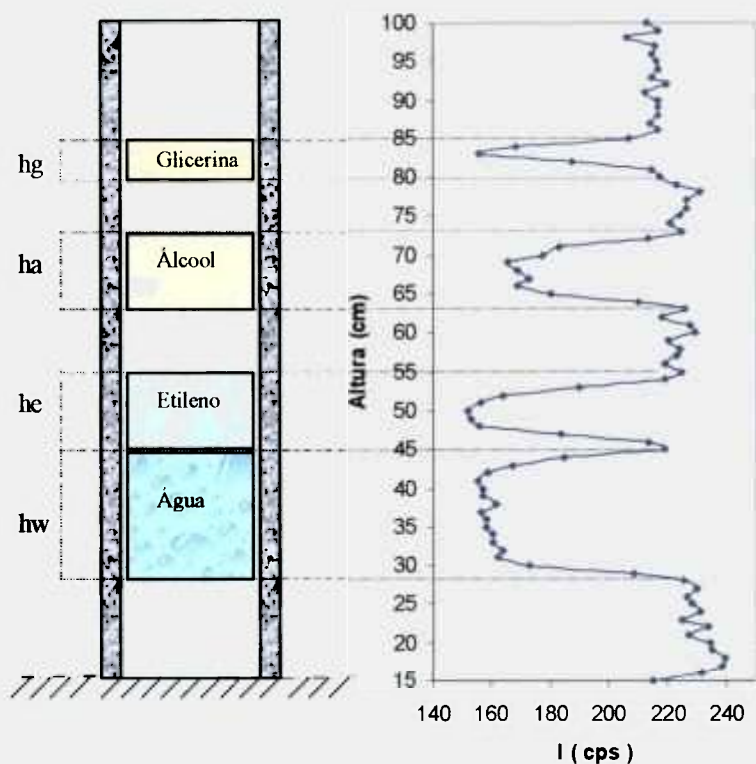


FIGURA 28 – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

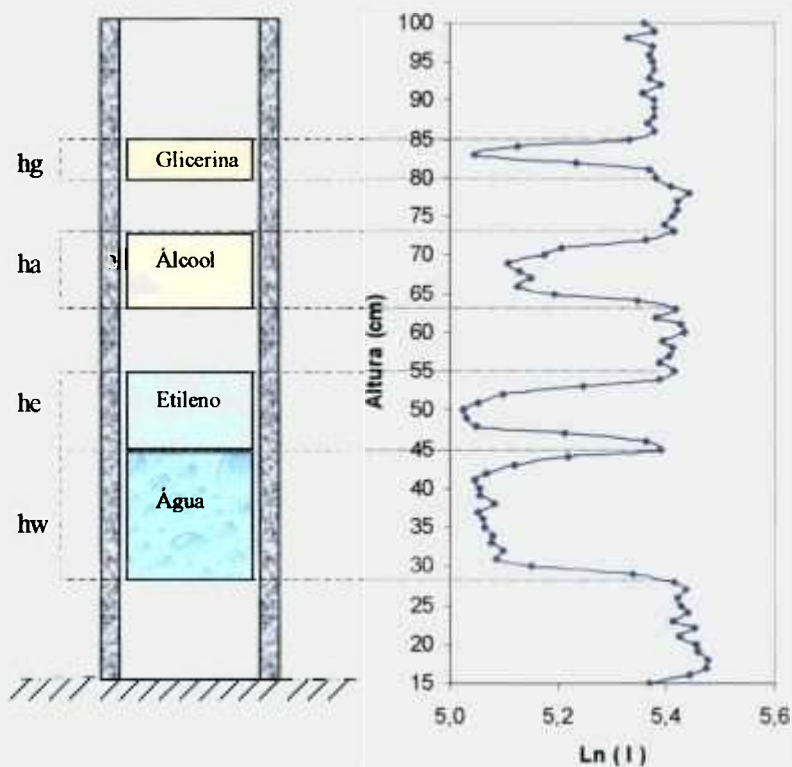


FIGURA 29 – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

TABELA 14 – Valor e desvio padrão das contagens para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Tempo contagem  (s)	Taxa líquida			Desvio padrão $\sigma$		
		(cps)			(cps)		
		Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio
BG	20	----	----	26,58	----	----	$\pm 1,15$
Io	20	----	----	225,45	----	----	$\pm 7,32$
I	20	152,02	239,32	----	$\pm 6,27$	$\pm 7,50$	----

TABELA 15 – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Erro estatístico na contagem %			LC	LD
	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio		
				(cps)	
BG	----	----	8,67	2,69	5,37
Io	----	----	2,82	----	----
I	2,74	3,35	----	----	----

Como pode ser observado na FIGURA 28 e na FIGURA 29, o sistema distinguiu as diferenças de densidades dos líquidos na coluna. No entanto, para se obter valores com baixos erros estatísticos (TABELA 15) foi necessário um tempo de contagem de 20 s, sendo este tempo considerado longo para as aplicações industriais. Apesar de todas as contagens terem sido superiores aos valores dos limites críticos e de detecção, os valores de Io apresentaram flutuações estatísticas altas (resolução baixa), podendo produzir diagnósticos errados na análise da perfilagem gama.

Na TABELA 16 são apresentados os valores de altura dos níveis dos líquidos e os coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades. Como pode se observar, os níveis do líquido apresentaram valores com desvios entre 5 e 10 % dos valores reais, onde quanto menor a altura do nível do líquido maior o erro da medição. Apesar de terem sido encontradas pequenas diferenças nos coeficientes de atenuação para diferentes líquidos, os testes estatísticos mostraram não haver diferenças

significativas entre estes, estando em desacordo com a literatura pois cada material possui coeficientes de atenuação de massa específicos.<sup>4,5,26</sup>

Como demonstrado na FIGURA 29, estas pequenas diferenças de atenuação puderam ser distinguidas para o detector de NaI(Tl), pois a escala logarítmica ampliou estes efeitos, o que foi impossível para as medidas realizadas com o detector de CsI(Tl) (FIGURA 27). Isto pode ser atribuído ao fato do detector de NaI(Tl) utilizado ter sensibilidade e eficiência maiores às do detector de CsI(Tl) (TABELA 5).

TABELA 16 – Altura dos níveis dos líquidos e coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 0,22 MBq de <sup>60</sup>Co na coluna do laboratório.

Níveis do líquido			Coefficientes de atenuação de massa $\mu_m$	
Valor real (cm)	Valor experimental (cm)	Erro relativo (%)	Valores experimentais ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	
hw	17,7	18±0,5	1,70	0,0212±0,0016
he	9,5	10±0,5	5,26	0,0206±0,0013
Há	10,5	10±0,5	4,76	0,0223±0,0022
Hg	5,5	5±0,5	9,09	0,0178±0,0012

### 5.2.3. Resultados das perfilagens gama com a fonte de 11,1 MBq (300 $\mu$ Ci) de <sup>60</sup>Co

#### 5.2.3.1. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de CsI(Tl)

A FIGURA 30 e a FIGURA 31 ilustram os resultados de perfilagem gama com o detector de CsI(Tl) com fonte de <sup>60</sup>Co de 11,1 MBq. Como pode se observar nessas figuras, os níveis e as posições relativas dos líquidos dentro da coluna foram nitidamente distinguidos, assim como, as diferenças de densidade.

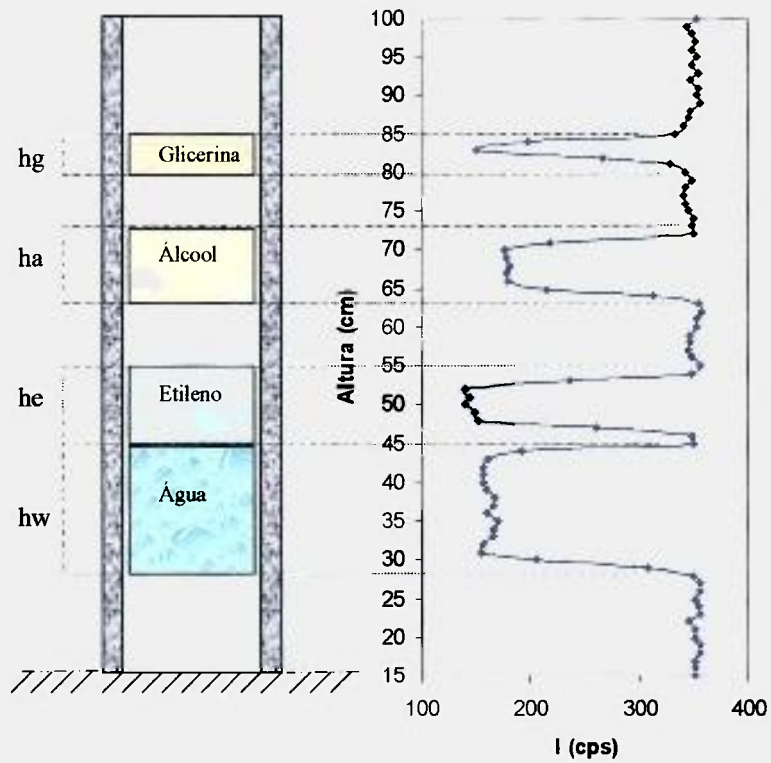


FIGURA 30 – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

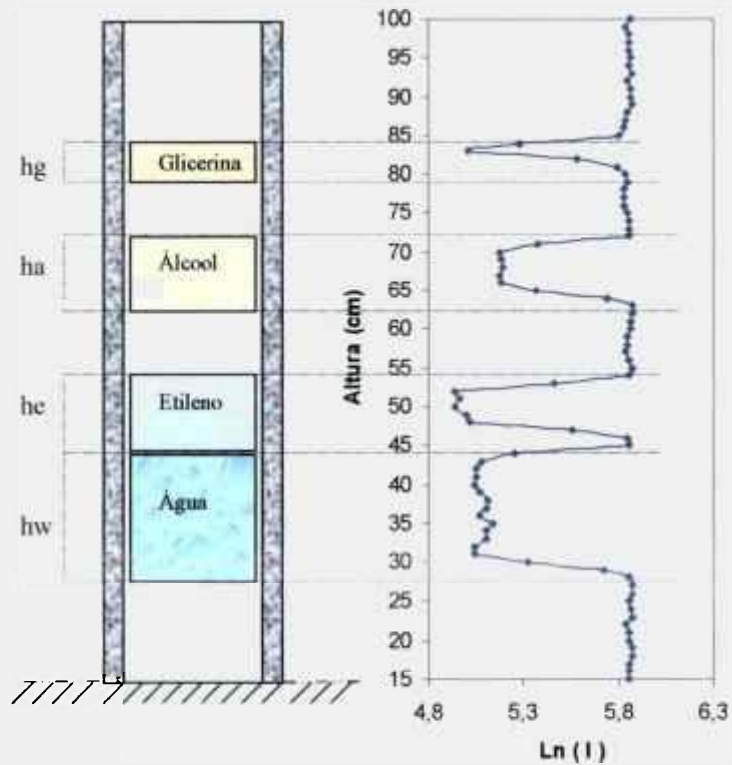


FIGURA 31 – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

Neste experimento foi fixado o tempo de contagem recomendado de 10 s (TABELA 17) para aplicação industrial. Os erros estatísticos encontrados foram relativamente baixos (TABELA 18) comparados com aqueles obtidos com este detector e com a fonte de baixa energia (0,22MBq). Os valores de  $I_0$  apresentaram flutuações estatísticas baixas, e a resolução do perfil de I foi boa, demonstrando a importância do cálculo prévio da atividade adequada.

TABELA 17 – Valor e desvio padrão das contagens para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Tempo contagem (s)	Taxa líquida (cps)			Desvio padrão $\sigma$ (cps)		
		Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio
		BG	10	----	----	0,61	----
$I_0$	10	----	----	355,29	----	----	$\pm 11,69$
I	10	139,39	355,79	----	$\pm 7,34$	$\pm 11,70$	----

TABELA 18 – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Erro estatístico na contagem %			LC	LD
	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio		
BG	----	----	23,37	0,17	0,33
$I_0$	----	----	3,35	----	----
I	3,35	5,35	----	----	----

Na TABELA 19 são apresentados os valores das alturas do nível dos diferentes líquidos na coluna e os valores de  $\mu_m$ . As alturas de líquidos determinadas experimentalmente pela perfilagem corresponderam praticamente às alturas do valor real, com desvios entre 5 e 10 % dos valores reais. Os valores de  $\mu_m$  apresentaram diferenças significativas entre os diferentes líquidos, estando de acordo com a literatura.<sup>4,5,26</sup>

TABELA 19 – Alturas dos níveis dos líquidos e coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

Níveis do líquido			Coefficientes efetivos de atenuação de massa $\mu_m$	
	Valor real	Valor experimental	Erro relativo	Valores experimentais
	(cm)	(cm)	%	( $\text{cm}^2/\text{g}$ )
Hw	17,7	18±0,5	1,70	0,048±0,0007
He	9,5	10±0,5	5,26	0,049±0,0006
Há	10,5	10±0,5	4,76	0,053±0,0011
Hg	5,5	5±0,5	9,09	0,042±0,0005

### 5.2.3.2. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de NaI(Tl)

Na FIGURA 32 e na FIGURA 33 são mostrados os espectros obtidos com base nas medidas de perfilagem gama, utilizando detector de NaI(Tl) e fonte de  $^{60}\text{Co}$  de 11,1 MBq (300 $\mu\text{Ci}$ ). O mesmo comportamento do perfil com o detector de CsI(Tl) foi observado, os níveis dos líquidos dentro da coluna, assim como, as suas posições relativas foram claramente diferenciados, tomando-se por base o perfil da intensidade da radiação transmitida.

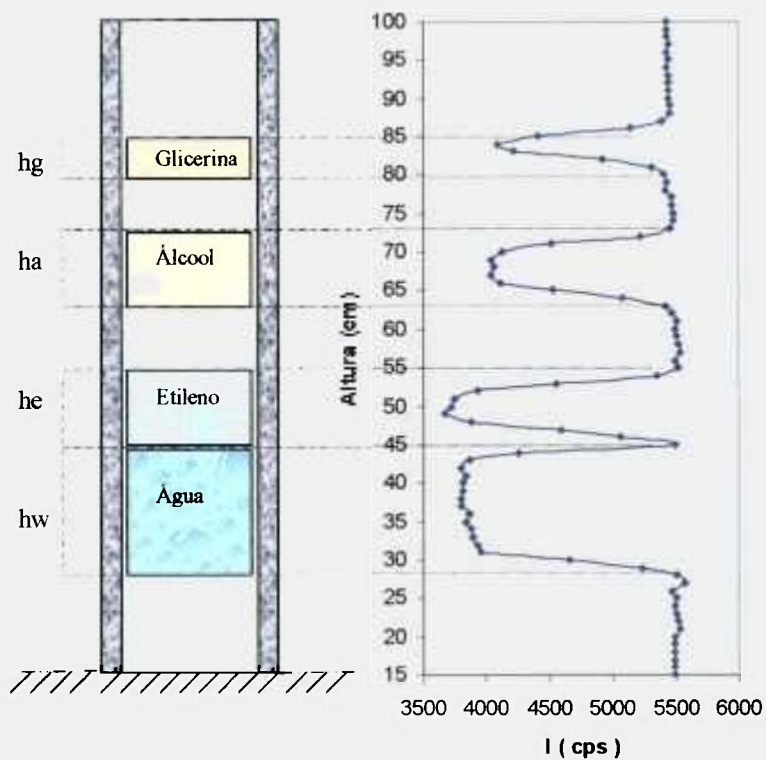


FIGURA 32 – Intensidade da radiação transmitida pela coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

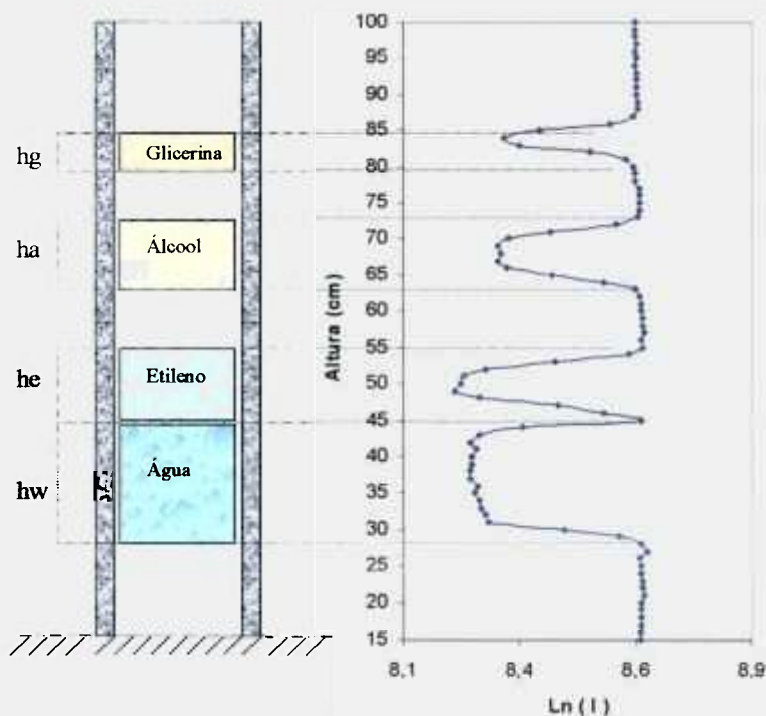


FIGURA 33 – Perfil das densidades relativas da coluna do laboratório para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

Como ilustrado na TABELA 20, os valores de  $I_0$  apresentaram flutuações estatísticas baixas e a resolução do perfil de  $I$  foi boa. Os tempos de contagem foram fixados em 10 s, obtendo erros estáticos ao redor de 1% (TABELA 21).

Na TABELA 22 são apresentados os valores de alturas do nível do líquido real e determinados experimentalmente. Como pode ser observado, os valores das alturas foram muito próximos, com erros da mesma ordem daqueles encontrados para o detector de CsI(Tl) (TABELA 19). Os valores de  $\mu_m$  foram diferentes para cada líquido, e a sua determinação (TABELA 22) foi mais precisa do que aqueles obtidos para a fonte de  $^{60}\text{Co}$  de 0.22 MBq (TABELA 16).

Como pode ser visto na FIGURA 33, o perfil de densidades relativas apresentou boas características de resolução e sensibilidade.

TABELA 20 – Valores e desvios padrão das contagens para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Tempo contagem (s)	Taxa líquida (cps)			Desvio padrão $\sigma$ (cps)		
		Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio
BG	10	----	----	26,6	-----	----	$\pm 1,2$
$I_0$	10	-----	-----	5500,9	-----	-----	$\pm 46,1$
$I$	10	3669,9	5569,7	-----	$\pm 37,8$	$\pm 46,4$	-----

TABELA 21 – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

	Erro estatístico na contagem %			LC	LD
	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio		
BG	----	----	8,67	2,69	5,37
$I_0$	----	----	0,85	----	----
$I$	0,85	1,04	----	----	----

TABELA 22 – Alturas dos níveis dos líquidos e coeficientes efetivos de atenuação de massa determinados com base no perfil de densidades para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do laboratório.

Níveis do líquido			Coefficientes efetivos de atenuação de massa $\mu_m$	
Valor real	Valor experimental	Erro relativo	Valores experimentais	
(cm)	(cm)	%	( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	
hw	17,7	18±0,5	1,70	0,022±0,0004
he	9,5	10±0,5	5,26	0,024±0,0004
ha	10,5	10±0,5	4,76	0,019±0,0004
hg	5,5	6±0,5	9,09	0,018±0,0004

Os resultados obtidos nas quatro perfilagens puderam comprovar a validade do ato de se calcular a atividade da fonte adequada para cada tipo de sistema, levando em consideração todos os critérios definidos no projeto (TABELA 9). Como já discutido anteriormente, devido ao fato do detector de NaI(Tl) utilizado neste trabalho possuir eficiência maior (30%) do que o de CsI(Tl) (3%), a perfilagem realizada com este detector apresentou erros estatísticos menores. No entanto, em termos práticos, os dois detectores mostraram ser apropriados para a aplicação proposta. Por outro lado, o detector de CsI(Tl) acoplado ao fotodiodo tem a vantagem de ser robusto, ter maior resistência mecânica e térmica e operar a baixa tensão (12V), ao passo que, o detector de NaI(Tl) necessita operar a alta tensão, ao redor de 1000 V. Para trabalhos em campo, como no caso de perfilagem em colunas industriais, onde situações adversas podem ser enfrentadas, estes fatores são muito importantes. No entanto, quando é necessário uma eficiência maior de contagem, o detector de NaI(Tl) demonstra ser mais apropriado.

#### 5.2.4. Resultado da perfilagem da coluna vazia e com líquido com os detectores de CsI(Tl) e NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq (300 $\mu\text{Ci}$ ) de $^{60}\text{Co}$

Como descrito na seção 3.7.6, uma perfilagem com a coluna vazia auxilia a definir os verdadeiros parâmetros hidráulicos do líquido. Na FIGURA 34 e na FIGURA 35 estão representadas as comparações entre a perfilagem gama da coluna vazia, com líquido e com uma seção de espuma para os experimentos realizados com os detectores de CsI(Tl)

e NaI(Tl), respectivamente. Nestas figuras pode se observar a influência do prato metálico no perfil de atenuação do líquido. O detector de NaI(Tl) apresentou uma melhor definição do perfil de densidades, pois como pode ser observado nos picos de atenuação da radiação encontrados entre 70 cm e 75 cm, tanto a curva da perfilagem com a coluna normal, como com a coluna vazia coincidiram praticamente com o valor mínimo. Este fato foi fundamental para a determinação da posição e do nível do líquido sobre o prato, pois como descrito na seção 3.7.6, estes cálculos envolvem a média entre a máxima e a mínima contagem; e o não cumprimento desta condição aumentaria assim os erros dos resultados obtidos por meio da perfilagem. Para as experiências do laboratório, o detector de NaI(Tl) foi colimado, mas a sua maior sensibilidade gerou menor atenuação da radiação na região do prato metálico, comparado com o detector de Cs(Tl). A espessura do prato (1 cm) levou também à obtenção de maiores atenuações com o detector de CsI(Tl), pois em virtude das suas dimensões, este ficou praticamente oculto atrás do prato. Neste experimento, a presença de espuma não foi observada, provavelmente devido ao fato de ter sido utilizada espuma de baixa densidade, próxima a densidade do ar. Já, nos processos de refino, as espumas formadas possuem densidades mais altas.

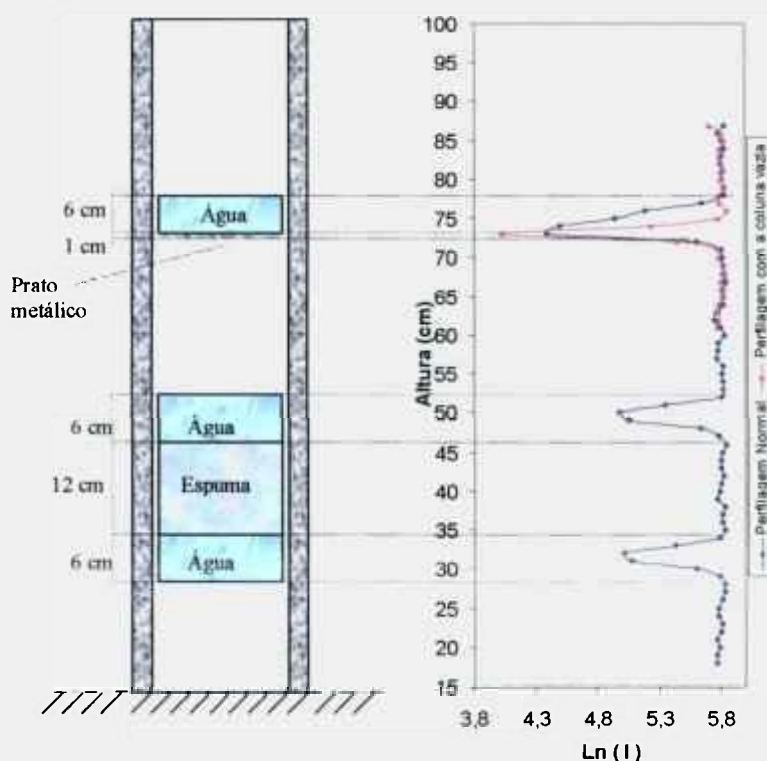


FIGURA 34 – Comparação da perfilagem gama da coluna vazia com a coluna com líquido e com uma seção com espuma, utilizando o detector de CsI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

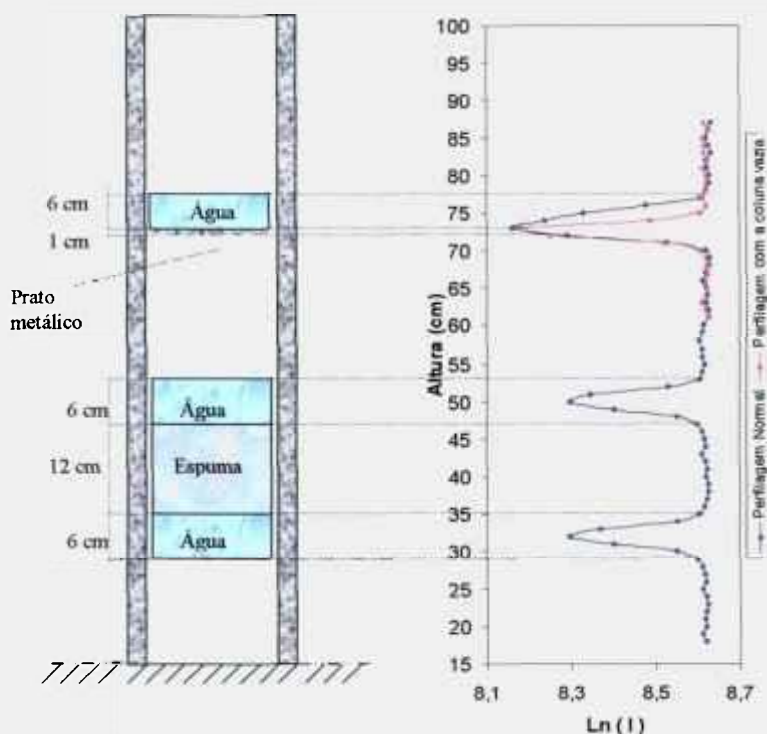


FIGURA 35 – Comparação da perfilagem gama da coluna vazia com a coluna com líquido e com uma seção com espuma, utilizando o detector de NaI(Tl) e a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$ .

### 5.2.5. Resultado da normalização das perfilagens gama realizadas em escala laboratorial

Na FIGURA 36 é mostrada uma comparação das perfilagens realizadas na coluna do laboratório, por meio da normalização das intensidades da radiação transmitida. Resultados satisfatórios foram encontrados nas perfilagens feitas com os detectores de NaI(Tl) e CsI(Tl) para a atividade de 11,1 MBq (300 $\mu\text{Ci}$ ). O detector de NaI(Tl) foi colimado com chumbo (TABELA 9) para evitar o registro de energias retro espalhadas em virtude das suas maiores dimensões (5 cm x 5cm) e para poder comparar com os resultados obtidos com o detector de CsI(Tl) de menores dimensões (2,5cm x 1 cm). O perfil obtido pelo detector de CsI(Tl) apresentou uma maior absorção (melhor definição) nas regiões de líquidos, com valores de  $I/I_0$  de aproximadamente 0,4, ao passo que, o detector de NaI(Tl) apresentou valores de 0,7; porém os  $\mu_m$  para o detector de CsI(Tl) apresentaram valores mais próximos com os valores da literatura <sup>4,5,26</sup>. Já os erros estatísticos, assim como, as incertezas nas determinações obtidas com o detector de CsI(Tl) foram maiores do que aqueles obtidos com o detector de NaI(Tl), por causa da maior eficiência deste último. Em termos práticos, os dois detectores mostraram ser adequados para a aplicação proposta.

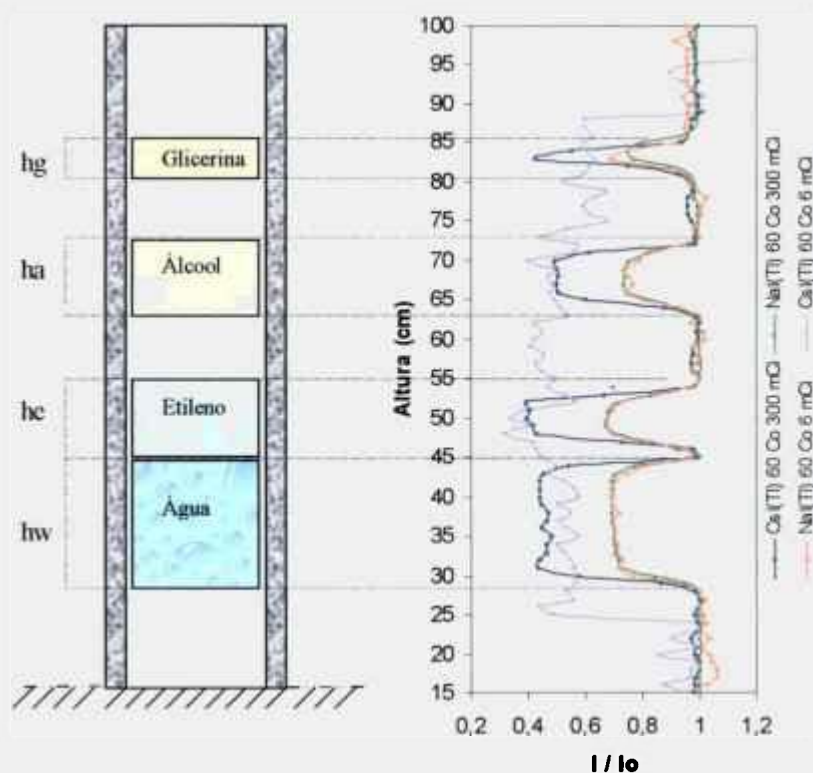


FIGURA 36 – Normalização das perfilagens gama para os detectores de NaI(Tl) e de CsI(Tl) com a fonte de 11,1 MBq de  $^{60}\text{Co}$  no sistema utilizado no laboratório.

### 5.3. Resultados das perfilagens realizadas na coluna industrial

#### 5.3.1. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq (40mCi) de $^{60}\text{Co}$

Inicialmente, foi planejado testar o sistema fonte-detector desenvolvido em uma coluna de destilação de uma indústria petrolífera. Para tanto, foi realizado contato com uma empresa do ramo petrolífero para concretizar um convênio com o IPEN, objetivando validar o sistema fonte-detector em uma coluna industrial de fracionamento de petróleo. Na ocasião da visita foi selecionada uma coluna de pré-vaporização para destilação atmosférica com 2,2 m de largura e 23 m de altura. Dessa forma, a atividade da fonte de  $^{60}\text{Co}$  foi calculada para uma coluna de aço com diâmetro entre 2 a 3 m e com uma espessura de parede entre 1,5 e 2,5 cm. O irradiador panorâmico foi desenvolvido para alojar fontes com atividade máxima de 1,48 TBq (40 mCi).

Com o intuito de agilizar a conclusão deste trabalho, optou-se avaliar previamente o sistema desenvolvido em uma coluna de concreto para tratamento de água

existente no IPEN, enquanto se aguarda a formalização do convênio com a empresa. No entanto, esta coluna tinha como inconveniência possuir um diâmetro de 6,5 m com paredes de concreto de espessura mínima de 15 cm, pois na ocasião, a atividade da fonte de  $^{60}\text{Co}$  tinha sido calculada para colunas de aço com diâmetros de 2 a 3 m. Tal imprevisto, porém não afetou o objetivo do trabalho, pois pôde –se testar, previamente, o sistema de deslocamento, bem como a metodologia de perfilagem gama desenvolvida, numa coluna industrial localizada no IPEN, para posterior realização do experimento na indústria.

A FIGURA 37 representa o perfil de densidades relativas da coluna industrial, obtido com base no logaritmo da intensidade da radiação transmitida (I), utilizando a fonte de 1,48 TBq (40mCi) de  $^{60}\text{Co}$  e o detector de CsI(Tl). Na TABELA 23 e na TABELA 24 são apresentados os valores e desvios padrão das contagens e os erros estatísticos, respectivamente.

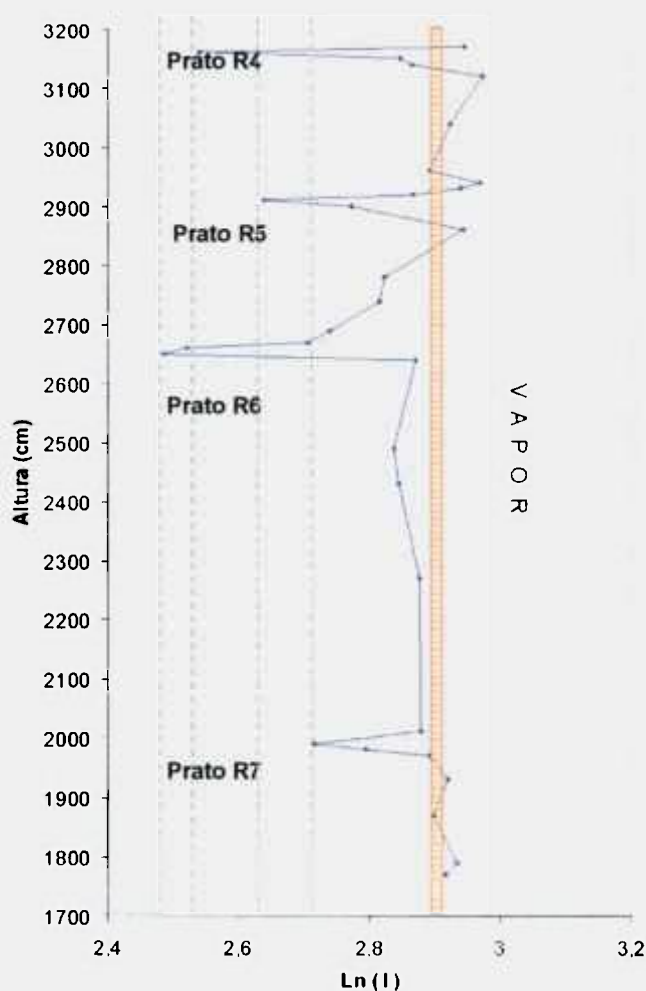


FIGURA 37 – Perfil das densidades relativas da coluna industrial para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$ .

Como pode ser observado na FIGURA 37, o sistema distinguiu as posições relativas dos pratos R4, R5, R6 e R7 da coluna, assim como, a espessura dos mesmos. Todas as contagens apresentaram valores superiores aos valores dos limites críticos e de detecção. Foi necessário um tempo de contagem de 30 s (TABELA 23) para diminuir os erros estáticos (TABELA 24), pois o número de contagens registradas com 10 s foi baixo. Nas regiões entre os pratos (zona do vapor), a perfilagem gama mostrou flutuações estatísticas altas em relação ao valor médio da intensidade da radiação de 18,17 cps com um desvio padrão de  $\pm 0,8$  cps e um erro padrão de 5,6%. Outro fator que pode ter contribuído para as flutuações estatísticas altas foi a presença de vento, que ocasionou o movimento do detector durante a perfilagem.

As medições da intensidade da radiação transmitida foram registradas a cada 10 (regiões dos pratos), 20 (regiões próximas aos pratos) e 100 cm (regiões de vapor), levando-se em consideração um nível de referência.

TABELA 23 – Valores e desvios padrão das contagens para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna industrial.

	Tempo contagem (s)	Taxa líquida (cps)			Desvio padrão $\sigma$ (cps)		
		Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio
BG	30	----	----	0,03	----	----	$\pm 0,033$
Io	30	----	----	18,17	----	----	$\pm 1,539$
I	30	12,0	19,5	----	$\pm 1,24$	$\pm 1,58$	----

TABELA 24 – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do industrial.

	Erro estatístico na contagem %			LC	LD
	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio		
BG	----	----	42,5	0,08	0,15
Io	----	----	8,56	----	----
I	8,26	10,53	----	----	----

Na TABELA 25 são apresentados os valores das espessuras e das posições relativas dos diferentes pratos dentro da coluna. As medidas das espessuras dos pratos apresentaram erros relativos altos com desvios entre 20 e 70 % dos valores reais. No entanto, os valores das posições inferiores relativas destes corresponderam praticamente às alturas do valor real.

TABELA 25 – Espessuras e posições relativas dos pratos determinados com base no perfil de densidades para o detector de CsI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna industrial.

Prato No.	Espessura			Posição*	
	Valor real	Valor experimental	Erro relativo	Valor real	Valor experimental
	(cm)	(cm)	%	(cm)	(cm)
R7	30	43,5±0,5	45,0	1970	1968±0,5
R6	30	41,5±0,5	38,3	2650	2638±0,5
R5	30	52,0±0,5	73,3	2890	2870±0,5
R4	30	36,0±0,5	20,0	3140	3133±0,5

\*O valor indicado refere-se no nível inferior do prato.

### 5.3.2. Medidas das perfilagens gama obtidas com o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq (40mCi) de $^{60}\text{Co}$

A FIGURA 38 representa o perfil de densidades relativas da coluna industrial, obtido com base no logaritmo da intensidade da radiação transmitida (I), utilizando a fonte de 1,48 TBq (40mCi) de  $^{60}\text{Co}$  e o detector de CsI(Tl). Na TABELA 26 e na TABELA 27 são apresentados os valores, desvios padrão das contagens e os erros estatísticos, respectivamente.

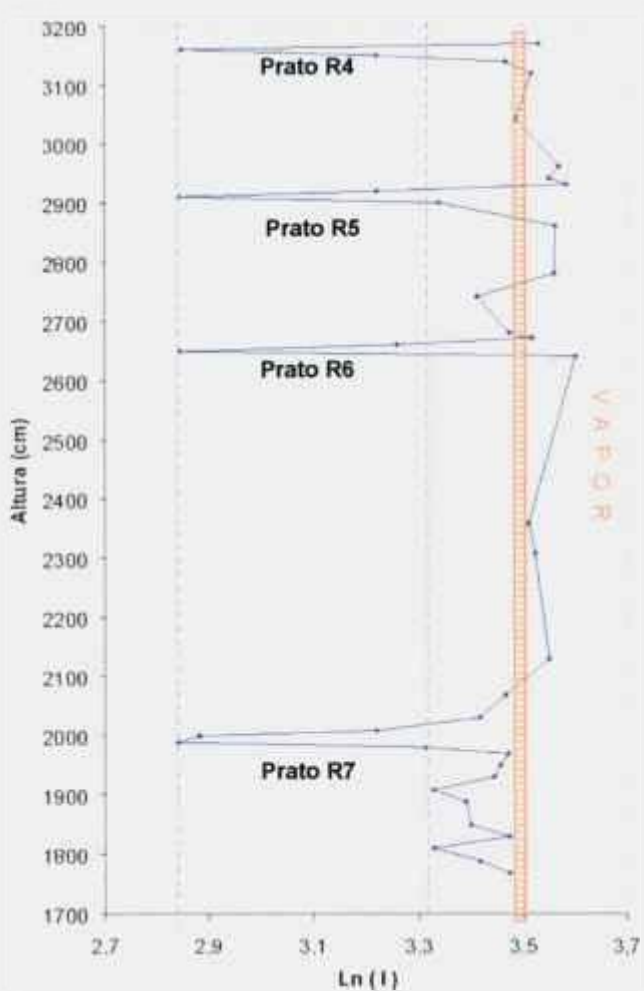


FIGURA 38 – Perfil das densidades relativas da coluna industrial para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$ .

Como pode ser observado na FIGURA 38, um comportamento similar ao perfil obtido com o detector de CsI(Tl) foi encontrado e todas as contagens foram superiores aos valores dos limites críticos e de detecção. O sistema distinguiu as posições relativas dos pratos R4, R5, R6 e R7 da coluna, assim como, a espessura dos mesmos. Neste experimento foi, também, necessário um tempo de contagem de 30 s (TABELA 26) para diminuir os erros estáticos (TABELA 27), pois o número de contagens registradas com 10 s foi baixo. Os erros na contagem obtidos com este detector foram levemente menores que os obtidos com o detector de CsI(Tl). Nas regiões entre os pratos (zona do vapor), a perfilagem gama mostrou flutuações estatísticas altas, em relação ao valor médio da intensidade da radiação de 32,5 cps com um desvio padrão de  $\pm 2,4$  cps e um erro padrão de 15%. Como explicado no item 5.3.1, a atividade da fonte de  $^{60}\text{Co}$  utilizada foi muito baixa para esta coluna. O vento foi outra fonte de flutuação das medidas registradas.

TABELA 26 – Valores e desvios padrão das contagens para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna industrial.

	Tempo contagem (s)	Taxa líquida (cps)			Desvio padrão $\sigma$ (cps)		
		Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio
		BG	30	----	----	0,17	----
Io	30	----	----	32,3	----	----	$\pm 2,05$
I	30	16,97	36,5	----	$\pm 1,49$	$\pm 2,17$	----

TABELA 27 – Erro estatístico na contagem e limites crítico (LC) e de detecção (LD) para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna do industrial.

	Erro estatístico na contagem %			LC (cps)	LD (cps)
	Valor Mín.	Valor Máx.	Valor Médio		
BG	----	----	22,5	0,17	0,35
Io	----	----	6,41	----	----
I	6,03	8,82	----	----	----

Na TABELA 28 são apresentados os valores das espessuras e das posições relativas dos diferentes pratos dentro da coluna. As espessuras dos pratos apresentaram erros relativos altos com desvios entre 1 e 23 % dos valores reais. Porém, os valores das posições inferiores relativas destes corresponderam praticamente às alturas do valor real.

TABELA 28 – Espessuras e posições relativas dos pratos determinados com base no perfil de densidades para o detector de NaI(Tl) e a fonte de 1,48 TBq de  $^{60}\text{Co}$  na coluna industrial.

Prato No.	Espessura			Posição*	
	Valor real (cm)	Valor experimental (cm)	Erro relativo %	Valor real (cm)	Valor experimental (cm)
	R7	30	37,0 $\pm$ 0,5	23,3	1970
R6	30	26,0 $\pm$ 0,5	13,3	2650	2642 $\pm$ 0,5
R5	30	30,5 $\pm$ 0,5	1,7	2890	2887 $\pm$ 0,5
R4	30	26,0 $\pm$ 0,5	13,3	3140	3143 $\pm$ 0,5

\*O valor indicado refere-se no nível inferior do prato.

Como já discutido anteriormente, em razão da maior eficiência do detector de NaI(Tl), a perfilagem realizada com este detector apresentou erros estatísticos menores. No entanto, em termos práticos, os dois detectores mostraram ser apropriados para a aplicação proposta.

### 5.3.3. Resultado da normalização das perfilagens gama realizadas na coluna industrial

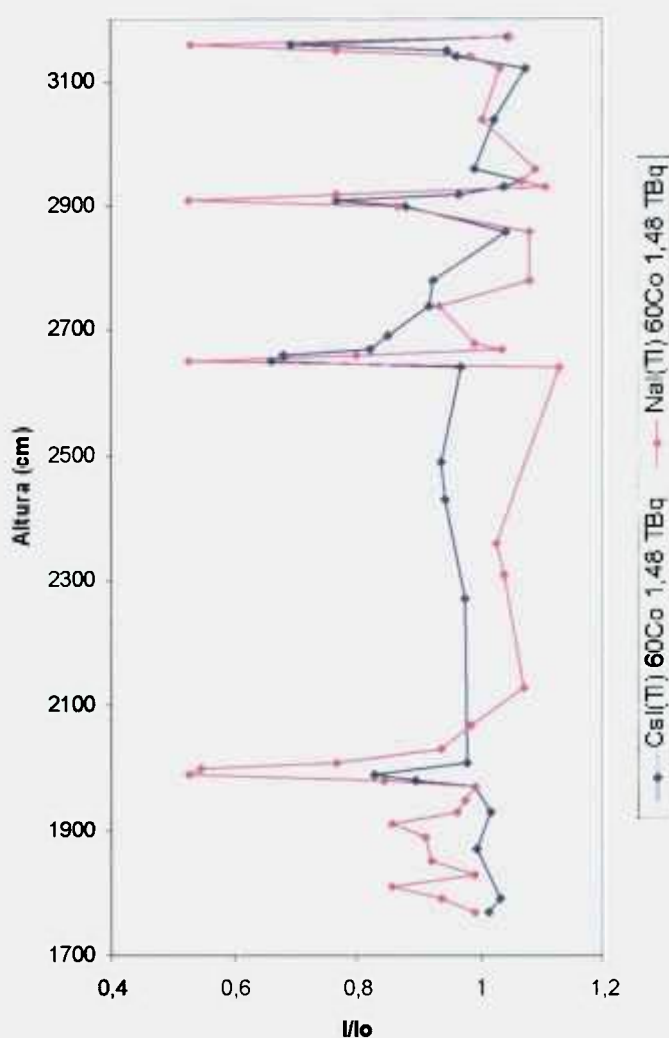


FIGURA 39 – Normalização das perfilagens gama para os detectores de NaI(Tl) e de CsI(Tl) no sistema utilizado na coluna industrial.

Na FIGURA 39 é mostrada a comparação das perfilagens realizadas na coluna industrial, por meio da normalização das intensidades da radiação transmitida. De forma geral, em razão da sua maior eficiência de contagem, o detector de NaI(Tl) apresentou uma

melhor definição do perfil de densidades que o de CsI(Tl), pois como pode ser observado na figura acima, os picos de atenuação da radiação de todos os pratos (valores mínimos) do perfil do detector de NaI(Tl) apresentaram valores similares, ao contrário do detector de CsI(Tl). Este resultado é importante para a determinação da espessura do prato e do nível do líquido sobre o mesmo, pois como descrito na seção 3.7.6, estes cálculos envolvem a média entre a máxima e a mínima contagem. O não cumprimento desta condição pode aumentar os erros nos resultados obtidos por meio da perfilagem, como ocorrido com o detector de CsI(Tl), na qual a diferença da intensidade entre os picos foi grande. O perfil obtido pelo detector de NaI(Tl) apresentou uma maior absorção nas regiões dos pratos, com valores de  $I/I_0$  de aproximadamente 0,55, ao passo que, o detector de CsI(Tl) apresentou valores entre 0,65 e 0,85.

Estes resultados podem ser melhorados, utilizando fontes de  $^{60}\text{Co}$  com atividade maior e limitando o deslocamento lateral do sistema por meio de cabos guias. No entanto, este experimento demonstrou a validade da técnica e os dispositivos desenvolvidos, em uma situação industrial.

#### **5.3.4. Considerações sobre proteção radiológica**

Como recomendado, as doses de radiação recebidas pela equipe da perfilagem e pelo público apresentaram valores abaixo do limite. Foram gastos 30 s para retirar o dispositivo de irradiação contendo a fonte de  $^{60}\text{Co}$  de 1.48 MBq (40 mCi) do contêiner para transporte. O operador manteve uma distância de 1 m da fonte, recebendo a dose de 8  $\mu\text{Sv}$ . As outras pessoas da equipe que se mantiveram a uma distância de pelo menos 5 m, receberam a dose máxima de 1,6  $\mu\text{Sv}$ . A taxa de dose superficial do dispositivo de irradiação fechado foi de 9 a 18 mSv/h e com o dispositivo aberto foi de 27 mSv/h.

Durante a perfilagem gama, os operadores ficaram localizados no nível do solo, atrás de uma blindagem de pelo menos 30 cm de concreto, onde a taxa de dose máxima foi de 0,12  $\mu\text{Sv/h}$ . O raio da área de trabalho foi mantido em 40 m, desta forma, a taxa de dose máxima recebida pelo público foi de 0,54  $\mu\text{Sv/h}$ . A dose máxima para a realização de uma perfilagem, levando –se em consideração a carga e a descarga da fonte foi de 16  $\mu\text{Sv}$  para a equipe e 1,28  $\mu\text{Sv}$  para o público. Estes valores estão abaixo da dose limite anual permitida, que são, 20 mSv/ano para trabalhadores e 1mSv/ano para o público. <sup>11,12</sup>

## 6. TRABALHOS FUTUROS

A etapa seguinte deste trabalho é aplicar a metodologia desenvolvida em uma situação real, utilizando uma coluna de destilação industrial de uma planta petrolífera. Para tanto, está sendo firmado um convênio entre o Centro de Tecnologia das Radiações do IPEN e uma empresa do ramo petrolífero, objetivando a aplicação dessa metodologia na inspeção e otimização de coluna de destilação.

Por meio de reuniões prévias com os engenheiros responsáveis pelo processo de produção da empresa, decidiu-se estudar, primeiramente, uma coluna de pré-vaporização de 2200 cm e 23000 cm de altura, utilizada para destilação atmosférica e a vácuo para hidrocarbonetos (U-500).

Seguindo o procedimento descrito na seção 4.2.6, foram levantadas informações sobre os projetos mecânicos, detalhes operacionais do processo e normas de segurança. A coluna de destilação selecionada possui três leitos de recheio estruturado para retificação e fracionamento, como mostrado na FIGURA 40.

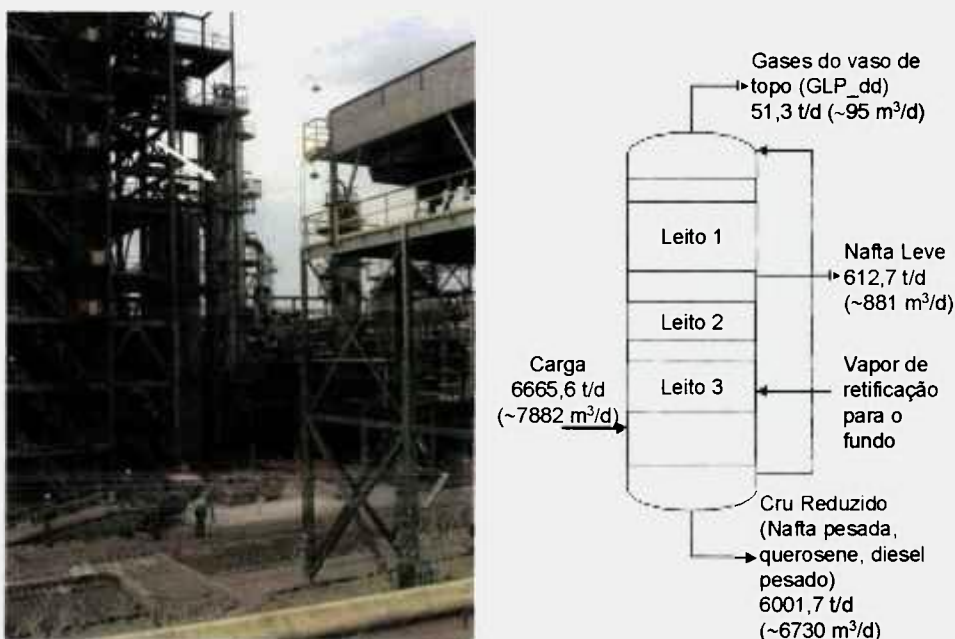


FIGURA 40 – Coluna de pré- vaporização para destilação atmosférica e a vácuo para hidrocarbonetos.

Na TABELA 29 são apresentadas as características gerais e os principais parâmetros de operação da coluna, enquanto na FIGURA 41 é mostrado um esquema do projeto mecânico da coluna. Estas informações são importantes para a interpretação da perfilagem gama, pois muitos dos elementos internos da coluna produzem interferências, podendo ocasionar erros nas interpretações dos resultados.

TABELA 29 – Características gerais da coluna e seus principais parâmetros de operação.

<b>Parâmetro</b>	<b>Características</b>
Código	ASME SÉC.VIII DIV. 1 ED.95 AD. 97
Fluido	Hidrocarbonetos
Carga	6.665,6 t/d
Pressão de projeto (Mpa / kgf/cm <sup>2</sup> G)	0,392 (4,0)
Pressão de operação (Mpa / kgf/cm <sup>2</sup> G)	Topo 0,156 (1,6) / Fundo 0,196 (2,0)
Temperatura de projeto (C)	Do topo da torre a entrada de carga: 260 Da entrada de carga a fundo da torre: 280
Temperatura de operação (C)	Do topo da torre a entrada de carga: 210 Da entrada de carga a fundo da torre: 210
Pressão Max. Admissível (PMTA) (Mpa / kgf/cm <sup>2</sup> G)	Novo e frio: 1,17(11,93)* Corroída e quente: 0,392 (4,0)* * Limitada pelo tempo inferior
Peso (exceto plataf.) (kg)	Vazio: 30.000 Cheio de água: 101.250 Em operação: 35.500
Diâmetro exterior (cm)	2166
Espessura da parede (cm)	1,6
Isolamento (cm)	7,6 (Silicato de Cálcio)
Dimensões (cm)	Largura x Altura x Comprimento 2850 x 3000 x 22570

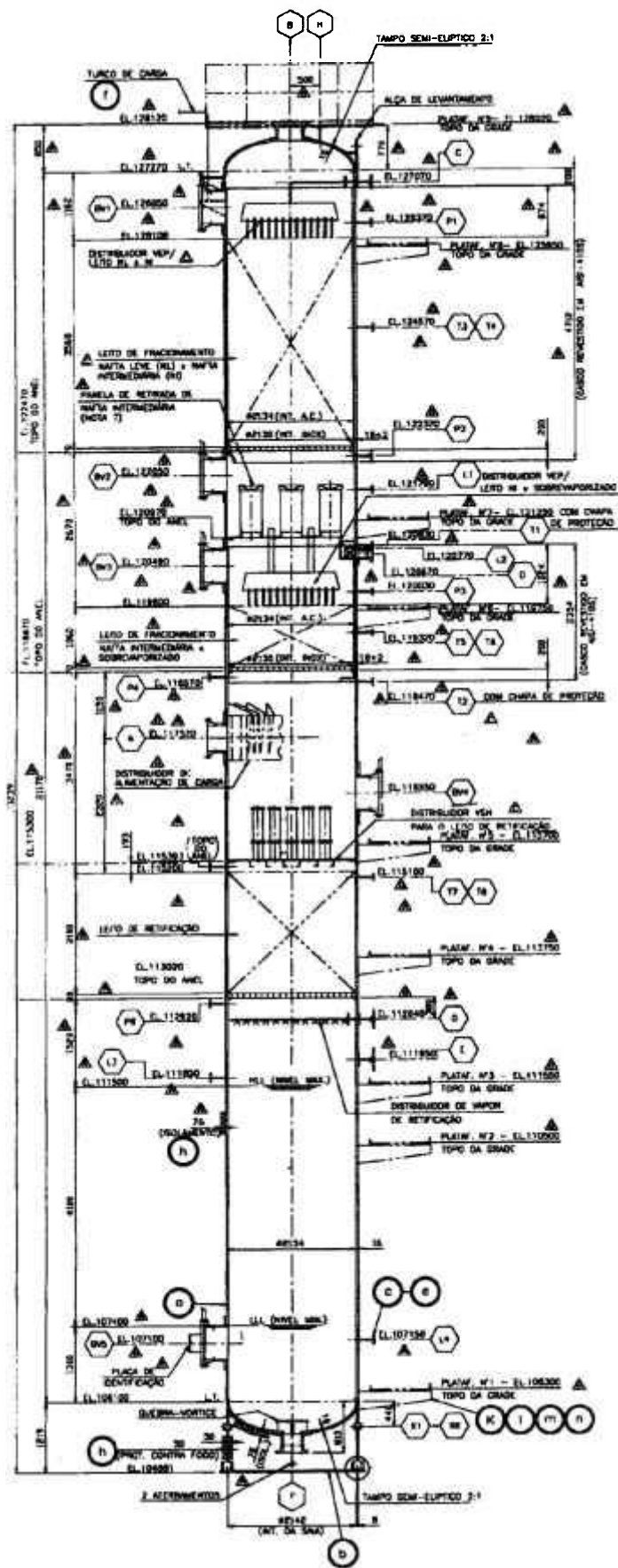


FIGURA 41 – Projeto da coluna de destilação industrial.

Na TABELA 30 são apresentadas as características dos leitos estruturados da coluna.

TABELA 30 – Características dos leitos estruturados.

Leito	Material	Volume	Função
Leito 1	Mellapak 250XW 1.4000 (AISI-410 S)	12,8 m <sup>3</sup>	Leito Fracionamento: Nafta leve (NL) x Nafta Intermediária (NI).
Leito 2	Mellapak M350YWS 1.4000 (AISI-410 S)	3,8 m <sup>3</sup>	Leito Fracionamento: Nafta intermediária (NI) x Sobrevaporizado.
Leito 3	Mellapak M250YSW 1.0330 (AISI-366)	7,5 m <sup>3</sup>	Leito de Retificação.

Após a visita das instalações, revisão dos projetos mecânicos da coluna em questão e tomadas as recomendações necessárias para colunas empacotadas (seção 3.7.7), foram escolhidas 4 linhas de perfilagem, como mostrado na FIGURA 42.

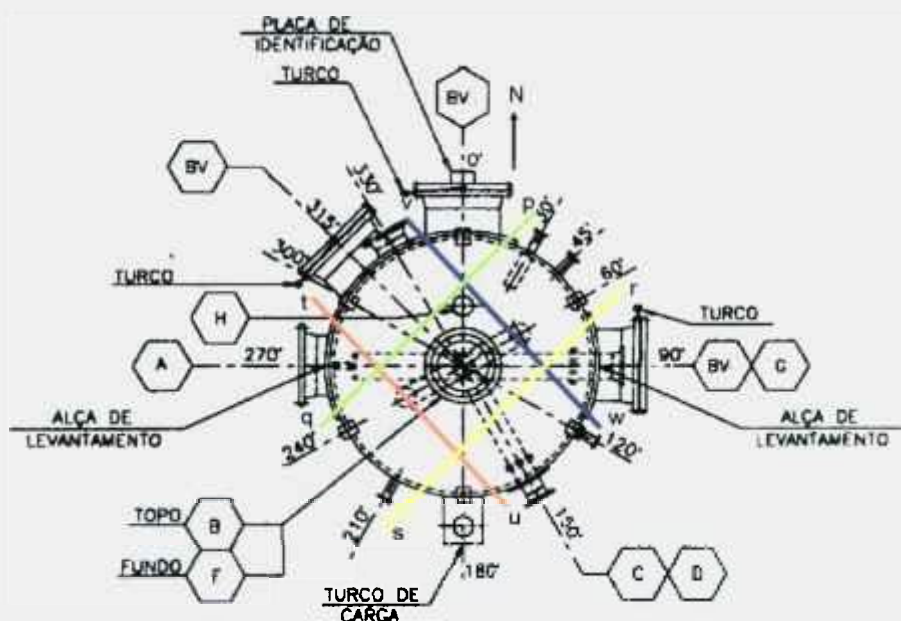


FIGURA 42 – Orientação das linhas da perfilagem pq, rs, tu e vw. A= Entrada de Carga, B= saída do produto de topo, C= entrada do refluxo do topo, D= saída de nafta intermediária, F= saída do produto de fundo, G= entrada de vapor de retificação, H= respiro, BV= boca de visita.

Feita a formalização do convênio, a perfilagem gama será realizada com o sistema desenvolvido e testado na coluna de tratamento de água do IPEN.

## 7. CONCLUSÕES

- A simulação computacional para o cálculo da atividade da fonte radioativa utilizada demonstrou ser fundamental para obtenção de boas resoluções e sensibilidades, assim como, baixos erros estatísticos.
- Utilizando fonte de  $^{60}\text{Co}$  com atividade adequada, tanto o detector de NaI(Tl) como o de CsI(Tl) apresentaram boas propriedades para as aplicações nas perfilagens com raios gama em colunas.
- A normalização das perfilagens permitiu comparar diferentes ensaios sem precisar considerar fatores como, o nível real de radiação (atividade ou decaimento radioativo), mudanças nos ajustes de instrumentos ou sensibilidade do detector.
- Foi demonstrado experimentalmente que mesmo não trabalhando nas zonas ótimas de sensibilidade e do erro estatístico, durante as aplicações de perfilagens gama, as medições realizadas com o  $^{60}\text{Co}$  apresentaram resultados satisfatórios.
- Verificou-se nos testes realizados na coluna industrial, que o detector de NaI(Tl) apresentou melhores propriedades que o de CsI(Tl), e de forma geral, ambos demonstraram ter boas características para as aplicações nas perfilagens com raios gama. No entanto, para diminuir os erros obtidos durante a perfilagem da coluna de concreto estudada, seria necessário trabalhar com uma atividade de  $^{60}\text{Co}$  maior e limitar o deslocamento da fonte e do detector com um sistema guiado.
- O sistema de deslocamento da fonte e do detector mostrou –se adequado para as aplicações de perfilagem gama em colunas.
- O irradiador panorâmico foi apropriado para o uso de fontes de  $^{60}\text{Co}$  de até 40 mCi. Em caso de necessitar atividades maiores, devem ser construídos irradiadores mais robustos.
- O procedimento de perfilagem gama não apresentou um risco substancial para a equipe nem para o público, pois todas as normas de proteção radiológica foram seguidas.

## APÊNDICE A

- Detalhe do irradiador utilizado para a perfilagem gama no laboratório.

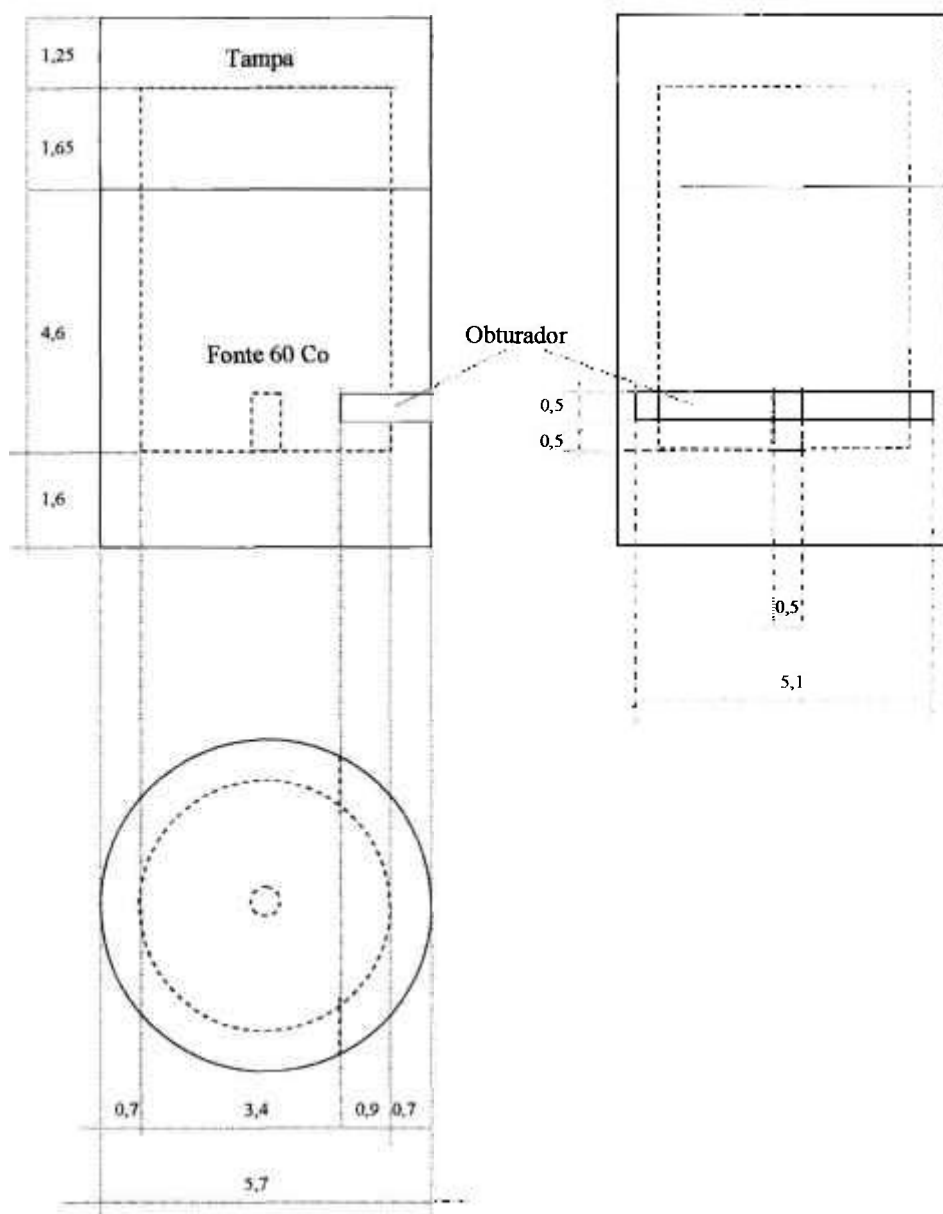


FIGURA 43 – Irradiador de chumbo utilizado nos testes do laboratório.





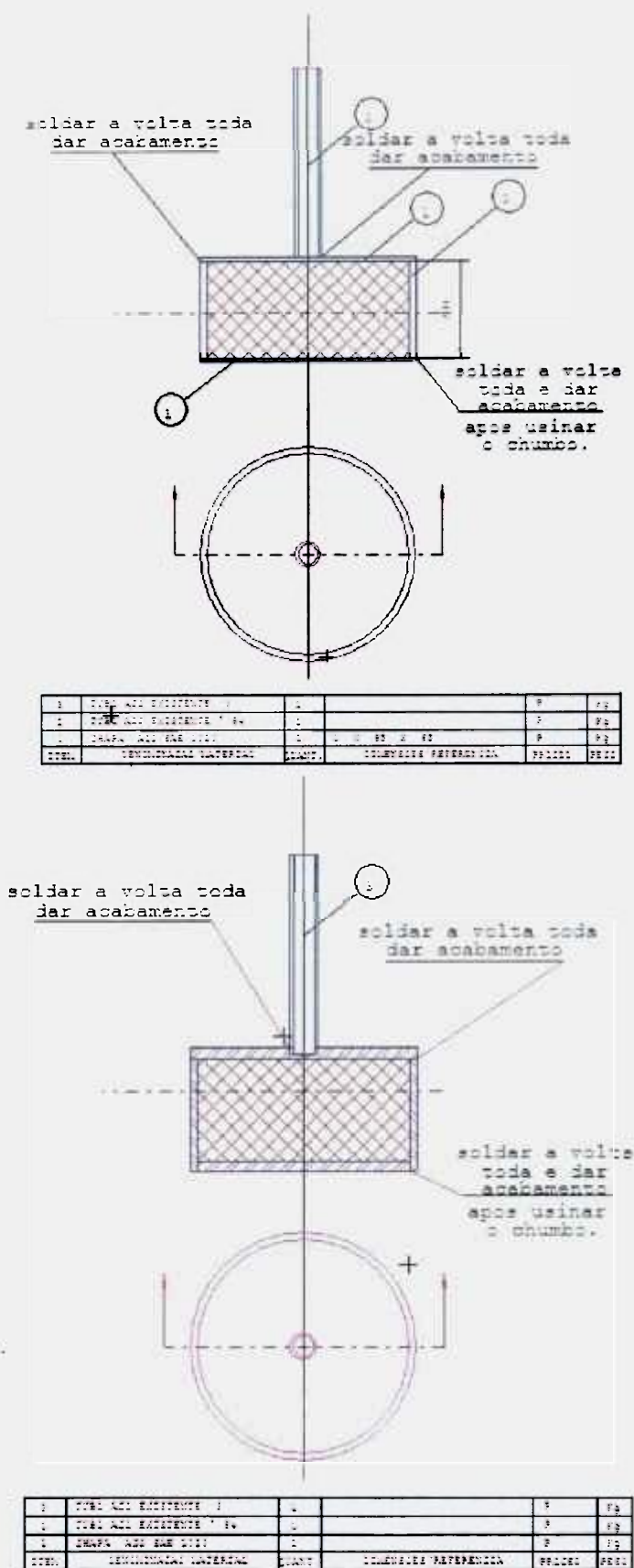


FIGURA 46 – Projeto mecânico do irradiador utilizado na perfilagem gama da coluna industrial: descrição da peça 2.

## ANEXO A

- Economia de custos na aplicação da perfilagem gama na indústria petroquímica e petrolífera <sup>13</sup>.

Estudo de caso: ICI PETROCHEMICAL COMPLEX  
 NORWEGIAN SECTOR – NORTH SEA  
 Custo – Benefício: 1:20 – 1:50 (valor médio)

TABELA 31 – Economia de custos na aplicação da perfilagem gama <sup>13</sup>.

Planta	Contribuição da perfilagem gama na resolução do problema (%)	Economia (US\$)
Planta dimetil amina	25	100,000 *
Planta de óxido de difenilo	100	150,000
Planta de para-xileno	100	50,000
Planta de aminas	100	1,000,000
Planta de anilina	25	100,000*
Refinaria de petróleo A	-----	**
Refinaria de petróleo B	-----	***

\* Aumento da produção US\$400,000/ano.

\*\* Aumento da produção de 70.000 a 80.000 bpd.

\*\*\* Aumento da produção de 80.000 a 100.000 bpd.

1 bpd = 1 barril por dia.

## ANEXO B

- Exemplos de pratos de fluxo cruzado e de fluxo em contracorrente.



Prato de fluxo cruzado com  
*downcomer* (perfurado)



Prato de fluxo em contracorrente  
sem *downcomer* (perfurado)

FIGURA 47 – Pratos de fluxo cruzado e de fluxo em contracorrente.

## ANEXO C

TABELA 32 – Principais características das fontes radioativas gama.<sup>13,24</sup>

Nuclídeo	Meia Vida	Constante gama ( $Rm^2/hCi$ )	Energia MeV (% abundância)
Cobalto 60	5,23 anos	1,31	1,1732 (99,78) ; 1,3324 (100)
Césio 137	29,9 anos	0,399	0,662 (89,81)
Ouro 198	2,70 dias	0,231	0,412 (95,5) ; 0,676 (1,07)

TABELA 33 – Intervalos de energia para os principais processo de absorção de energia gama.

Material	Efeito Fotoelétrico	Efeito Compton	Formação de pares
Alumínio	<0,05 MeV	0,05 –15 MeV	>15 MeV
Chumbo	<0,5 MeV	0,5 –5 MeV	>5 MeV

TABELA 34 – Coeficientes de absorção de massa  $\mu/\rho$ .

Energia do Fóton (MeV)	Coeficientes de absorção de massa $\mu/\rho$ [ $cm^2/g$ ]			
	Água	Alumínio	Ferro	Chumbo
0,1	0,167	0,160	0,342	5,29
0,15	0,149	0,133	0,182	1,84
0,2	0,136	0,120	0,138	0,895
0,3	0,118	0,103	0,106	0,335
0,4	0,106	0,0922	0,0918	0,208
0,5	0,0967	0,0840	0,0828	0,145
0,6	0,0894	0,0777	0,0761	0,114
0,8	0,0786	0,0682	0,0668	0,0837
1,0	0,0706	0,0614	0,0595	0,0683
1,5	0,0576	0,0500	0,0484	0,0514
2,0	0,0493	0,0431	0,0422	0,0451
3,0	0,0396	0,0353	0,0359	0,0410
6,0	0,0277	0,0266	0,0305	0,0455
8,0	0,0242	0,0243	0,0298	0,0471
10,0	0,0221	0,0232	0,0300	0,0503

TABELA 35 – Coeficientes lineares de atenuação  $\mu_1$ .

Coeficientes lineares de atenuação ( $\text{cm}^{-1}$ )					
Nuclídeo	Água	Alumínio	Ferro	Concreto	Chumbo
Cobalto 60	0,063	0,148	0,410	0,132	0,148
Césio 137	0,088	0,200	0,560	0,181	0,2

TABELA 36 – Valores das espessuras médias ( $x_{1/2}$ ) e dos coeficientes de atenuação de massa ( $\mu_m$ ) para diversos materiais <sup>12</sup>.

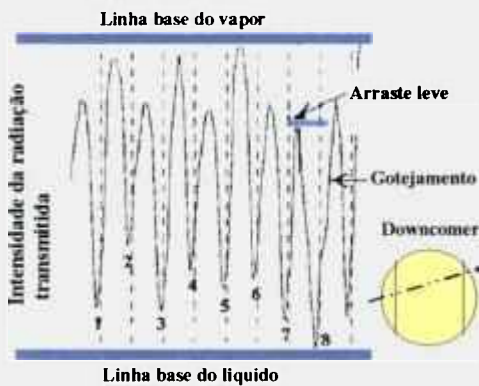
Nuclídeo	Concreto ( $\rho= 2,6 \text{ g/cm}^3$ )		Chumbo ( $\rho= 11,35 \text{ g/cm}^3$ )		Alumínio ( $\rho=2,70 \text{ g/cm}^3$ )		Ferro ( $\rho=7,87 \text{ g/cm}^3$ )	
	$\mu_m$ ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	$x_{1/2}$ (cm)	$\mu_m$ ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	$x_{1/2}$ (cm)	$\mu_m$ ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	$x_{1/2}$ (cm)	$\mu_m$ ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	$x_{1/2}$ (cm)
Cobalto 60	0,06	6,3	0,08	1,1	0,055	6,7	0,055	2,5
Césio 137	0,08	4,9	0,14	0,65	0,074	5	0,073	1,6

## ANEXO D

- Diagnóstico das anomalias típicas observadas durante uma perfilagem gama<sup>25</sup>

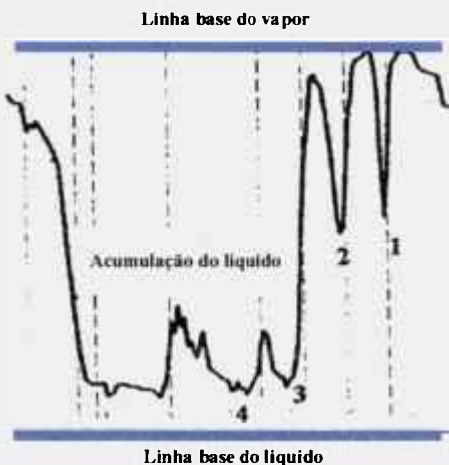
<p style="text-align: center;"><b>Pratos Normais</b></p>	<p>As linhas da perfilagem são perfeitas, não atravessam os <i>downcomers</i>. Nos espaços entre os pratos, as intensidades retornam a linha base do vapor. Nenhuma anomalia é demonstrada na perfilagem, com exceção do sinal do prato 5. Este não é um problema significativo para a unidade, devendo-se a interferências externas da coluna. O nível de líquido em cada prato é aproximadamente o mesmo.</p>
<p style="text-align: center;"><b>Formação de espuma</b></p>	<p>Uma leve formação de espuma é detectada nos pratos indicados na figura. A mudança da inclinação da curva aparece acima do prato. Não há arraste de líquido e inundação neste caso, porque não existe nenhum desvio na linha do vapor. Estas observações são mais bem definidas utilizando-se uma fonte radioativa de baixa energia (<math>^{137}\text{Cs}</math> ou <math>^{198}\text{Au}</math>).</p>
<p style="text-align: center;"><b>Gotejamento</b></p>	<p>É difícil detectar o gotejamento, sendo preferível utilizar uma fonte radioativa de baixa energia. O gotejamento é o oposto à formação de espuma. A mudança da inclinação da curva começa no prato superior em direção ao prato inferior. Dois gotejamentos leves podem ser observados embaixo dos pratos indicados. O “gotejamento A” é mais pronunciado. O gotejamento é produzido em elevadas vazões ou por sobrecarga de líquido no prato.</p>

### Perfilagem através dos *downcomers*



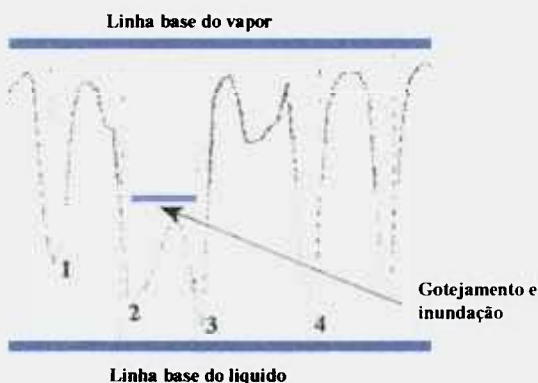
A intensidade da radiação transmitida é mais elevada embaixo (zona do vapor) dos pratos pares do que embaixo dos pratos ímpares. A perfilagem atravessa parcialmente os pratos pares no nível dos *downcomers* e os sinais são levemente mais atenuados. Entre os pratos 7 e 8 é observada uma má separação líquido - vapor. Há um leve arraste do líquido (prato 8 ao prato 7). O nível acima do prato 8 está levemente elevado. O gotejamento é evidente no prato 8.

### Obstrução no *downcomer* do prato



Há uma obstrução no *downcomer* ou no prato 3. Esta obstrução impede o fluxo normal do líquido que desce do prato 3 ao 2. O funcionamento dos pratos 1 e 2 é normal, embora o nível do prato 1 seja menor do que o prato 2, como é esperado (obstrução do prato 3). Entre os pratos 1 e 2 há uma boa separação líquido - vapor.

### Gotejamento e arraste



Entre os pratos 2 e 3 é observada uma má separação líquido - vapor, por causa de uma obstrução parcial no *downcomer* do prato 3, causada possivelmente pelo retrocesso do *downcomer* do prato 3. Esta anomalia pode ser deduzida pelo fato de que a intensidade da radiação transmitida entre estes pratos não retorna até a linha base do vapor. O gotejamento está também presente sobre o prato 2.

### Inundação do prato



A inundação se deve a uma carga excessiva de líquido sobre o prato. O nível de líquido está elevado. Há má separação líquido – vapor entre os pratos. A intensidade da radiação transmitida não retorna até a linha base do vapor. Embora a presença dos pratos seja evidente, o produto na coluna de destilação tem baixa viscosidade e baixa densidade (metanol). Os pratos 1, 2 e 3 estão intactos e têm uma carga normal do líquido. Entre os pratos 1 e 2 há uma boa separação líquido - vapor. Os pratos 4, 5 e 6 estão severamente inundados.

### Danificação, perda ou colapso do prato



O desvio (linha base do vapor) deve –se as danificações severas ou ao colapso dos pratos. O prato 1 está intacto e tem líquido. O prato 2 tem relativamente menos líquido e está danificado. O prato 3 está intacto com presença de um gotejamento leve. O prato 4 está danificado. Os pratos 5, 6 e 7 estão severamente danificados e estão colapsados.

### Colapso do leito empacotado



Da perfilagem pode –se observar que o leito 2 (linha verde) está colapsado, mas o leito 1 (linha vermelha) está ainda intacto. As altas intensidades de radiação registradas no leito 2, indicam que há um material não absorvente entre a fonte e o detector. O leito 1 em ambos os casos (verde e vermelho) está intacto.

## ANEXO E

### **Causas da ineficiência de uma coluna de destilação** <sup>18,19,20,36</sup>

A maioria das ineficiências na destilação pode ser determinada por meio de uma correta aplicação da metodologia da perfilagem gama. As seguintes causas comuns podem ser verificadas durante uma investigação:

- **Má separação líquido – vapor**

Pode ser provocada pelo aumento não linear da razão do refluxo antes que apareçam os sinais de inundação. Estes sinais conduzem a uma perda da eficiência por causa do arraste do líquido antes da inundação por arraste. A detecção da inundação, sem tais sinais, pode ser menos efetiva quando a carga do vapor não é uniforme dentro da coluna. Neste caso, a inundação por arraste pode começar a se desenvolver dentro da coluna inundada sem uma perda detectável na separação. Este pode levar a um diagnóstico falso de inundação no *downcomer*.

- **Causas da inundação por arraste**

A inundação pode ser observada como o ponto de inflexão na curva da queda de pressão em função da vazão do gás (ponto onde a pressão começa a aumentar agudamente com o aumento da vazão do gás), tanto para colunas de pratos como para colunas empacotadas. Aumentos nas quedas de pressão podem também ser atribuídos aos acúmulos do líquido.

**Sobrecarga:** Pode provocar quedas de pressão e capacidade anormal.

**Obstruções nos pratos:** Algumas restrições para o fluxo do vapor aceleram a velocidade de entrada deste no regime do líquido, aumentando a queda de pressão e o arraste. Este pode ser o começo de uma inundação prematura.

**Área de transferência restringida:** Más distribuições do vapor através do prato criam áreas localizadas de forte arraste, em especial, o *jet flooding*.

**Formação de espuma:** restringe a interação do vapor sobre o prato superior, podendo provocar arraste.

- **Estancamentos no *downcomer***

**Fluxo excessivo de líquidos:** A área transversal de um *downcomer* e a desobstrução embaixo deste limitam a sua capacidade.

**Restrições:** Obstruções na área de fluxo abaixo do *downcomer* retornam o líquido para acima. Escombros, depósitos e estruturas internas fora de lugar causam tais restrições. Vertedouro do prato incorretamente instalado ou muito curto (alojar o líquido) pode causar vazamento no *downcomer*.

**Vazamento do vapor:** Montagem errada ou danos por corrosão podem provocar o aumento dos vazamentos dentro do *downcomer*.

- **Causas gerais**

**Pratos colapsados:** Ausência de pratos é a causa mais comum de uma eficiência baixa. Pode ser observada por meio de uma queda baixa de pressão através da seção inferior da coluna, pois o fluxo do vapor está encontrando uma pequena resistência. O acúmulo do líquido por causa do colapso de pratos em outras partes da coluna, pode dar uma indicação oposta.

**Arraste:** Retro mistura por arraste do líquido reduz a eficiência. Normalmente, ocorre quando a vazão do líquido na coluna é baixa.

**Bypass do líquido:** Curto circuito do fluxo do líquido através do prato evitando o contato com o vapor, diminuindo a eficiência do prato. Este pode ser o resultado de uma montagem errada dos painéis de pratos que permite um gotejamento excessivo.

**Distribuição desigual:** Má distribuição pode diminuir o contacto entre o líquido e o vapor.

- **Outros sintomas da inundação**

- Arraste excessivo e ondas do líquido elevadas.
- Altas quedas irregulares de pressão através da coluna.
- Perdas na separação.
- Diminuição do nível base ou redução dos fluxos do fundo.
- Aumento severo das quedas de pressão.
- Perfil de alta temperatura ao longo da coluna.
- Acúmulo do líquido no material de recheio.
- Flutuação do nível do líquido no fundo da coluna.

## ANEXO F

• Propagação de erros: variáveis independentes (não correlacionadas)<sup>22</sup>

Lei geral:

Função:  $u(x_1, x_2, \dots, x_n)$

Variáveis:  $x_1, x_2, \dots, x_n$

Desvios Padrões:  $\sigma_1, \sigma_2, \dots, \sigma_n$

$$\sigma_u^2 = \sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial u}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_i^2 \quad (25)$$

**Caso 1:** Somas ou diferenças:  $u = x_1 + x_2$  ou  $u = x_1 - x_2$

$$\sigma_u = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2}$$

**Caso 2:** Multiplicação por uma constante:  $u = Ax$

$$\sigma_u = A\sigma_x$$

**Caso 3:** Multiplicação ou divisão entre variáveis:  $u = x_1 x_2$  ou  $u = x_1/x_2$

$$\frac{\sigma_u}{u} = \sqrt{\left( \frac{\sigma_1}{x_1} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_2}{x_2} \right)^2}$$

**Caso 4:** Média ponderada pelos desvios padrões

Chamando:  $\sum_{i=1}^n \frac{a_i x_i}{\sum a_i} = \bar{x}$ , têm-se:  $\bar{x} = \frac{\sum a_i x_i}{\sum a_i}$ , e  $\sigma_{\bar{x}}^2 = \sum \left( \frac{\partial \bar{x}}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_{x_i}^2$

Para minimizar o erro na Média:  $\frac{\partial \sigma_{\bar{x}}^2}{\partial a_i} = 0$ , segue que:  $a_i = \frac{1}{\sigma_{x_i}^2}$ , e  $\frac{1}{\sigma_{\bar{x}}^2} = \sum \frac{1}{\sigma_{x_i}^2}$

**Caso 5:** Erro do coeficiente de atenuação de massa efetivo

$$\mu_m = \frac{\ln(I_0/I)}{\rho L} \text{ se } I^* = \frac{I}{I_0}$$

$$\frac{\sigma_{\mu_m}}{\mu_m^2} = \frac{1}{I^* \ln I^*} \sigma_{I^*}$$

## ANEXO G

- **Estatística de contagem produzida por detectores de radiação**

As contagens seguem a distribuição de Poisson ( $p \ll 1$ )

O desvio padrão de uma contagem é dado por:  $\sigma_{x_i}^2 = x_i \cong \bar{x} = \sigma$

Como:  $\sigma_{\bar{x}}^2 = \frac{1}{n} \sum \sigma_{x_i}^2$

O desvio padrão de uma média de  $n$  contagens torna-se:  $\sigma_{\bar{x}} = \frac{\sigma}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\bar{x}}{n}}$

O desvio padrão de uma taxa contagens  $R$  durante um tempo  $T$  é dado por:

$$\sigma_s = \sqrt{\frac{R}{T}}$$

Desvio padrão da taxa de contagem líquida:

$$\sigma_s = \sqrt{\frac{R_T}{T_T} + \frac{R_B}{T_B}}$$

- **Limite Crítico e Limite de Detecção**<sup>22</sup>

$L_C$ : valor definido pós –contagem

$L_D$ : valor definido antes da contagem

Definindo:  $R_T$ : taxa de contagem da amostra  
 $R_B$ : taxa de contagem da radiação de fundo  
 $R_S$ : taxa de contagem líquida  
 $\sigma$  : desvio padrão  
 $T$  : tempo de contagem

**a. Limite Crítico ( $L_C$ )**

Valor limite de  $R_S$  ( $L_C$ ) acima do qual, com 95% de nível de confiança,  $R_S > 0$ .

Teste de hipótese:  $H_0: R_S = 0$                        $H_1: R_S > 0$

$$\Rightarrow L_C = R_0 + k_1 \sigma_0$$

$$\rightarrow L_C = k_1 \sigma_B \left( 1 + \frac{T_B}{T_T} \right)^{\frac{1}{2}}$$

Região  $> L_C$  é área de rejeição da hipótese de que  $R_S = 0 \Rightarrow$  admite-se que  $R_T > R_B \Rightarrow$  há presença de atividade acima do BG  $\Rightarrow$  há 5% de chance de se cometer erro do tipo I.

$$\text{Quando } T_B = T_T \Rightarrow L_C = k_1 \sqrt{2} \sigma_B \quad (26)$$

$$\text{para } \alpha = 0.05 \Rightarrow k_1 = 1.65 \text{ (monocaudal)} \Rightarrow L_C = 2.33 \sigma_B$$

Então, se  $R_S > L_C \Rightarrow$  rejeita-se  $H_0: R_S = 0$

$R_S \leq L_C \Rightarrow$  não se rejeita que  $R_S = 0$ , e pode-se definir quanto poderia existir na amostra, no máximo

Apresentação dos Resultados:

1) Cálculo de: 
$$L_C = k_1 \sqrt{2} \sigma_B$$

2) se  $R_S > L_C \Rightarrow$  quantifica-se como  $R_S \pm k_1 \sigma_S$ ,  $k_1 = 1.96$

$$(R_T - R_B) \pm k_1 \sqrt{\sigma_T^2 + \sigma_B^2}$$

3) se  $0 < R_S \leq L_C \Rightarrow$  quantifica-se como  $< R_S + k_1 \sigma_S$ ,  $k_1 = 1.65$

$$< (R_T - R_B) + k_1 \sqrt{\sigma_T^2 + \sigma_B^2}$$

4) se  $R_S \leq 0 \Rightarrow$  quantifica-se como  $< L_C$

#### b. Limite de Detecção ( $L_D$ )

Conhecendo-se o BG, a amostra deve ter um valor tal, para que um valor  $L_D$  depois de contado, caia na região acima de  $L_C$ . Para evitar erro tipo II (acima de  $L_C$ ) i.e.  $R_S$  não deve cair na região crítica à esquerda.

$$L_D = L_C + k_2 \sigma_D$$

Demonstra-se que:

$$L_D = \frac{k^2}{T_T} + 2k\sigma_B \left[ 1 + \frac{T_B}{T_T} \right]^{\frac{1}{2}}$$

Se  $T_B = T_T = T$ :

$$L_D = \frac{k^2}{T} + 2\sqrt{2} k \sigma_B$$

Normalmente, para  $\beta$  e  $\gamma$ ,  $T \gg k^2$

$$\Rightarrow L_D = 2\sqrt{2} k \sigma_B \quad (27)$$

Para  $\alpha = 0.05$ ,  $k = 1.65$

$$\Rightarrow L_D = 4.66 \sigma_B$$

$k$  pode ser  $k_1$  e  $k_2$ :

$$\Rightarrow L_D = (k_1 + k_2) \sqrt{2} \sigma_B$$

$k_1$ : chance de dizer que tem, quando não tem ( $R_S = 0$ , erro tipo I)

$k_2$ : chance de dizer que não tem, quando tem ( $R_S = L_D$ , erro tipo II)

## ANEXO H

- Protocolos das perfilagens realizadas na coluna industrial

<b>EXECUÇÃO DA PERFILAGEM Nº 1</b>				<b>Data:</b> 17/03/04	
<b><u>Características da coluna</u></b>	<b>Natureza da parte examinada</b>	<b>Diâmetro externo (m)</b>	<b>Espessura da parede (mm)</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Natureza dos componentes</b>
	Tipo pratos	6,5	150	20 -30	Água/Concreto
<b><u>Fonte</u></b>	<b>Natureza</b>	<b>Atividade MBq (mCi)</b>	<b>Blindagem Pb (mm)</b>	<b>Observações:</b>	
	<sup>60</sup> Co	1.482 (40)	40 superior 40 inferior 30 lateral	*32000 cm percorridos desde o solo. *Irradiador panorâmico. *Detectores : - NaI(Tl) (650 V) - CsI(Tl) (12 V)	
<b><u>Configuração da linha da perfilagem</u></b>				<b>Ponto de referência</b>	
				Escada de acesso	
<b><u>Escolha dos acessórios</u></b>	<b>Fonte (F)</b>			<b>Detector (D)</b>	
	<input type="checkbox"/> Cabo metálico guia <input type="checkbox"/> Trena metálica <input type="checkbox"/> Trena plástica			<input type="checkbox"/> Cabo metálico guia <input type="checkbox"/> Trena metálica <input type="checkbox"/> Trena plástica	
<b>Hora de início:</b> 10H30					
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Medidas realizadas com intervalos de 10, 20 e 100 cm.</li> <li>• Dose de radiação fora da área de 40m (Público): 0,54µSv/h.</li> </ul>			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Dose de radiação superficial no contêiner de transporte: 600 µSv/h.</li> <li>• Dose de radiação na área dos equipamentos eletrônicos (Equipe) : 0,12µSv/h.</li> </ul>		
<b>Hora de finalização:</b> 12H30					
<b>Equipe da perfilagem:</b>	<b>Nomes</b>			<b>Assinaturas</b>	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Margarida M. Hamada</li> <li>• Wilson A. P. Calvo</li> <li>• Paulo R. Rela</li> <li>• Fabio E. Costa</li> <li>• Pablo Vásquez S.</li> </ul>			..... ..... ..... ..... .....	

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BOWMAN, J.D. Troubleshoot Packed Towers with Radioisotopes. *Chem. Eng. Prog.*, v. 89, n. 9, p. 34-41, 1993.
2. BOWMAN, J.D. Use Column Scanning for predictive Maintenance. *Chem. Eng. Prog.*, v. 87, n. 2, p. 25-31, 1991.
3. CANO, P.M.; RODRIGUEZ, R.; GRIFFITH, J. Resultados preliminares en el perfilaje gama de una torre de destilación en la refinería NNico Lopez. In: NURT, 2., 26-29 Out., 1999, La Habana. *Proceedings...* La Habana: CIEN, 1999. 1 CD-ROM.
4. CHARLTON, J.S. *Radioisotope Techniques for Problem-Solving in Industrial Process Plants*. Glasgow: Leonard Hill, 1986.
5. CHARLTON, J.S.; HESLOP, J.A.; JOHNSON, P. Radioisotope techniques for the investigation of process problems in the chemical industry. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON INDUSTRIAL APPLICATION OF RADIOISOTOPES AND RADIATION TECHNOLOGY, Sep. 28-Oct. 2, 1981, Grenoble. *Proceedings...* Vienna: IAEA, 1982. p. 393-418.
6. CHUEINTA, S.; TONGLIM, P.; ASVAVIJNIJKULCHAI, C.; SIANGSANAN, P.; KOMOLSUKE, S.; THAMTHALAI, P. Application of nuclear technique in the evaluation of the petroleum oil distillation columns performance. In : CONFERENCE ON NUCLEAR SCIENCE AND TECHNOLOGY, 5<sup>th</sup>, Nov. 21-23, 1994, Bangkok. *Proceedings...* Bangkok: Office of Atomic Energy for Peace, 1999. p. D18-D30.
7. COSTA, F.E; HAMADA M.M. *Development of a scintillator detector set with counter and data acquisition for flow measurements*. Nucl. Instr. and Meth. v. 486, n. A, p. 150-155, 2002.
8. FULHAM, M.J.; HULBERT, V.G. Gamma Scanning of Large Towers. *Chem. Eng. Prog.*, v. 71, n. 6, p. 73-77, 1975.
9. HARRISON, M.E. Gamma Scan Evaluation for Distillation Column Debottlenecking. *Chem. Eng. Prog.*, v. 86, n. 3, p. 37-44, 1990.
10. HARRISON, M.E.; FRANCE, J.J. Trouble-shooting distillation columns. 1. Technique and Tools. *Chem. Eng.*, v. 96, n. 3, p. 116-123, 1989.
11. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *International basic safety standards for protection against ionizing radiation and for radiation sources*. Vienna: 1996. (Safety Series No.115).

12. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *Practical radiation safety manual. Manual on nuclear gauges*. Vienna: 1996.
13. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *Radioisotope applications for Troubleshooting and Optimizing Industrial process*. RCA in India: 2002.
14. INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION. *International Standard: Nuclear Instrumentation*. Nov., 1996. (IEC 1336).
15. JAAFAR, A. Development and application of gamma scanning technology for on-line investigation of industrial process columns and vessels. In: MALAYSIAN SCIENCE AND TECHNOLOGY CONGRESS, Oct. 30-31, 1998, Johor Bahru. *Proceedings...* INIS, 1999. 1 CD-ROOM. (INISMY116).
16. JAAFAR, A. Gamma-ray scanning for troubleshooting and optimisation of distillation columns in petroleum refineries and chemical plants. In: NATIONAL SEMINAR ON NON-DESTRUCTIVE TESTING: FACING THE CHALLENGES OF 21ST CENTURY, Jul. 10-12, 2001, Bangi. *Proceedings...* Shah Alam: Malaysian Society for Non Destructive Testing, 2001. (Ainon@mint.gov.my).
17. KAUL, S.N.; SADHUKHAN, H.K.; VARDHARAJAN, T.G.; DEBNATH, R.; NARVEKAR, V.H. Measurement of froth height on sieve trays and the performance evaluation of a sieve tray column for heavy water plants using gamma-scanning technique. In: NATIONAL SYMPOSIUM ON ISOTOPE APPLICATIONS IN INDUSTRY, Feb. 2-5, 1977, Bombay. *Proceedings...* Bombay: Department of Atomic Energy, 1979. p. 228-237.
18. KISTER, H.Z. Are column malfunctions becoming extinct or will they persist in the 21<sup>st</sup> century? *Chem. Eng. Res. Des.*, v. 75, n. 6, p. 563-589, 1997.
19. KISTER, H.Z. What caused tower malfunctions in the last 50 years? *Chem. Eng. Res. Des.*, v. 81, n. A1, p. 5-26, 2003.
20. KISTER, H.Z.; HAAS, J.R. Predict Entrainment Flooding on Sieve and Valve Trays. *Chem. Eng. Prog.*, v. 86, n. 9, p. 63-69, 1990.
21. KISTER, H.Z.; RHOAD, R.; HOYT, K.A. Improve Vacuum Tower Performance. *Chem. Eng. Prog.*, v. 92, n. 9, p. 36-44, 1996.
22. KNOLL, G.F. *Radiation Detection and Measurement*. New Cork, N.Y.: Wiley-Interscience, 1989.
23. KUNESH, J.G.; KISTER, H.Z.; LOCKETT, M.J. Distillation: Still Towering Over Other Options. *Chem. Eng. Prog.*, v. 91, n. 10, p. 43-54, 1995.

24. MOHD, A.I.; JAAFAR, A.; JAMALUDIN, O. Development of gamma-ray scanning facilities for on-line investigation of distillation columns. In: National seminar on the assessment of IRPA research achievement in 5th Malaysian Plan: industrial sector, Dec. 20-24, 1991, Kedah. *Proceedings...* INIS, 1994. (INISmf14328).
25. ORGANISMO INTERNACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA. *Guía para aplicaciones industriales de radiotrazadores y fuentes selladas*. Viena: ARCAL XLIII, 2000.
26. ORGANISMO INTERNACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA. *Guía para diseño y utilización de sistemas de control nucleónico*. Viena: ARCAL XLIII, 2000.
27. PLESS, L.; BOWMAN, J.D. Scanning columns with gamma-rays. *Chem. Eng.*, v. 99, n. 8, p. 127-132, 1992.
28. SARKAR, T.K.; CHAWLA, R.; BANIK, S.; CHOPRA, S.J. Gamma ray scanning as troubleshooting tool for unusual and large diameter refinery vacuum columns. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ISOTOPES, 2<sup>nd</sup>, Oct. 12-16, 1997, Sydney. *Proceedings...* Sutherland: Australian Nuclear Association Inc., 1997. p. 94-100.
29. SATTLER, F.J. Nondestructive Testing Methods can Aid Plant Operation. *Chem. Eng.*, v. 97, n. 10, p. 177-182, 1990.
30. SEVERANCE, W.A.N. Advances in Radiation Scanning of Distillations Columns. *Chem. Eng. Prog.*, v. 77, n. 9, p. 38-41, 1981.
31. SEVERANCE, W.A.N. Differential Radiation Scanning Improves the Visibility of Liquid Distribution. *Chem. Eng. Prog.*, v. 81, n. 4, p. 48-51, 1985.
32. STEPHENSON, M.J.; LITTLE, D.K.; SCHULTZ, R.M. Application of Nuclear Measurement Techniques. *Chem. Eng. Prog.*, v. 77, n. 8, p. 36-40, 1981.
33. THERESKA, J. Current status and trends of cooperation on radiotracer and NCS Technologies. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ISOTOPES, 2<sup>nd</sup>, Oct. 12-16, 1997, Sydney. *Proceedings...* Sutherland: Australian Nuclear Association Inc., 1997. p. 117-122.
34. THYN, J.; ZITNY, R.; KLUSON, J.; CECHAK, T. *Analysis and Diagnostics of Industrial Processes by Radiotracers and Radioisotope Sealed Sources*. Praha: Vydavatélstvi CVUT, 2000. v. 2.
35. TONG, Y.; JUI, K. Advances in the gamma scanning of distillation columns. *Trans. Am. Nucl. Soc.*, v. 65, n. 1, p. 36, 1992.

36. WEILER, D.W.; KIRKPATRICK, R.D.; LOCKETT, M.J. Effect of Downcomer Mixing on Distillation Tray Efficiency. *Chem. Eng. Prog.*, v. 77, n. 1, p. 63-69, 1990.
37. WHITE, R.L. On-Line Troubleshooting of Chemical Plants. *Chem. Eng. Prog.*, v. 83, n. 5, p. 33-38, 1987.