



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO EM SUSPENSÕES DE FLUIDOS COM  
CARACTERÍSTICAS REOLÓGICAS PSEUDOPLÁSTICAS**

**BRUNO ARANTES MOREIRA**

Uberlândia - MG

2014



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA



FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO EM SUSPENSÕES DE FLUIDOS COM  
CARACTERÍSTICAS REOLÓGICAS PSEUDOPLÁSTICAS

Bruno Arantes Moreira

Orientador: Prof. Dr. João Jorge Ribeiro  
Damasceno

Coorientador: Prof. Dr. Fábio de Oliveira  
Arouca

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

Uberlândia - MG

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

---

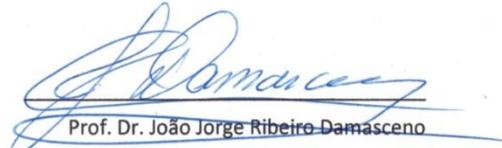
- M838e Moreira, Bruno Arantes, 1984-  
2014 Estudo da sedimentação em suspensões de fluidos com  
características reológicas pseudoplásticas / Bruno Arantes Moreira. -  
2014.  
97 f. : il.
- Orientador: João Jorge Ribeiro Damasceno.  
Coorientador: Fábio de Oliveira Arouca, 1977-  
Tese (doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa  
de Pós-Graduação em Engenharia Química.  
Inclui bibliografia.
1. Engenharia Química - Teses. 2. Dinâmica dos fluidos - Teses.  
3. Plásticos - Indústria e comércio - Teses. 4. Partículas (Física, química,  
etc.) - Teses. I. Damasceno, João Jorge Ribeiro. II. Arouca, Fábio de  
Oliveira, 1977-. III. Universidade Federal de Uberlândia, Programa de  
Pós-Graduação em Engenharia Química. IV. Título.

---

CDU: 66.0

TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA  
DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS PARA OBTENÇÃO DO  
TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 23 DE JULHO DE 2014.

BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. João Jorge Ribeiro Damasceno  
Orientador (PPGEQ /UFU)



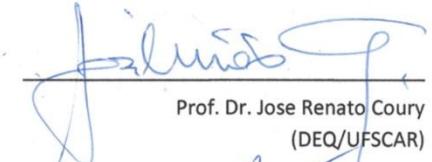
Prof. Dr. Fábio de Oliveira Arouca  
Coorientador (PPGEQ/UFU)



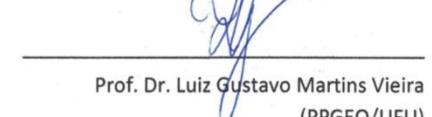
Prof. Dr. Aristedu da Silveira Neto  
(FEMEC/UFU)



Prof.ª Dra. Carla Eponina Hori  
(PPGEQ /UFU)



Prof. Dr. Jose Renato Coury  
(DEQ/UFSCAR)



Prof. Dr. Luiz Gustavo Martins Vieira  
(PPGEQ/UFU)



Prof. Dr. Nehemias Curvelo Pereira  
(PEQ/UEM)

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a Deus pelo dom da vida, pela força nos momentos difíceis e por ter concedido a oportunidade de desenvolver este trabalho.

Aos meus pais Décio e Eliane pela constante prontidão e pela paciência, pessoas que sempre incentivaram os estudos em minha vida.

A minha irmã Fernanda e meu cunhado Juraci, por terem sido prestativos e me apoiado em diversos momentos.

Aos meus amigos (as) da pós-graduação, Adriana Quemelli, Aline Marques, Deivid Marques, Gustavo Prado, Hélio Jr, Isabele Bicalho, Marcos Vinícius, Rosângela Lúcio e Tiago Pires, pelos agradáveis momentos de convivência.

Aos alunos de iniciação científica, Felipe Ferreira e Veronica de Lima que em diversos momentos auxiliaram na realização da parte experimental deste trabalho.

Aos funcionários Maria Cecília e Silvino Joaquim, pela disposição em sempre ajudar.

A todos os professores e colegas do PPGEQ/UFU pelo convívio e aprendizado.

À CAPES, ao CNPQ e à PETROBRAS pelo auxílio financeiro que tornou possível a realização deste trabalho.

Aos professores, Aristeu da Silveira, Carla Hori e Luiz Gustavo pela valiosa correção e ajuda para o término deste trabalho.

Um agradecimento especial aos meus orientadores e amigos, Prof. Damasceno e Prof. Fábio Arouca. A vocês agradeço pela oportunidade de desenvolver este trabalho, pela confiança em mim depositada e pelos diversos ensinamentos transmitidos durante estes anos, que tanto contribuíram para minha formação pessoal e profissional.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	i
LISTA DE TABELAS .....	vi
LISTA DE SÍMBOLOS .....	vii
RESUMO .....	xii
ABSTRACT .....	xiii
INTRODUÇÃO.....	1
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	7
2.1 Reologia de fluidos newtonianos .....	7
2.2 Fluidos não-newtonianos.....	10
2.2.1 Fluidos newtonianos generalizados .....	11
2.2.1.1 Fluidos pseudoplásticos.....	12
2.2.1.2 Fluidos viscoplásticos .....	15
2.2.2 Fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo .....	15
2.2.2.1 A tixotropia e reopexia.....	16
2.2.3 A tixotropia e a viscoelasticidade.....	17
2.3 A história da sedimentação .....	18
2.4 A sedimentação com compressão .....	22
2.4.1 A Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo.....	23
2.4.1.1 Tensão nos sólidos .....	25
2.4.1.2 A força resistiva .....	26
2.4.2 Outras equações constitutivas para pressão nos sólidos $P(\varepsilon_s)$ e permeabilidade do meio poroso $k(\varepsilon_s)$ .....	27
2.4.3 Trabalhos relevantes relacionados à sedimentação .....	29
2.5 A sedimentação em fluidos com características reológicas pseudoplásticas .....	32
2.6 A velocidade de sedimentação de partículas em fluidos não-newtonianos.....	38
MATERIAIS E MÉTODOS.....	45
3.1 Materiais.....	45
3.1.1 Caracterização dos materiais sólidos .....	47
3.1.1.1 Análise granulométrica.....	48
3.1.1.2 Determinação da esfericidade dos materiais sólidos .....	51

3.1.2 Fluidos newtonianos e não-newtonianos .....	52
3.1.2.1 Preparo das soluções de goma xantana e de carboximetilcelulose.....	54
3.1.2.2 Comportamento reológico das soluções utilizadas.....	56
3.2 Metodologia experimental.....	61
3.2.1 A unidade experimental de aplicação de radioisótopos .....	61
3.2.1.1 Efeitos de parede .....	66
3.2.1.2 O Radioisótopo Amerício-241 .....	67
3.2.1.3 A técnica de atenuação de raios gama.....	68
3.2.1.4 Os experimentos realizados na unidade de aplicação de radioisótopos .....	71
3.2.2 A unidade experimental de sedimentação com recolhimento de amostras (ensaios destrutivos) .....	79
<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>82</b>
4.1 Comportamento reológico das soluções utilizadas .....	82
4.1.1 As curvas de escoamento e os diagramas de viscosidade em função da taxa de deformação .....	82
4.1.2 Histerese.....	85
4.1.3 Mudanças do tipo degrau na taxa de deformação .....	87
4.1.4 Taxa de deformação constante.....	89
4.2 Sedimentação de suspensões em fluidos newtonianos e não-newtonianos .....	94
4.2.1 Monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições da proveta de testes (testes dinâmicos) .....	94
4.2.1.1 Monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo para as regiões I e II ..	95
4.2.1.2 Monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo para a região III.....	107
4.2.2 Comparação entre o comportamento das suspensões sedimentando em GL e em GX ...	118
4.2.3 Influência da concentração local de sólidos nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos .....	123
4.2.4 As curvas de sedimentação .....	128
4.2.4.1 As curvas de equi-concentração para as Regiões I e II .....	128
4.2.5 Análise da estimativa da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos.....	135
4.3 Ensaios de sedimentação com recolhimento de amostras (testes destrutivos) .....	139
4.4 Distribuição de porosidade em sedimentos formados em fluidos newtonianos e não-newtonianos (testes estáticos) .....	145
4.5 Análise das relações existentes entre permeabilidade, pressão sobre os sólidos e porosidade para carbonatos .....	146
4.5.1 Pressão nos sólidos como função da concentração.....	146

4.5.2 Determinação da equação constitutiva para permeabilidade do meio poroso .....	147
CONCLUSÕES .....	150
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	153
ANEXO A .....	159
APÊNDICE A .....	160
APÊNDICE B .....	167

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 – Ilustração de uma perfuração de um poço de petróleo.....	01
Figura 1.2 – Ilustração do processo de filtração estática e cruzada durante a etapa de perfuração de poços de petróleo. ....	02
Figura 2.1 - Ilustração de um escoamento unidirecional (adaptada de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).....	07
Figura 2.2 – Componentes de tensão em um escoamento tridimensional (adaptada de CHHABRA; RICHARDSON, 2008). .....	09
Figura 2.3 – Curva de escoamento representando os seis principais tipos de fluido em que a viscosidade aparente não é dependente do tempo (adaptado de SOCHI, 2010).....	11
Figura 2.4 – Ilustração da variação da viscosidade aparente com a taxa de deformação para uma solução polimérica (adaptado de CHHABRA, 2007).....	12
Figura 2.5 – Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equiconcentração conforme o modelo de Kynch. ....	21
Figura 2.6 – A descrição do fenômeno de sedimentação em batelada segundo a teoria de Kynch. .....	23
Figura 2.7 - Resultados da concentração de sólidos com o tempo obtidos por Ruiz (2000). .....	30
Figura 2.8 - Esboços da sedimentação de suspensões publicados no trabalho de Allen e Uhller (1989). a) Fluido newtoniano. b) Fluido com moderados efeitos viscoelásticos. c) Fluido com fortes efeitos viscoelásticos.....	32
Figura 2.9 - Imagens obtidas por ressonância magnética pelo trabalho de Bobroff e Philips (1998). a) fluido newtoniano. b) fluido viscoelástico.....	34
Figura 2.10 - Ilustração do fenômeno de aproximação das partículas que ocorre em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória. ....	35
Figura 2.11 - Imagens fotográficas obtidas por Daugan et al. (2004) mostrando o comportamento de suspensões sedimentando em soluções de xantana a 1500 ppm.....	35
Figura 3.1 - Representação esquemática do quarteamento de amostras.....	47
Figura 3.2 - Distribuição de tamanho das partículas para materiais sólidos utilizados neste trabalho.....	50
Figura 3.3 - Análise visual dos materiais sólidos utilizados neste estudo utilizando microscópio eletrônico de varredura.. .....	52
Figura 3.4 – Ilustração da técnica de histerese de um fluido dependente do tempo (adaptado de CHHABRA, 2007).....	58

Figura 3.5 - Ilustração da tensão de cisalhamento ao longo do tempo em uma típica resposta ao se realizar uma mudança do tipo degrau na taxa de deformação de um valor $\gamma_1$ para $\gamma_2$ : a) Set point. b) Resposta para um fluido newtoniano. c) Resposta para fluido viscoelástico. d) Resposta para um fluido tixotrópico. e) Resposta para um fluido tixotrópico com presença de efeitos elásticos (adaptado de MEWIS e WAGNER, 2009).....	59
Figura 3.6 - Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos.....	63
Figura 3.7 – Detalhes do sistema fonte-detecção.....	63
Figura 3.8 - Válvula fotomultiplicadora com pré-amplificador (2) acoplado ao detector de cintilação NaI(TL) (1).....	64
Figura 3.9 – Módulo secundário do sistema de detecção em que pode-se observar da esquerda para direita a fonte de alta tensão, o contador de pulsos, o amplificador e o analisador de canais SCA.....	64
Figura 3.10 - Placa de aquisição de dados.....	64
Figura 3.11 - Ilustração da sequência com a qual cada dispositivo do sistema de detecção desempenha sua função até a obtenção da contagem de pulsos (adaptada de DAMASCENO, 1992). .....	66
Figura 3.12 – Ilustração do agitador axial utilizado neste trabalho para homogeneizar as suspensões. ....	72
Figura 3.13 – Ilustração do monitoramento da interface descendente em um teste de sedimentação em batelada (adaptada de AROUCA, 2007).....	74
Figura 3.14 - Ilustração do tubo de vidro e da peça de filtração. ....	77
Figura 3.15 - Ilustração da unidade experimental para recolhimento de amostras. ....	80
Figura 4.1 - Reograma e diagrama de viscosidade aparente em função da taxa de deformação com a equação de Ellis ajustando os pontos experimentais. ....	83
Figura 4.2 - Viscosidade aparente em função da taxa de deformação para a equação Power-law ajustando os pontos experimentais.....	85
Figura 4.3 - Curvas crescentes e decrescentes para a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação. ....	86
Figura 4.4 - Teste degrau na taxa de deformação para as soluções de GL, CMC e GX utilizadas por este trabalho. ....	89
Figura 4.5 – Resposta das soluções de GL, CMC e GX, para a aplicação de uma taxa de deformação constante de $0,5 \text{ s}^{-1}$ ao longo do tempo, após a amostra ser deixada em repouso durante 10 s, 10 min e 30 min.....	91
Figura 4.6 – Pico de tensão e recuperação da viscosidade aparente em função do tempo de repouso para as soluções de GX 0,2% m/m. ....	93

Figura 4.7 – Monitoramento da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando em diferentes tipos de fluidos para as regiões I e II.....	96
Figura 4.8 - Imagens fotográficas da frente superior difusa para suspensões de areia (150-212 $\mu\text{m}$ ) sedimentando com concentração inicial de $\varepsilon_{s0}=9\%$ .....	97
Figura 4.9 - Imagens fotográficas obtidas mostrando o fenômeno de aglomeração das partículas e a formação de colunas para amostras da areia 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}=9\%$ .....	99
Figura 4.10 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões de carbonatos sedimentando na região I ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).....	103
Figura 4.11 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando na região I ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).....	104
Figura 4.12 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando na região II ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).....	105
Figura 4.13 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando na região II ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).....	106
Figura 4.14 – Monitoramento da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando em regiões próximas à base do tubo de testes. ....	108
Figura 4.15 – Sedimentação de suspensões constituídas pelas amostras do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ , indicando o aumento da concentração de sólidos devido ao fenômeno de aglomeração.....	109
Figura 4.16 - Sedimentação de suspensões constituídas pelas amostras do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ , indicando o fim do fenômeno de aglomeração das partículas. ....	110
Figura 4.17 - Sedimentação de suspensões constituídas pelas amostras do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ , indicando a chegada do sedimento compacto. ....	112
Figura 4.18 – Resultados da variação da concentração de sólidos em função do tempo para várias posições da proveta de teses (amostras de carbonato de cálcio sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}=9\%$ ). ....	114
Figura 4.19 – Resultados da concentração de sólidos em função do tempo para várias posições da proveta de teses (amostras do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}=4\%$ ). ....	115
Figura 4.20 - Resultados da concentração de sólidos em função do tempo para várias posições da proveta de teses (amostras de areia sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}=9\%$ ). ....	118

Figura 4.21 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando em GL e em GX para as regiões I e II.....	121
Figura 4.22 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando em GL e em GX para as regiões III.....	122
Figura 4.23 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}= 4$ e 9% para a região I.....	125
Figura 4.24 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}= 4$ e 9% para a região III.....	127
Figura 4.25 - Ilustração da obtenção do parâmetro $t_{1/2}$ para a posição z=18 cm acima da base do tubo de testes. ....	129
Figura 4.26 - Curvas de equi-concentração para o carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}=9\%$ (Região I e II).....	130
Figura 4.27 - Curvas de equi-concentração para suspensões do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando com concentração inicial de sólidos de $\varepsilon_{s0}=9\%$ (Região III).....	132
Figura 4.28 - Curvas de equi-concentração para o carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ na concentração volumétrica inicial de $\varepsilon_{s0}=9\%$ para as regiões I, II e III....	134
Figura 4.29 – Curva de descida da frente superior difusa para as suspensões constituídas pelo carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando em GL e em CMC. ....	136
Figura 4.30 – Desvio relativo experimental entre os resultados teóricos e os experimentais para a velocidade de sedimentação de suspensões de carbonato de cálcio decantando em soluções de CMC 0,6% m/m para as posições próximas ao topo da proveta de testes (região de sedimentação livre). ....	138
Figura 4.31 – Indicação do tempos em que as amostras foram recolhidas para suspensões do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ sedimentando nas soluções de GL, CMC e GX.....	141
Figura 4.32 - Distribuição de frequências em função do diâmetro volumétrico das partículas para as amostras recolhidas nos ensaios de sedimentação do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ para z=3 cm. ....	142
Figura 4.33 – Diâmetro médio de Sauter obtido pelo MasterSizer para as amostras recolhidas em diferentes tempos durante um ensaio de sedimentação em batelada. ....	144
Figura 4.34 - Variação da concentração de sólidos ao longo de sedimentos constituídos pelas microesferas de vidro 150-212 $\mu\text{m}$ .....	145
Figura 4.35 - Pressão nos sólidos como função da concentração no sedimento. ....	147

Figura 4.36 - Permeabilidade como função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento para os carbonatos comumente utilizados como aditivos obturantes em fluidos de perfuração.....	148
Figura 4.37 - Comparação entre os valores obtidos experimentalmente com os valores estimados pela correlação de Kozeny-Carman.....	149
Figura A0 – Tabela comparativa proposta por Rittenhouse (1943). ....	159
Figura A.1 – Concentração de sólidos em função do tempo para as amostras do carbonato de cálcio 150-212 µm sedimentando em glicerina 92% v/v ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ). ....	162
Figura A.2 - Concentração de sólidos em função do tempo para as amostras do carbonato de cálcio 150-212 µm sedimentando em CMC 0,6% m/m ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ). ....	164
Figura A.3 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do cálcio 150-212 µm sedimentando em GX 0,2% m/m ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ). ....	166
Figura B.1 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do carbonato de cálcio 150-212 µm sedimentando em GL 0,2% m/m ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).....	169
Figura B.2 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do carbonato de cálcio 150-212 µm sedimentando em CMC 0,6% m/m ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ). ....	171
Figura B.3 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do carbonato de cálcio 150-212 µm sedimentando em GX 0,2% m/m ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ). ....	173

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Regiões existentes durante o fenômeno de sedimentação segundo Coe e Clevenger (1916).....	20
Tabela 2.2 - Equações para a estimativa da taxa de deformação média de fluidos escoando em meios porosos. ....	41
Tabela 3.1 - Distribuição granulométrica dos materiais sólidos utilizados.....	45
Tabela 3.2 - Densidade dos sólidos estudados. ....	47
Tabela 3.3 - Diâmetro volumétrico das partículas.....	50
Tabela 3.4 - Parâmetros estimados para o modelo RRB. ....	51
Tabela 3.5 - Esfericidade aproximada dos sólidos estudados. ....	52
Tabela 3.6 - Preparo das soluções de GX 0,2% m/m. ....	55
Tabela 3.7 - Preparo das soluções de CMC 0,6% m/m. ....	55
Tabela 3.8 - Funções dos dispositivos constituintes do sistema de detecção de radiação.....	65
Tabela 3.9 – Valores numéricos do parâmetro $\beta$ para os sólidos utilizados nos ensaios de sedimentação gravitacional.....	67
Tabela 3.10 - Parâmetros para a estimativa do tempo morto. ....	70
Tabela 4.1 - Parâmetros do modelo de Ellis.....	84
Tabela 4.2 - Índice de comportamento das soluções de CMC e GX calculados a partir do parâmetro $\alpha$ do modelo de Ellis. ....	84
Tabela 4.3 - Parâmetros da equação Power-law.....	85
Tabela 4.4 – Velocidade de sedimentação das partículas obtidas experimentalmente para suspensões do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ , decantando em GL 92% v/v e CMC 0,6% m/m. ....	137
Tabela 4.5 – Valores calculados para permeabilidade nas concentrações de $\varepsilon_s=4\%$ e $\varepsilon_s=9\%$ para as suspensões do carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$ . ....	137
Tabela 4.6 - Velocidade de sedimentação teórica para as suspensões de carbonatos decantando em soluções de CMC 0,6% m/m. ....	137
Tabela 4.7 - Parâmetros do modelo de Arouca (2007). ....	147
Tabela 4.8 - Parâmetros do modelo de TILLER e LEU (1972). ....	148

## LISTA DE SÍMBOLOS

- $d_{\#}$  - Diâmetro de abertura da peneira no qual o sólido foi passante [L]
- + $d_{\#}$  - Diâmetro de abertura da peneira no qual o sólido foi retido [L]
- $a$  – Parâmetro da equação de AROUCA (2007) para pressão nos sólidos [ $M^{-1}L^{-1}T^{-2}$ ]
- $b$  – Parâmetro da equação de AROUCA (2007) para pressão nos sólidos [-]
- $c$  - Fator relacionado à estrutura do meio poroso [-]
- $C_0$  – Parâmetro do modelo de AROUCA (2003) para permeabilidade do meio poroso [ $L^{-2}$ ]
- $C_1$  - Parâmetro do modelo de AROUCA (2003) para permeabilidade do meio poroso [ $L^{-2}$ ]
- $d$  - Distância de separação entre duas partículas [L]
- $d_c$  - Distância crítica [L]
- $d_i$  - Parâmetro geométrico da matriz porosa [L]
- $d_p$  - Diâmetro da esfera de mesmo volume da partícula [L]
- $d_{vg}$  - Diâmetro médio geométrico [L]
- $d_{\#}$  - Diâmetro médio de abertura das peneiras [L]
- $D_{0,1}$  - Diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 10% da distribuição cumulativa [L]
- $D_{0,9}$  - Diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 90% da distribuição cumulativa [L]
- $F$  – Força cisalhante [ $MLT^{-2}$ ]
- $g$  - A intensidade de campo exterior (gravidade local) [ $LT^{-2}$ ]
- $I$  - Tensor identidade [-]
- $I$  - Intensidade do feixe após a passagem pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]
- $I_0$  - Intensidade do feixe antes de passar pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]
- $I_A$  - Taxa de contagem obtida com a fonte radioativa A [ $T^{-1}$ ]
- $I_B$  - Taxa de contagem obtida com a fonte radioativa B [ $T^{-1}$ ]

$I_{AB}$  - Taxa de contagem obtida com as duas fontes radioativas juntas [ $T^{-1}$ ]

$I_{BG}$  - Taxa de contagem do background [ $T^{-1}$ ]

$k$  - Permeabilidade do meio poroso [ $L^2$ ]

$k_0$  - Parâmetro do modelo de TILLER e LEU (1980) para permeabilidade do meio poroso [-]

$l$  - Força resistiva [ $MLT^{-2}$ ]

$L$  - Altura total do sedimento [L]

$m$  – Parâmetro do modelo Power-law, designado de índice de consistência do fluido [ $MLT^{-2+n}$ ]

$m_s$  - Massa de sólidos do sedimento [M]

$m$  - Força resistiva que o fluido exerce sobre a matriz sólida [ $ML^{-2}T^{-2}$ ]

$n$  – Parâmetro do modelo Power-law designado de índice de comportamento do fluido [-]

$n'$  – Parâmetro do modelo Carreau designado de índice de comportamento do fluido [-]

$p$  - Pressão isotrópica [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$P_s$  – Pressão nos sólidos [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$T_{xx}$  – Tensão normal [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$T_{yy}$  - Tensão normal [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$T_{zz}$  - Tensão normal [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$P_a$  – Parâmetro do modelo de Tiller e Leu (1980) para pressão nos sólidos [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$p_i$  - Pressão (parte arbitrária do tensor) [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$q_s$  - Velocidade superficial dos sólidos [ $LT^{-1}$ ]

$q_f$  – Velocidade superficial do fluido [ $LT^{-1}$ ]

$r$  - Coeficiente de correlação linear [-]

$R$  - Contagem corrigida do número de pulsos que passam pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]

$R_0$  - Contagem corrigida do número de pulsos de radiação que passam pela proveta sem a presença de sólidos (branco) [ $T^{-1}$ ]

$t$  – Tempo [T]

$t$  – Tortuosidade [-]

$T_f$  - tensão exercida sobre a fase fluida [ $ML^{-2}T^{-2}$ ]

$T_i''$  - Tensão extra (parte constitutiva do tensor) [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$T_s$  – tensão exercida sobre a fase sólida [ $ML^{-2}T^{-2}$ ]

$U$  - Velocidade relativa fluido-partícula [ $LT^{-1}$ ]

$v_f$  - Velocidade intersticial do fluido [ $LT^{-1}$ ]

$v_p$  - Velocidade da partícula [ $LT^{-1}$ ]

$v_s$  - Velocidade intersticial do sólido [ $LT^{-1}$ ]

$v_{s0}$  - velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante

[ $LT^{-1}$ ]

$V_{sed}$  - Volume do sedimento [ $L^3$ ]

$v_t$  – Velocidade terminal de sedimentação da partícula [ $LT^{-1}$ ]

$v_x$  - Velocidade do fluido na direção x [ $LT^{-1}$ ]

$X$  - fração volumétrica de partículas com diâmetro menor que D [-]

$y$  - Espessura do meio físico [L]

$y$  - Distância de separação entre duas placas planas [L]

$z$  – Posição [L]

### **Letras gregas**

$\alpha$  - parâmetro do modelo de Ellis [-]

$\beta$  - Parâmetro do modelo de Tiller e Leu (1980) para pressão nos sólidos [-]

$\gamma$  - Parâmetro estrutural do modelo de Kozeni-Carman [-]

$\gamma$  - Taxa de deformação [ $T^{-1}$ ]

$\varepsilon_f$  – Porosidade [-]

$\varepsilon_s$  – Concentração volumétrica de sólidos [-]

$\varepsilon_{s0}$  – Concentração volumétrica de sólidos inicial da suspensão [-]

$\varepsilon_{sc}$  – Concentração crítica [-]

$\varepsilon_{sc}$  – Parâmetro do modelo de Tiller e Leu (1980) designado de concentração crítica [-]

$\varepsilon_{sf}$  - Concentração volumétrica de sólidos na alimentação do sedimentador [-]

$\varepsilon_{su}$  - Concentração volumétrica de sólidos de retirada da lama no sedimentador [-]

$\bar{\varepsilon}_s$  - Concentração volumétrica média de sólidos no sedimento [-]

$\eta$  - Parâmetro do modelo de Tiller e Leu (1980) para permeabilidade do meio poroso [-]

$\eta$  - Viscosidade aparente do fluido [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-1}$ ]

$\theta$  - Parâmetro função da esfericidade ( $\phi$ ) [-]

$\lambda$  - Parâmetro do modelo de Carreau referente a um tempo característico [T]

$\mu$  - Viscosidade do fluido [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-1}$ ]

$\mu_0$  - Viscosidade de deformação zero [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-1}$ ]

$\mu_\infty$  - Viscosidade de deformação infinita [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-1}$ ]

$\rho$  - densidade do meio físico [ $M \cdot L^{-3}$ ]

$\rho_f$  - Densidade do fluido [ $M \cdot L^{-3}$ ]

$\rho_s$  - Densidade do sólido [ $M \cdot L^{-3}$ ]

$\sigma$  - Coeficiente de atenuação mássico do meio físico [ $M^{-1} \cdot L^2$ ]

$\tau$  - Tempo morto [T]

$\tau$  - Tensão de cisalhamento [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$ ]

$\tau_0$  - Tensão de escoamento [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$ ]

$\tau_{xx}$  - tensão normal deviatórica [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$ ]

$\tau_{yy}$  - tensão normal deviatórica [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$ ]

$\tau_{zz}$  - tensão normal deviatórica [ $M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$ ]

$\sigma_g$  - Desvio padrão geométrico [-]

$\phi$  - Esfericidade da partícula [-]

$\varphi$  - Fator de forma dinâmico [-]

$\Omega$  - Parâmetro função da esfericidade [-]

## RESUMO

A compreensão do comportamento de materiais particulados sedimentando em fluidos que exibem características reológicas pseudoplásticas tem sido objeto de grande interesse em diversas operações industriais, tais como, nos processos exploratórios de petróleo e gás. No entanto, apesar da importância do tema, verifica-se que diversas informações quantitativas sobre o fenômeno ainda não foram satisfatoriamente documentadas empiricamente. Neste contexto, este trabalho teve como objetivo principal, obter novas informações acerca da interação e da dinâmica de um conjunto de partículas sedimentando em fluidos com comportamento reológico similar aos comumente utilizados em perfuração de poços (fluidos pseudoplásticos). Para isso, a técnica de atenuação de raios- $\gamma$  foi utilizada, permitindo o monitoramento da variação da concentração de sólidos para diferentes posições do recipiente de testes ao longo do tempo. Tal técnica possibilitou a realização de medidas indiretas mesmo em condições de elevadas concentrações de sólidos. Neste trabalho, também foram propostas equações constitutivas para pressão nos sólidos  $P(\varepsilon_s)$  e permeabilidade do meio poroso  $k(\varepsilon_s)$  para suspensões constituídas por materiais obturantes comumente adicionados nos fluidos de perfuração. As relações constitutivas propostas visam auxiliar na modelagem e simulação dos fenômenos associados a filtração com formação de reboco para as condições de estática. Os resultados obtidos neste trabalho, mostraram que os efeitos de memória quando presentes nos fluidos pseudoplásticos influenciam de forma significativa nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos, diferenciando-se consideravelmente do comportamento de suspensões sedimentando em fluidos newtonianos. Para o fluido pseudoplástico, verificou-se que a formação do sedimento ocorreu inicialmente mais rápida, quando comparado com o fluido newtoniano de viscosidade aparente similar. No entanto, a compactação final do sedimento no fluido não-newtoniano demandou um tempo maior. De maneira geral, este estudo forneceu informações relevantes sobre a sedimentação em campo gravitacional com fluidos não-newtonianos, abordando, desta forma, um assunto na literatura em que diversas questões ainda precisam ser exploradas e melhor compreendidas.

**Palavras-chave:** Fluidos pseudoplásticos, sedimentação em suspensões, técnica de atenuação de raios- $\gamma$ .

## ABSTRACT

Understanding the behavior of a suspension settling in fluids with shear thinning characteristics has been a subject of great interest in many industrial operations, such as in the exploratory processes of oil and gas. However, despite the importance of the topic, it appears that several quantitative information about the phenomenon have not yet been satisfactorily empirically documented. In this context, this study aimed to obtain new information about the interaction and dynamics of a group of particles settling in fluids with similar rheological behavior to those used in well drillings (shear thinning fluids). For this purpose, the  $\gamma$ -ray attenuation technique was used, allowing the solids concentration monitoring for different positions of the recipient along the time. This technique enabled the realization of indirect measurements even in high concentrations of solids. In this work, were also proposed constitutive equations for the pressure on the solids  $P(\varepsilon_s)$  and permeability of porous medium  $k(\varepsilon_s)$  for suspensions consisting of bridging agents, which are commonly added to drilling fluids. The constitutive relations are intended to assist in the modeling and simulation of the phenomena related to filtration with filter cake formation for the static conditions. The results of this study showed that the memory effects when present in shear thinning fluids, have a significant influence in the rates of particles settling. For the shear thinning fluid, it was also found that the sediment formation was initially faster, when compared with the newtonian fluid which had similar apparent viscosity. However, the final compaction of the sediment in the non-newtonian fluid required a longer period. Overall, this study provided relevant information for the gravitational sedimentation in non-newtonian fluids, covering this way, a subject in the literature that several issue remains to be explored and better understood.

**Keywords:** Shear thinning fluids, settling in suspensions,  $\gamma$ -ray attenuation technique.

## CAPÍTULO 1

### INTRODUÇÃO

Os desafios da perfuração de poços de petróleo em lâminas d'água profundas e ultraprofundas tem levado a indústria de petróleo a buscar novas tecnologias que otimizem os processos de perfuração, viabilizando a operação e reduzindo riscos e custos.

Nos atuais cenários exploratórios, as perfurações em poços de petróleo geralmente são realizadas pela rotação e peso de uma broca existente na extremidade de uma coluna de perfuração a qual é utilizada para fragmentar a formação rochosa. Os fragmentos das rochas perfuradas são continuamente removidos por meio dos fluidos de perfuração. Tais fluidos são injetados por bombeamento pelo interior da coluna de perfuração e retornam a superfície através da região formada entre as paredes do poço e a formação rochosa (região anular), transportando os sólidos (cascalho) gerados pela broca (Figura 1.1).

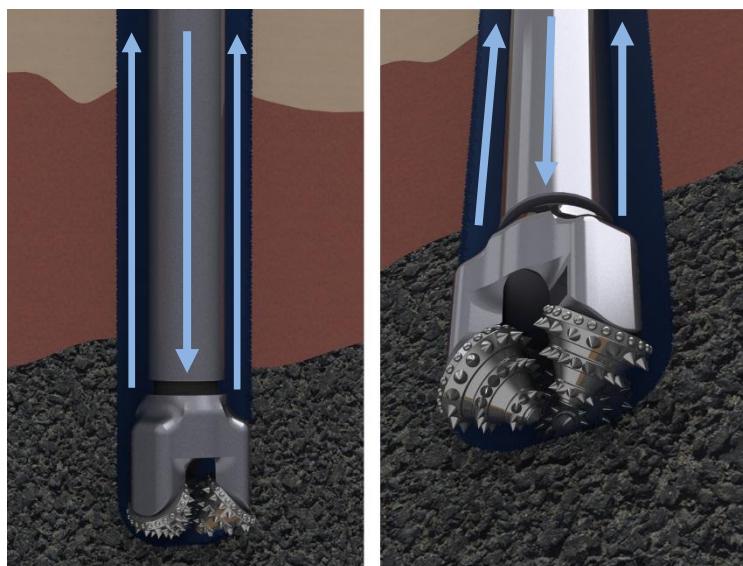


Figura 1.1 – Ilustração de uma perfuração de um poço de petróleo.

Apesar da especificidade de cada perfuração, existem algumas funções básicas que os fluidos de perfuração normalmente contemplam, por exemplo:

- Transportar os sólidos gerados pela broca até a superfície;
- Resfriar e lubrificar a broca;
- Exercer pressão fluidostática sobre as formações, de modo a evitar influxo de fluidos nativos do reservatório para o interior do poço (*kick*).

Outra função importante que os fluidos de perfuração exercem durante a etapa de perfuração de poços em rochas-reservatório é a formação do reboco. Nos casos em que os fluidos de perfuração são dotados de agentes obturantes, o influxo da parte líquida do fluido de perfuração (filtrado) para o interior da formação ocasiona a formação do reboco. O reboco tem como principal objetivo, reduzir o influxo de filtrado no reservatório. Assim, verifica-se nas operações de perfuração de poços de petróleo a ocorrência de dois tipos de processos de filtração: a filtração estática e a filtração cruzada (dinâmica), conforme mostra a Figura 1.2 (WALDMANN, 2005; ARAUJO, 2010).

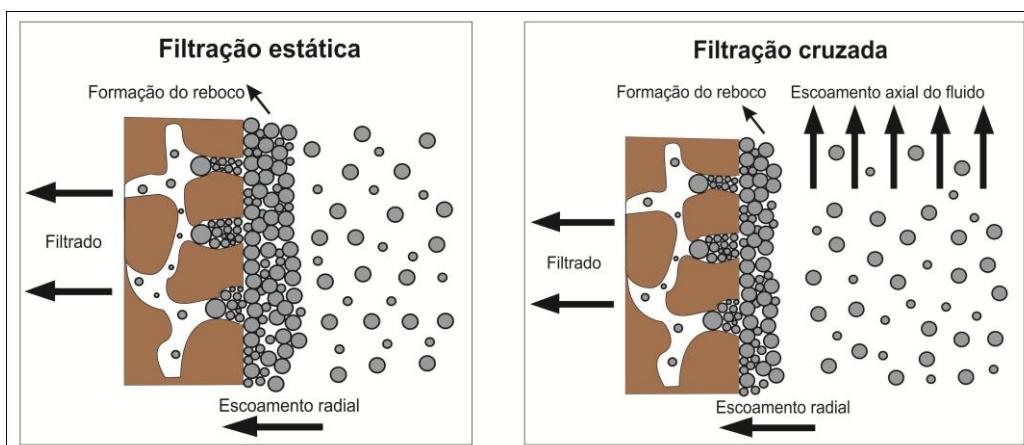


Figura 1.2 – Ilustração do processo de filtração estática e cruzada durante a etapa de perfuração de poços de petróleo.

A filtração dinâmica (ou cruzada) ocorre com o fluido de perfuração em circulação. Neste caso, quando o fluido retorna pela região anular ele movimenta em duas direções: na direção axial, retornando a superfície, e na direção radial, através do escoamento do fluido para o interior da formação rochosa por meio do processo da filtração cruzada.

A filtração estática ocorre quando o fluido de perfuração no espaço anular não está em movimento ascendente para a superfície, ou seja, durante as paradas operacionais de circulação. Neste caso, a invasão do fluido de perfuração no reservatório, ao longo do tempo, ocasiona o aumento contínuo na espessura reboco. Normalmente este aumento não é constante, as taxas de filtração reduzem com o passar do tempo devido ao crescimento da torta de filtração.

A invasão excessiva de filtrado no reservatório é um tema crítico durante os processos de perfuração de poços, ocasionando problemas como, alteração da permeabilidade original do reservatório (e a consequente redução de sua produtividade),

desmoronamento de formações hidratáveis, avaliações equivocadas de amostras dos fluidos nativos do reservatório e o aprisionamento da coluna de perfuração devido ao reboco muito espesso.

Os diferentes tamanhos das partículas que os materiais obturantes possuem, juntamente com o influxo de filtrado para o interior do reservatório, ocasionam o arraste das partículas menores ao longo da estrutura do reboco, alterando sua porosidade e permeabilidade.

A fluidodinâmica em meios porosos que exibem variação de porosidade ao longo de sua estrutura pode ser estabelecida a partir das equações da continuidade e do movimento para os constituintes da mistura, associada às equações constitutivas apropriadas (MASSARANI, 2002).

As equações constitutivas para a pressão nos sólidos [ $P(\varepsilon_s)$ ] e permeabilidade do meios poroso [ $k(\varepsilon_s)$ ], são indispensáveis para a resolução do sistema de equações diferenciais que modelam o sistema, possibilitando assim, a simulação da operação (DAMASCENO, 1992; AROUCA, 2003; AROUCA, 2007).

Tais equações constitutivas para  $P(\varepsilon_f)$  e  $k(\varepsilon_f)$  podem ser obtidas, por exemplo, através de ensaios em prensas de adensamento ou através de metodologias em que a base experimental consiste em testes de sedimentação em batelada (FRANÇA et al. 1995; DAMASCENO, 1992).

Apesar da existência na literatura destas fundamentadas técnicas, deve-se considerar que o uso de prensas de adensamento não é indicado para condições de baixas pressões (TILLER et al. 1972; ENDO e ALONSO, 2001). Além disso, nos métodos baseados em ensaios de sedimentação, verifica-se uma dificuldade experimental no levantamento dos perfis de porosidade ao longo da estrutura da matriz porosa. Por este motivo, muitas vezes as equações constitutivas não são determinadas e a hipótese simplificadora de incompressibilidade do meio poroso é utilizada, o que nem sempre é satisfatório.

Neste contexto, torna-se claro o interesse na determinação e análise das relações constitutivas relativas a permeabilidade e a pressão nos sólidos para carbonatos comumente adicionados aos fluidos de perfuração. Tais equações permitem a representação do fenômeno contemplando os efeitos de compressão do meio poroso,

descrevendo assim o processo de filtração de forma mais próxima das situações operacionais reais.

A capacidade de manter os sólidos em suspensão no espaço anular durante paradas operacionais de circulação é outra função que os fluidos de perfuração normalmente contemplam.

Durante os processos de perfuração de poços de petróleo, paradas operacionais ocorrem com frequência. Nestas situações, o bombeamento do fluido de perfuração é cessado e, com isso, as partículas que estavam em movimento ascendente para a superfície passam a sedimentar através do espaço anular. Segundo Gandelman e Pinto (2009), a sedimentação de uma grande quantidade de materiais particulados pode causar problemas operacionais, tais como:

a) prisão de coluna, ou seja, se uma grande quantidade de sólidos sedimentar sobre a broca e estabilizadores, o torque e o arraste podem aumentar a níveis que impeçam a retirada da coluna.

b) aumento de pressão anular, ou seja, o acúmulo de sólidos no espaço anular aumenta a pressão fluidostática sentida no fundo do poço.

A compreensão de como as partículas sedimentam em fluidos de perfuração durante paradas operacionais de circulação permite auxiliar na previsão da variação da concentração de sólidos no poço e, com isso, evitar problemas operacionais.

Com a obtenção de resultados experimentais relacionados à dinâmica de suspensões constituídas por fluidos com características reológicas similares aos comumente utilizados em perfurações (fluidos pseudoplásticos), é possível, por exemplo, validar hipóteses associadas à modelagem e simulação durante paradas operacionais de circulação em poços de petróleo.

Apesar da importância relacionada ao tema, verifica-se na literatura que grande parte dos estudos relacionados à sedimentação gravitacional de partículas em fluidos pseudoplásticos restringe-se ao comportamento com partículas isoladas (CHHABRA, 2007; SHAH et al. 2007) ou com poucas partículas (GHEISSARY e van den BRULE, 1996; DAUGAN, 2002a; DAUGAN, 2002b; GUESLIN et al. 2006; EISENBERG et al. 2013).

Informações de suspensões sedimentando em fluidos pseudoplásticos existem na literatura em uma quantidade bem menor. Os principais trabalhos mostram que as partículas aglomeram-se, formando colunas ao longo do recipiente. Tal fenômeno foi verificado tanto nos fluidos pseudoplásticos com efeitos elásticos (ALLEN e UHLHERR, 1989; JOSEPH et al. 1994; BOBROFF e PHILIPS, 1998; YU et al. 2006) quanto nos fluidos pseudoplásticos com fracos efeitos elásticos, mas com presença de tixotropia (DAUGAN et al. 2004; MORA et al. 2005).

A ocorrência do fenômeno de formação de colunas ocasiona um grande impacto na sedimentação dos sólidos, podendo ocorrer o aumento nas taxas de sedimentação das partículas com o aumento da concentração local de sólidos, ou seja, o oposto do que acontece em fluidos newtonianos. (PHILIPS e TALINI, 2007; PHILIPS, 2010; VISHNAMPET e SAINTILLAN, 2012).

Apesar destes trabalhos mencionados terem fornecido informações relevantes sobre o assunto, estes estudos deixaram diversas questões sobre o fenômeno para serem exploradas e melhor compreendidas. Além disso, observa-se que os trabalhos mencionados não forneceram informações para a região de formação de sedimento. Por este motivo, não se tem um conhecimento empírico satisfatório sobre o comportamento das partículas em tal região.

A dificuldade em estudar de maneira quantitativa o fenômeno de sedimentação em condições de elevada concentração de sólidos (como acontece nas regiões de formação de sedimento), está relacionada a inviabilidade do uso de procedimentos de amostragem por alíquotas (que interferem e perturbam o sistema) e também na dificuldade em realizar medidas indiretas de porosidade local.

As medidas indiretas, quando realizadas em sistemas sólido-líquido de baixa porosidade geralmente exigem a utilização de ondas eletromagnéticas de elevadas energias, como os raios- $\gamma$ . Estes tipos de ondas possuem um elevado poder de penetração em meios físicos e, por isso, alcançam o sistema de detecção, tornando possível a realização de medidas indiretas de concentrações.

Dentro deste contexto, este trabalho estudou o comportamento de suspensões sedimentando em fluidos não-newtonianos com características reológicas pseudoplásticas. A técnica de atenuação de raios- $\gamma$  utilizada neste estudo permitiu o monitoramento da variação da concentração de sólidos para diferentes posições ao

longo do tempo, realizando medidas indiretas sob diferentes condições de porosidade da suspensão.

Os experimentos realizados avaliaram os efeitos da reologia do fluido na dinâmica das partículas, assim como, os efeitos de concentração dos materiais particulados utilizados. Para isso, foram utilizados fluidos newtonianos (soluções de glicerina), fluidos pseudoplásticos com efeitos dependentes do tempo (soluções de goma xantana) e fluidos com baixo grau de pseudoplasticidade e fracos efeitos de dependência com o tempo (soluções de carboximetilcelulose). Desta maneira, foi possível analisar os diferentes comportamentos existentes entre a sedimentação dos materiais particulados em fluidos newtonianos e não-newtonianos.

Além disso, equações constitutivas para pressão nos sólidos  $P(\varepsilon_s)$  e permeabilidade  $k(\varepsilon_s)$  do meio poroso também foram propostas para suspensões constituídas por materiais obturantes comumente adicionados nos fluidos de perfuração. As relações constitutivas propostas visam auxiliar na modelagem e simulação dos processos de filtração com formação de reboco para as condições de estática.

Por fim, vale ressaltar que os resultados empíricos obtidos pelo presente trabalho não estão relacionados apenas aos processos exploratórios de petróleo e gás. Conforme mencionado por Eisenberg et al. (2013), a sedimentação de suspensões em fluidos pseudoplásticos tem sido objeto de grande interesse também nas operações relacionadas ao processamento de alimentos e na análise e separação de biopartículas.

A estrutura desta tese está dividida em cinco capítulos. O Capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica sobre fluidos não-newtonianos e também sobre os trabalhos considerados mais relevantes sobre a sedimentação. O Capítulo 3 descreve os procedimentos adotados para a realização dos ensaios experimentais, bem como os materiais e as metodologias utilizadas. No Capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados experimentais obtidos neste trabalho. No capítulo 5 são informadas as principais conclusões obtidas, assim como, algumas sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo serão apresentadas algumas informações relevantes sobre a reologia de fluidos não-newtonianos. Em seguida, serão apresentadas pesquisas relacionadas à sedimentação gravitacional e suas aplicações na descrição de processos de separação sólido-líquido, tais como, a filtração e o espessamento.

#### 2.1 Reologia de fluidos newtonianos

Considere duas placas paralelas, cada uma com área  $A$ , e separadas por uma distância ( $dy$ ). No espaço entre elas existe uma camada de um fluido, conforme ilustrado pela Figura 2.1. A placa superior se move pela ação de uma força cisalhante ( $F$ ) e o sistema encontra-se em estado estacionário.

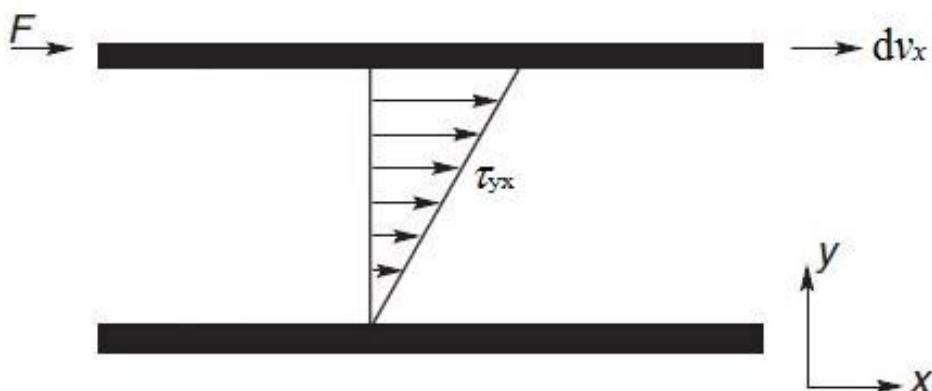


Figura 2.1 - Ilustração de um escoamento unidirecional (adaptada de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

Para um fluido newtoniano, tem-se uma relação de proporcionalidade direta entre a tensão de cisalhamento ( $\tau_{yx}$ ) e a taxa de deformação ( $\gamma_{yx}$ ). Nesta situação, pode-se demonstrar que a taxa de deformação também pode ser expressa como o gradiente de velocidade na direção perpendicular à força cisalhante, que para a situação apresentada é estabelecida pela razão entre o diferencial da velocidade ( $dv_x$ ) e o diferencial da espessura do fluido ( $dy$ ) (CHHABRA, 2007):

$$\frac{F}{A} = \tau_{yx} = \mu \frac{dv_x}{dy} = \mu \gamma_{yx} \quad (2.1)$$

na Equação (2.1)  $\mu$  é uma constante de proporcionalidade denominada de viscosidade newtoniana, viscosidade de cisalhamento, viscosidade dinâmica, ou simplesmente

viscosidade. A viscosidade é uma propriedade termodinâmica, e, por isso, independe da taxa de deformação ou da tensão de cisalhamento sob as quais o fluido está submetido, no entanto, pode ser afetada pela pressão e temperatura (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

Os gráficos que relacionam a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação são denominados de curvas de escoamento ou reogramas. Para um fluido newtoniano, são retas que partem da origem com inclinação “ $\mu$ .”

A Equação (2.1) representa o caso mais simples em que o vetor velocidade possui apenas uma componente (na direção  $x$ ) e varia na direção  $y$ . Quando estas condições estão estabelecidas, diz-se que o escoamento está submetido a um cisalhamento simples (*simple shear*).

Para situações mais complexas, em que o escoamento ocorre nas três direções, têm-se tensões normais e de cisalhamento adicionais envolvidas no sistema (como mostrado na Figura 2.2). Por este motivo, expressões semelhantes a Equação (2.1) são necessárias para os demais componentes do tensor tensão. Por exemplo, pode-se expressar o caso mais geral de um fluido newtoniano escoando na direção  $x$  (área com orientação normal a direção  $y$ ) da seguinte forma:

$$\tau_{xx} = -2\mu \frac{\partial v_x}{\partial x} + \frac{2}{3}\mu \left( \frac{\partial v_x}{\partial x} + \frac{\partial v_y}{\partial y} + \frac{\partial v_z}{\partial z} \right) \quad (2.2)$$

$$\tau_{xy} = -\mu \left( \frac{\partial v_x}{\partial y} + \frac{\partial v_y}{\partial x} \right) \quad (2.3)$$

$$\tau_{xz} = -\mu \left( \frac{\partial v_x}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial x} \right) \quad (2.4)$$

Expressões similares podem ser obtidas para as direções  $y$  e  $z$ . Ao todo são nove componentes que descrevem completamente o campo de tensões em um fluido newtoniano em escoamento (Figura 2.2).

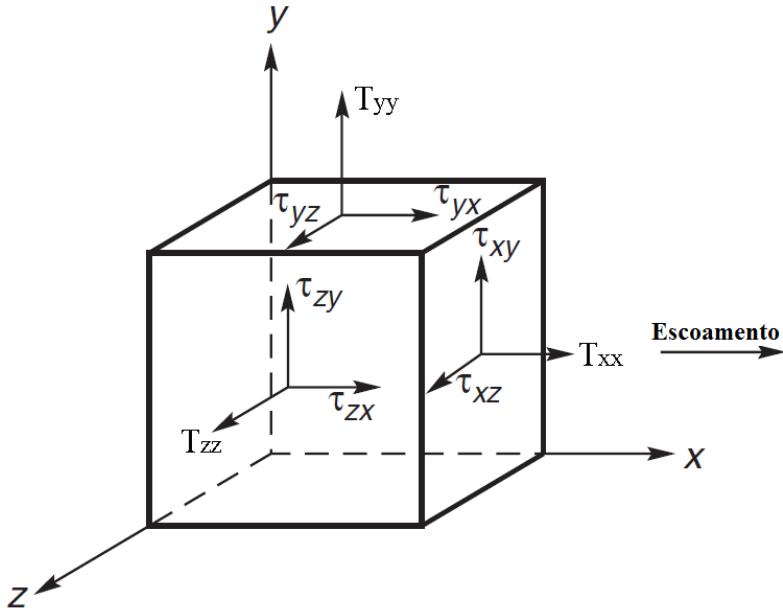


Figura 2.2 – Componentes de tensão em um escoamento tridimensional (adaptada de CHHABRA; RICHARDSON, 2008)

No caso das tensões normais ( $T_{yy}$ ,  $T_{zz}$  e  $T_{xx}$ ), estas são constituídas por duas componentes: a pressão isotrópica ( $p$ ) e a contribuição devido ao escoamento ( $\tau_{xx}$ ,  $\tau_{yy}$ ,  $\tau_{zz}$ ):

$$T_{xx} = p + \tau_{xx} \quad (2.5)$$

$$T_{yy} = p + \tau_{yy} \quad (2.6)$$

$$T_{zz} = p + \tau_{zz} \quad (2.7)$$

em que  $\tau_{xx}$ ,  $\tau_{yy}$ ,  $\tau_{zz}$  são denominadas de tensões normais deviatóricas para os fluidos newtonianos e como tensões extras para fluidos não-newtonianos. Para um fluido newtoniano incompressível, a pressão isotrópica pode ser estabelecida como:

$$p = \frac{1}{3}(T_{xx} + T_{yy} + T_{zz}) \quad (2.8)$$

Ao substituir as Equações (2.5) a (2.7) em (2.8) tem-se:

$$\tau_{xx} + \tau_{yy} + \tau_{zz} = 0 \quad (2.9)$$

Assim, um fluido newtoniano deve possuir viscosidade constante (para diferentes taxas de deformação aplicadas ao fluido) e também satisfazer a condição da Equação (2.9) em um cisalhamento simples. Neste contexto, torna-se interessante mencionar a

classe de fluidos denominada de fluidos de Boger. Tais fluidos apresentam viscosidade aproximadamente constante (para uma determinada faixa de taxa de deformação), e, apesar disso, são classificados como não-newtonianos, por apresentarem tensões normais que não obedecem a Equação (2.9) (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

## 2.2 Fluidos não-newtonianos

Para os fluidos em que a curva de escoamento segue uma tendência não linear ou mesmo, uma tendência linear que não passa pela origem, verifica-se, neste caso, que a viscosidade não segue um valor constante para uma determinada temperatura e pressão. Para estes fluidos, chamados de fluidos não-newtonianos, o valor da viscosidade depende, por exemplo, das condições de escoamento do fluido, do tempo de cisalhamento ou da história cinemática da amostra. Assim, seja a equação,

$$\tau_{yx} = \eta \gamma_{yx} \quad (2.10)$$

em que  $\eta$  é a viscosidade aparente, uma função da temperatura, da pressão, da taxa de deformação e do tempo.

Dentro deste contexto, de acordo com suas características particulares, os fluidos não-newtonianos são comumente classificados em três categorias gerais (CHHABRA, 2007):

- a) Fluidos puramente viscosos, com viscosidade aparente independente do tempo, ou newtonianos generalizados. Nestes fluidos a taxa de deformação em um determinado ponto dependente exclusivamente da tensão de cisalhamento aplicada naquele ponto e naquele instante (ou vice-versa).
- b) Fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo, materiais em que a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação depende também de fatores como a duração em que o cisalhamento é imposto ou mesmo a trajetória percorrida pelo fluido anteriormente.
- c) Fluidos viscoelásticos, materiais que exibem características combinadas de um sólido elástico e um fluido viscoso, demonstrando desta forma uma recuperação elástica parcial, após a deformação.

Apesar desta classificação ser comumente adotada, pode-se observar que a grande maioria dos materiais exibe uma combinação de dois ou mesmo dos três tipos de

características não-newtonianas mencionadas acima. Tais fluidos são usualmente designados como fluidos complexos, apesar da denominação geral de “não-newtoniano” também referenciá-los corretamente (SOCHI, 2010).

### 2.2.1 Fluidos newtonianos generalizados

São denominados de fluidos newtonianos generalizados aqueles em que a viscosidade aparente não está relacionada com a duração do cisalhamento. Desta maneira, em um cisalhamento simples, esta classe de fluido pode ser representada por uma relação constitutiva da seguinte forma (CHHABRA, 2007):

$$\tau_{yx} = f(\gamma_{yx}) \quad (2.11)$$

ou, em sua forma inversa,

$$\gamma_{yx} = g(\tau_{yx}) \quad (2.12)$$

As Equações (2.11) e (2.12) estabelecem que o valor da taxa de deformação em qualquer ponto do fluido pode ser determinado exclusivamente pela tensão de cisalhamento (ou vice-versa). Dependendo da forma em que as Equações (2.11) e (2.12) se encontram, os fluidos newtonianos generalizados podem ser subdivididos em três tipos: pseudoplásticos, viscoplásticos ou dilatantes.

Na Figura 2.3 são ilustrados alguns exemplos do comportamento de fluidos independentes do tempo em um diagrama de tensão cisalhamento em função da taxa de deformação.

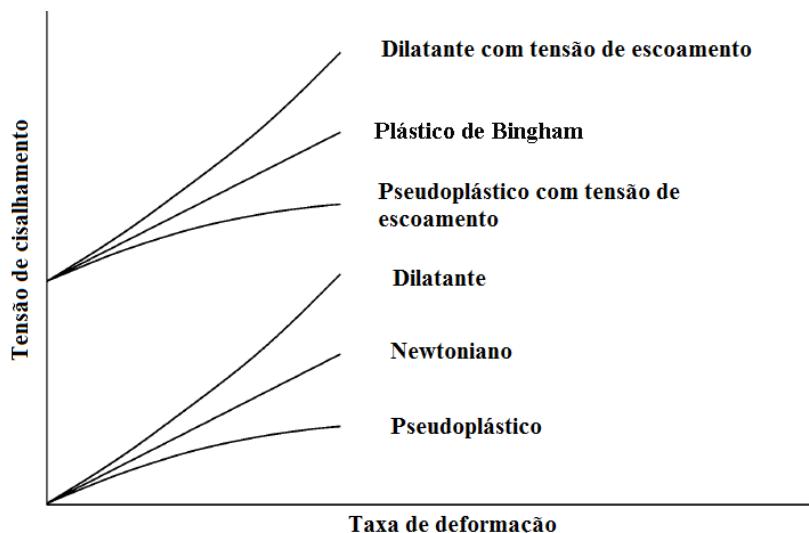


Figura 2.3 – Curva de escoamento representando os seis principais tipos de fluido em que a viscosidade aparente não é dependente do tempo (adaptado de SOCHI, 2010).

### 2.2.1.1 Fluidos pseudoplásticos

Praticamente todas as soluções poliméricas exibem características de fluidos não-newtonianos pseudoplásticos. No entanto, tal comportamento costuma ser verificado somente em determinadas condições. Para elevadas e baixas taxas de deformação sob a qual o fluido está submetido, verifica-se que tais substâncias apresentam comportamento newtoniano. Desta forma, as soluções poliméricas podem exibir tendências assintóticas em um gráfico de viscosidade aparente em função da taxa de deformação (Figura 2.4). Nestas situações, os valores para a viscosidade são conhecidos como viscosidade de deformação zero, “ $\mu_0$ ” (para baixas taxas de deformação) e viscosidade de deformação infinita, “ $\mu_\infty$ ” (para elevadas taxas de deformação) (CHHABRA, 2007; LARUCCIA, 1990).

A Figura 2.4 ilustra o comportamento típico de uma solução polimérica na escala log-log, na qual são mostradas as regiões em que o fluido exibe comportamento newtoniano e a região em que o fluido apresenta características reológicas pseudoplásticas.

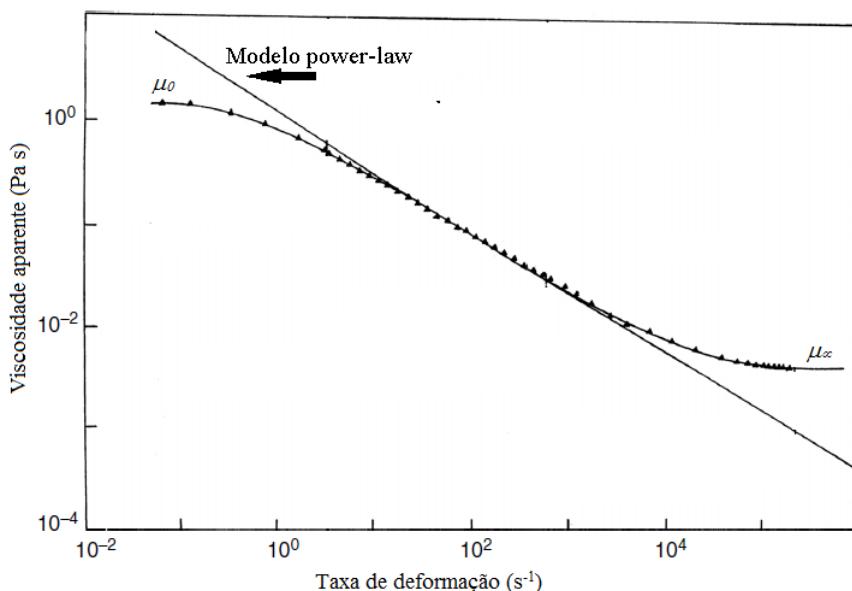


Figura 2.4 – Ilustração da variação da viscosidade aparente com a taxa de deformação para uma solução polimérica (adaptado de CHHABRA, 2007).

Diversas expressões foram propostas na literatura para expressar matematicamente as características pseudoplásticas dos fluidos. Neste texto, serão comentadas apenas alguns modelos comumente utilizados: *Power-law*, *Ellis* e *Carreau*.

#### A equação de Ostwald de Waele ou *Power-law*

A equação para fluidos com viscosidade aparente independente do tempo denominada de Ostwald de Waele ou *Power-law* (lei de potências) tem sido amplamente utilizada em diversos estudos de engenharia, destacando como grande vantagem a sua simplicidade. Apresentando apenas dois parâmetros ( $m, n$ ), tal equação pode ser expressa pela seguinte relação (BIRD et al. 1987):

$$\tau_{yx} = m(\gamma_{yx})^n \quad (2.13)$$

cuja viscosidade aparente ( $\eta$ ) é dada por

$$\eta = m(\gamma_{yx})^{n-1} \quad (2.14)$$

em que  $m$  (Pa·s<sup>n</sup>) é o índice de consistência e  $n$  (parâmetro adimensional) é o índice de comportamento do fluido. Para  $n < 1$ , o fluido exibe propriedades pseudoplásticas, para  $n = 1$ , o fluido apresenta comportamento newtoniano e para  $n > 1$ , o fluido apresenta comportamento dilatante (a viscosidade aparente aumenta com o aumento da taxa de deformação). Desta maneira, quanto menor for o índice de comportamento do fluido ( $n$ ), maior será o seu grau de pseudoplasticidade.

Apesar de suas vantagens, a equação de Ostwald de Waele possui algumas limitações. Por exemplo, o ajuste não descreve a viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) e a viscosidade de deformação infinita, ( $\mu_\infty$ ) quando estas estão presentes nos fluidos. Além disso, conforme visto, a dimensão do parâmetro  $m$  depende do valor numérico de “ $n$ ”. Portanto, a utilização da equação da lei de potências para avaliar o comportamento de fluidos pseudoplásticos, não deve ser feita comparando os valores do parâmetro  $m$  quando os fluidos possuírem valores de  $n$  distintos. Por outro lado, o parâmetro “ $m$ ” indica o valor da viscosidade aparente quando a taxa de deformação possui seu valor numérico unitário (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

### **A equação de Ellis**

A equação de três parâmetros de Ellis descreve o comportamento dos fluidos newtonianos generalizados, classificados como pseudoplásticos. Tal ajuste costuma ser indicado como uma forma alternativa ao uso da equação *Power-law*. Nas situações em que os resultados experimentais não se ajustam adequadamente ao ajuste *power-law* para as condições de baixas taxas de deformação (região em que o fluido possui

comportamento newtoniano,  $\mu_0$ ) indica-se utilizar o ajuste de Ellis (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

De acordo com a equação de Ellis, em um cisalhamento simples, a viscosidade aparente pode ser expressa como:

$$\eta = \frac{\mu_0}{1 + \left( \frac{\tau_{yx}}{\tau_{1/2}} \right)^{\alpha-1}} \quad (2.15)$$

em que  $\mu_0$  é a viscosidade de deformação zero e as constantes  $\alpha$  e  $\tau_{1/2}$  são parâmetros do modelo. O parâmetro  $\alpha$  é uma medida do grau de pseudoplasticidade do fluido e o parâmetro  $\tau_{1/2}$  representa o valor da tensão de cisalhamento quando a viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) é reduzida para a metade de seu valor.

Segundo Sochi (2010), o parâmetro  $\alpha$  está relacionado com o índice de comportamento ( $n$ ) do modelo Power-law da seguinte forma,

$$\alpha = \frac{1}{n} \quad (2.16)$$

### A equação de Carreau

Para as situações em que os resultados experimentais não se ajustam adequadamente ao ajuste *Power-law* para as condições de elevadas e baixas taxas de deformação (região em que o fluido possui comportamento newtoniano,  $\mu_0$  e  $\mu_\infty$ ) indica-se utilizar o modelo de Carreau. Para um cisalhamento simples tal modelo é representado pela seguinte equação (CHHABRA e RICHARDSON, 2008):

$$\frac{\eta - \mu_\infty}{\mu_0 - \mu_\infty} = \left[ 1 + (\lambda \gamma_{yx})^2 \right]^{(n'-1)/2} \quad (2.17)$$

em que  $\lambda$  e  $n'$  são parâmetros de ajuste. O parâmetro  $n'$  indica o índice de comportamento do fluido e o parâmetro  $\lambda$  é um tempo característico.

A equação de Carreau descreve o comportamento de fluidos pseudoplásticos em uma ampla faixa de taxas de deformação, abrangendo o comportamento newtoniano referente a viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) e a viscosidade de deformação infinita ( $\mu_\infty$ ), para as situações em que tais viscosidades estão presentes no fluido (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

### **2.2.1.2 Fluidos viscoplásticos**

Os fluidos viscoplásticos caracterizam-se por apresentarem tensões limites de escoamento ( $\tau_0$ ). Desta forma, quando a tensão externa aplicada é menor que a tensão de escoamento, o material comporta-se como um sólido elástico. Para as situações em que as tensões cisalhantes aplicadas ao material atingem a tensão de escoamento se estabelece o escoamento do fluido (BIRD et al. 1987).

Segundo Chhabra (2007), o fenômeno de viscoplasticidade pode ser entendido ao imaginar que o material em repouso consiste de uma estrutura tridimensional suficientemente rígida para resistir a qualquer tensão menor que  $\tau_0$ . Para valores de tensão maiores que a tensão de escoamento, tal estrutura tridimensional desintegra-se e o material comporta-se como um fluido viscoso.

Diversas expressões empíricas foram propostas na literatura para representar o comportamento de fluidos viscoplásticos, mas o ajuste de Herschel-Bulkley é um dos mais utilizados.

#### **A equação de Herschel-Bulkley**

A equação de Herschel-Bulkley (Equação 2.18) apesar de sua simplicidade pode descrever o comportamento de fluidos newtonianos e de diversos tipos de fluidos newtonianos generalizados, incluindo os fluidos viscoplásticos (SOCHI, 2010):

$$\tau_{yx} = \tau_0 + m(\gamma_{yx})^n \quad (2.18)$$

em que  $\tau_0$ ,  $m$  e  $n$  são parâmetros do modelo relacionados respectivamente a tensão de escoamento, ao índice de consistência e ao índice de comportamento do fluido. O ajuste de Herschel-Bulkley reduz-se ao modelo Power-law quando  $\tau_0=0$  e também reduz-se a lei da viscosidade de Newton quando  $\tau_0=0$  e  $n=1$ .

### **2.2.2 Fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo**

As características reológicas de alguns fluidos em escoamento muitas vezes não são totalmente descritas por simples equações que relacionam a viscosidade aparente (ou a tensão de cisalhamento) apenas com a taxa de deformação (como as apresentadas pelos ajustes da lei de potência, de Ellis e de Carreau). Para diversos materiais utilizados

nas indústrias, verifica-se que a viscosidade aparente depende tanto da taxa de deformação como do tempo em que o cisalhamento foi imposto (CHHABRA, 2007).

De acordo com Chhabra e Richardson (2008) nos fluidos denominados de dependentes do tempo, ocorre a redução gradual na variação da viscosidade aparente quando estes são submetidos a uma taxa de deformação constante. Neste caso, a quantidade de ligações estruturais do fluido disponíveis diminuem com o passar do tempo devido à quebra da estrutura. Ao mesmo tempo, a taxa reestruturação das ligações aumenta e, com isso, após certo tempo alcança-se um estado de equilíbrio dinâmico entre a quebra das ligações estruturais e a formação da estrutura e, como consequência, a viscosidade aparente do fluido torna-se constante após certo tempo.

Sochi (2010) menciona que existem diversas controvérsias sobre os detalhes das mudanças reversíveis que ocorre na estrutura dos fluidos dependentes do tempo. Segundo o autor, a teoria sobre estes fluidos ainda não foi totalmente estabelecida e satisfatoriamente desenvolvida.

### **2.2.2.1 A tixotropia e reopexia**

Os fluidos em que a viscosidade aparente é dependente do tempo podem ser divididos em duas categorias: os tixotrópicos e os reopéticos.

A tixotropia é um fenômeno que caracteriza-se pela redução na viscosidade aparente com o tempo ao submeter o fluido a uma taxa de deformação constante (após a amostra ser previamente deixada em repouso). Desta forma, após o cisalhamento aplicado ao fluido ser cessado, verifica-se a recuperação (aumento) da viscosidade aparente com o tempo. Denomina-se de reopexia quando o fluido exibe um comportamento inverso à tixotropia (MALKIN, 1994; MEWIS e WAGNER, 2009).

Segundo Sochi (2010), existe um consenso geral na comunidade científica de que as características reológicas associadas à tixotropia ou à reopexia estão relacionadas as reversíveis mudanças na estrutura interna do fluido durante os processos de escoamento.

Segundo Mewis e Wagner (2009), na literatura existem diversos trabalhos que apresentam a definição de tixotropia de maneira equivocada. O autor, desta forma, estabeleceu os elementos essenciais para a definição de um fluido tixotrópico:

- 1) a definição deve estar baseada na viscosidade;

- 2) no início do escoamento de um material tixotrópico (previamente deixado em repouso) verifica-se a redução da viscosidade aparente ao longo do tempo;
- 3) o efeito de redução é reversível quando o escoamento do fluido é reduzido ou o mesmo passa a encontrar-se em repouso.

De acordo com Mewis e Wagner (2009), o uso da expressão “dependência do tempo” (também chamada de “memória”) não tem sido utilizada apenas na definição dos fluidos tixotrópicos. Utiliza-se tal termo para fazer referência a alguns tipos de comportamentos presentes em fluidos viscoelásticos, tais como tensão de relaxação e diferenças normais de tensão.

### **2.2.3 A tixotropia e a viscoelasticidade**

A tixotropia e a viscoelasticidade são fenômenos exibidos por materiais que se caracterizam por apresentarem efeitos relacionados ao tempo e também a história do cisalhamento a qual a amostra foi submetida. Nestas classes de fluidos, verifica-se comumente comportamentos como pseudoplasticidade, histerese e picos de tensão (ao se iniciar um experimento). Por apresentarem estes comportamentos similares, alguns autores não recomendam definir a natureza tixotrópica de uma amostra por meio de análises envolvendo tais características (DULLAERT e MEWIS, 2005; SUETSUGU e WHITE, 1984).

De acordo com Sochi (2010), a teoria matemática da viscoelasticidade tem sido desenvolvida ao longo dos anos de forma que sua compreensão está bem fundamentada (principalmente na abordagem associada à mecânica do contínuo). No caso da teoria envolvendo a tixotropia e a reopexia poucos trabalhos foram publicados relativos à descrição matemática do fenômeno. Dentre as razões existentes para isto, pode-se apontar a falta de um embasamento consistente para descrever o comportamento dinâmico de um fluido tixotrópico. O autor também menciona sobre a dificuldade na obtenção de equipamentos que caracterizem os materiais tixotrópicos com precisão, ocasionando desta forma, uma escassez de resultados experimentais sobre estes fluidos. Para Sochi (2010), estes são os principais motivos de grande parte dos estudos relacionados ao escoamento de fluidos tixotrópicos ou reopéticos não incorporarem na modelagem as equações constitutivas contemplando os efeitos de dependência do tempo.

Malkin (1994) explica que qualquer efeito de dependência do tempo presente em um fluido está relacionado as diversas transformações presentes na estrutura do material e de sua cinética no processo de restauração desta estrutura. Neste ponto de vista, o comportamento viscoelástico deveria ser considerado como um tipo de efeito tixotrópico. No entanto, a abordagem sobre os fenômenos viscoelásticos tem sido tratada como um fenômeno independente dos fluidos classificados como dependentes do tempo (tixotrópicos e reopéticos). Como a tixotropia está associada a quebra e a reestruturação do material, verifica-se que a teoria para avaliação dos efeitos viscoelásticos foi desenvolvida de forma independente das análises estruturais dos materiais.

Para Malkin (1994), a teoria envolvendo os fluidos classificados como dependentes do tempo ainda não foi muito bem difundida e, por isso, os efeitos tixotrópicos ou reopéticos quando presentes nos fluidos são frequentemente confundidos com os efeitos viscoelásticos.

Sabe-se que em pelo menos algumas situações os fenômenos de tixotropia e viscoelasticidade estão intimamente relacionados um com o outro. Desta forma, materiais tixotrópicos podem ou não exibir características viscoelásticas (MEWIS e WAGNER, 2009; MALKIN, 1994).

Nos dias atuais, verifica-se na literatura científica diversas técnicas para caracterizar materiais com presença de tixotropia ou viscoelasticidade em fluidos com comportamento não-newtoniano. Algumas técnicas comumente utilizadas, foram utilizadas neste trabalho e estão mencionadas no Capítulo 3 (MATERIAS E MÉTODOS).

## **2.3 A história da sedimentação**

A sedimentação é o processo de deposição de material sólido suspenso em um fluido devido a ação de uma força de campo.

Este fenômeno tem uma grande importância em diversos processos relacionados à indústria química e de mineração, e, por isso, o comportamento de partículas sedimentando em um meio fluido tem sido bastante estudado ao longo dos anos (BUSTOS et al. 1999).

O estudo da sedimentação de partículas tem como ponto de partida, o trabalho de Stokes em 1851. O autor considerou o movimento lento de uma partícula isolada em um fluido e derivou sua famosa expressão para a força de arraste que atua sobre uma partícula esférica e rígida movimentando em um fluido com características isotrópicas e comportamento newtoniano. A partir da expressão proposta por Stokes, foi possível, por exemplo, estimar a velocidade terminal de partículas esféricas isoladas.

Estudos relacionados à descrição dos mecanismos existentes nos processos de separação sólido-líquido baseado em ensaios de sedimentação em provetas iniciaram-se apenas em 1916 com Coe e Clevenger. Os autores foram os primeiros a propor uma metodologia para auxiliar no projeto de um sedimentador industrial contínuo utilizando testes de sedimentação em batelada. Desta forma, os ensaios de sedimentação em provetas deviam estar compreendidos entre a faixa de concentração de sólidos de alimentação no sedimentador ( $\varepsilon_{sf}$ ) e a faixa de concentração de retirada da lama ( $\varepsilon_{su}$ ). Em cada teste deve-se obter a velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante ( $v_{s0}$ ). Desta maneira, a seguinte expressão foi desenvolvida para determinar a capacidade do sedimentador,

$$q_s = \frac{v_{s0}}{\frac{1}{\varepsilon_{s0}} - \frac{1}{\varepsilon_{su}}} \quad (2.19)$$

em que  $q_s$  é a velocidade superficial de sólidos alimentados em um sedimentador e  $e_{su}$  é a concentração de lama desejada.

Vale ressaltar que o menor fluxo obtido para cada ensaio de proveta deve ser adotado como o valor para o projeto do sedimentador. A velocidade de sedimentação de partículas ( $v_{s0}$ ) é obtida a partir da queda da interface superior em função do tempo para um ensaio em batelada com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}$ .

No trabalho de Coe e Clevenger (1916), os autores também identificaram que após a homogeneização da suspensão, pelo menos momentaneamente, a concentração de sólidos permanece igual por todo volume da proveta de teste. Assim, após certo tempo, a estrutura da suspensão assume quatro regiões distintas de sedimentação, conforme descrito pela Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Regiões existentes durante o fenômeno de sedimentação segundo Coe e Clevenger (1916).

Nomenclatura	Descrição
Líquido clarificado	Região em que a concentração de sólidos é próxima de zero.
Região de concentração constante	Região em que a concentração de sólidos é a mesma que a concentração inicial.
Região de transição	Região em que a concentração de sólidos diminui gradativamente da base da proveta até o topo, variando entre a concentração inicial da suspensão e a concentração de sólidos na região de compressão.
Região de compressão	Região de formação de sedimento em que ocorre a sobreposição de umas partículas sobre as outras. Nesta região as partículas maiores alcançam a base do recipiente mais rapidamente e após certo tempo as partículas menores preenchem os interstícios vazios existentes entre as partículas maiores, aumentando a concentração do sedimento formado ao longo do tempo até chegar a uma condição final de estabilidade.

Comings (1940), utilizando um protótipo de um sedimentador contínuo, avaliou a metodologia proposta por Coe e Clevenger (1916). Os resultados mostraram que a metodologia alcançava resultados satisfatórios apenas nas situações em que os sedimentos formados possuíam baixo grau de compressibilidade.

Em 1952, Kynch desenvolveu o primeiro trabalho a abordar a sedimentação teoricamente. O processo de sedimentação foi descrito a partir da equação da continuidade para o constituinte sólido, sem conhecer os detalhes das forças sobre as partículas.

A teoria previa a existência de uma interface superior. O movimento descendente desta interface, juntamente com o conhecimento da distribuição inicial de partículas, era suficiente para determinar a variação da velocidade de queda das partículas como função da concentração para uma suspensão em particular.

O equacionamento de tal modelo para descrever a sedimentação utilizou das seguintes hipóteses simplificadoras:

- a) Todas as partículas são pequenas, do mesmo tamanho, forma e densidade.
- b) O sólido e o fluido na mistura são incompressíveis.
- c) A velocidade relativa entre o sólido e o fluido na mistura é uma função apenas da concentração local de sólidos ( $\varepsilon_s$ ).
- d) A concentração de partículas é constante para qualquer camada horizontal da coluna.
- e) Para  $t=0$ , a suspensão possui a mesma concentração inicial de sólidos ( $\varepsilon_{s0}$ ) ao longo de toda a altura da coluna de suspensão.
- f) Na base da proveta de testes, existe um contínuo e rápido aumento da concentração de sólidos de  $\varepsilon_{s0}$  até a concentração máxima do sedimento  $\varepsilon_{sm}$  (concentração final).

O modelo de Kynch (1952) representa o fenômeno de sedimentação de forma incompleta. A interface descendente não é descrita matematicamente, sendo portanto necessário sua obtenção de forma empírica. A interface ascendente é prevista por meio das linhas (ou curvas) de equi-concentração, conforme mostrado na Figura 2.5. Desta forma, a teoria descreve somente a propagação de ondas de mesma concentração com velocidade  $V_k(\varepsilon_s)$ , que se propagam do fundo do recipiente até a interface clarificada.

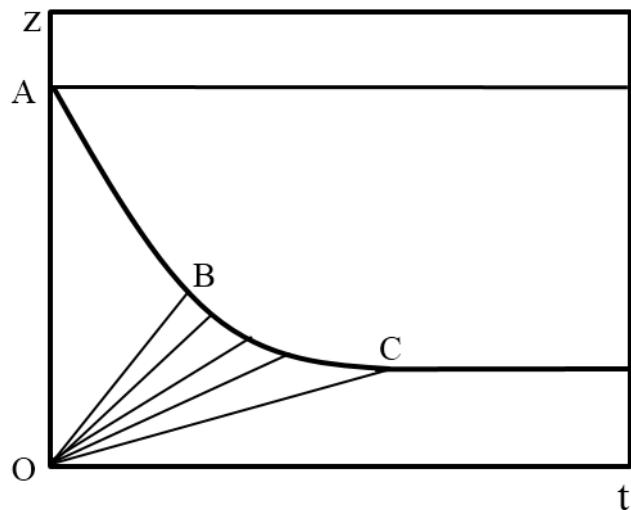


Figura 2.5 – Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equi-concentração conforme o modelo de Kynch.

Na Figura 2.5, pode-se observar que existe uma região delimitada pelos pontos AOB em que a velocidade de sedimentação é constante ( $v_s=v_{s0}$ ) e a concentração de sólidos é a mesma que a concentração inicial ( $\varepsilon_s=\varepsilon_{s0}$ ).

Na região delimitada pelos pontos BOC observa-se as linhas de equi-concentração (também chamadas de características). Tais linhas são previstas pela teoria de Kynch como retas que partem da origem com diferentes inclinações que variam de  $V_k(\varepsilon_{s0})$  para a concentração inicial de sólidos até  $V_k(\varepsilon_{sm})$  para a máxima concentração de sólidos (concentração final do sedimento compactado).

Na região abaixo da reta formada pelo pontos OC, verifica-se a zona de sedimento compactado, em que, a velocidade de sedimentação é nula e a concentração de sólidos é constante e igual a  $\varepsilon_{sm}$ . Por fim, observa-se também a região acima da curva ABC, onde tem-se líquido isento de sólidos (região de líquido clarificado).

Desta forma, as quatro regiões distintas verificadas durante o processo de sedimentação segundo a teoria de Kynch são:

- 1 - Região de líquido clarificado ( $\varepsilon_s=0$ ).
- 2- Região na qual a velocidade de sedimentação é constante e a concentração de sólidos permanece igual a concentração inicial da suspensão ( $v_s=v_{s0}$  e  $\varepsilon_s=\varepsilon_{s0}$ ).
- 3- Região na qual a velocidade de sedimentação é decrescente e a concentração varia de  $\varepsilon_{s0}$  a  $\varepsilon_{sm}$ .
- 4- Região de sedimento incompressível, na qual a velocidade de sedimentação é nula e a concentração é constante e igual a  $\varepsilon_{sm}$ .

A Figura 2.6 ilustra as quatro regiões verificadas durante o processo de sedimentação em batelada segundo a teoria de Kynch (1952).

## 2.4 A sedimentação com compressão

Conforme pode-se observar na Figura 2.6, a teoria de Kynch prediz que as curvas de equi-concentração são linhas retas que partem da origem. Neste contexto, diversos trabalhos da literatura mencionam que tal modelo descreve razoavelmente bem a sedimentação de suspensões que formam sedimentos com baixo grau de compressibilidade, tais como as suspensões constituídas por microesferas de vidro e partículas minerais não floculadas (BUSTOS et al. 1999).

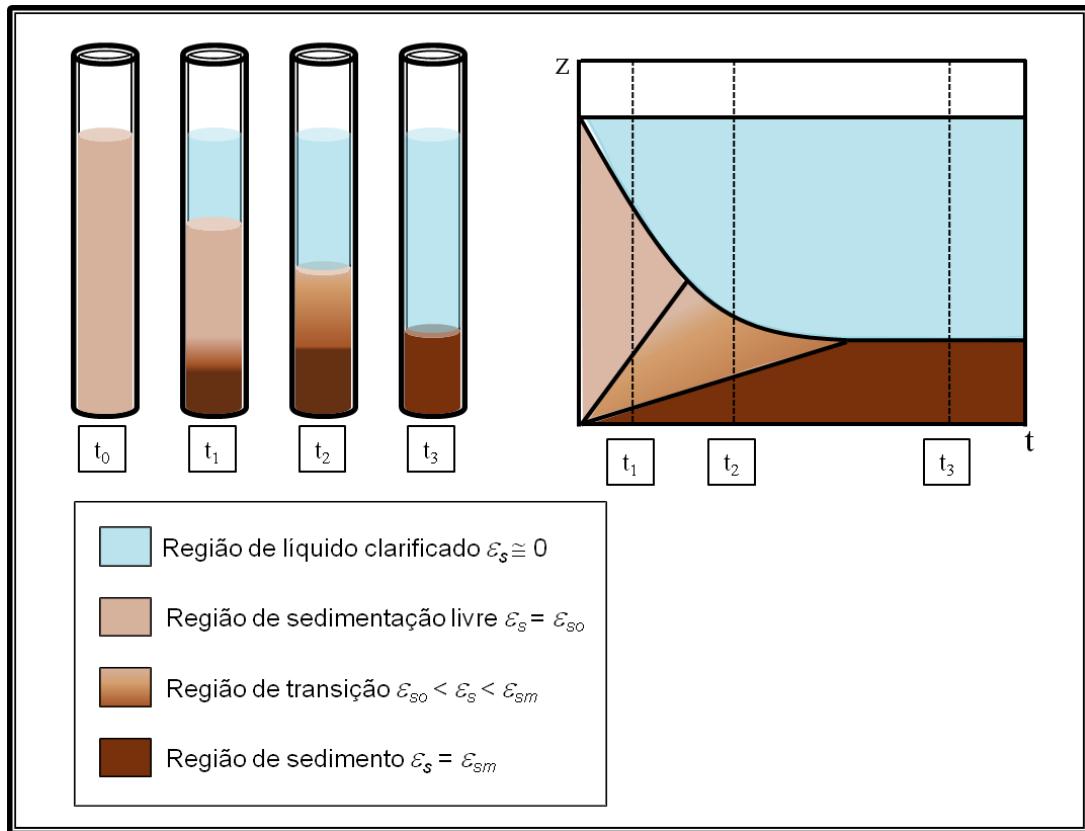


Figura 2.6 – A descrição do fenômeno de sedimentação em batelada segundo a teoria de Kynch.

Desta forma, o fenômeno de compactação de um sedimento compressível em um ensaio de sedimentação em batelada não pode ser descrito de forma satisfatória pela teoria de Kynch (1952). A acomodação dos materiais sólidos está relacionada com as forças existentes sobre as partículas que não são levadas em consideração na modelagem matemática desenvolvida em 1952 pelo autor.

#### 2.4.1 A Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo

Em virtude da simplicidade da modelagem de Kynch, diversos pesquisadores basearam-se em sua teoria para descrever a sedimentação. No entanto, com o intuito de abordar o fenômeno de forma mais completa, verifica-se que a modelagem desenvolvida por Kynch tem sido modificada. Assim, a equação da quantidade de movimento em que está contido o balanço de forças na partícula tem sido incorporada à modelagem do fenômeno de sedimentação (d'ÁVILA, 1978; BURGER e CONCHA, 1998; AROUCA, 2007).

Neste contexto, a Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo tem sido utilizada com sucesso na descrição do comportamento de sistemas sólido-fluido, tais como

acontecem nas operações de espessamento e filtração (DAMASCENO, 1992; MASSARANI, 2002; CREMASCO, 2012).

Na descrição das operações de sedimentação e filtração com base na Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo deve-se utilizar as equações da Continuidade e do Movimento para cada constituinte da mistura (fase sólida e líquida).

Para o caso de um escoamento unidimensional através de um meio poroso, o número de equações escalares disponíveis para estudar o problema são duas equações da Continuidade (Equações 2.20 e 2.21) e duas equações do Movimento (Equações 2.22 e 2.23) (DAMASCENO, 1992; AROUCA, 2007):

$$\frac{\partial(\rho_f \varepsilon_f)}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial z}(\rho_f \varepsilon_f v_f) = 0 \quad (2.20)$$

$$\frac{\partial(\rho_s \varepsilon_s)}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial z}(\rho_s \varepsilon_s v_s) = 0 \quad (2.21)$$

$$\rho_f \varepsilon_f \left[ \frac{\partial v_f}{\partial t} + v_f \frac{\partial v_f}{\partial z} \right] = (\nabla \cdot \mathbf{T}_f)_z - m_z + \rho_f g \quad (2.22)$$

$$\rho_s \varepsilon_s \left[ \frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right] = (\nabla \cdot \mathbf{T}_s)_z + m_z + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (2.23)$$

em que,  $\varepsilon_f$  é a porosidade local da suspensão,  $\varepsilon_s$  é a concentração volumétrica de sólidos local da suspensão,  $\rho_f$  e  $\rho_s$  são respectivamente as densidades do fluido e do sólido,  $v_s$  e  $v_f$  são respectivamente as velocidades intersticiais dos constituintes sólido e fluido,  $m$  representa a força resistiva que o fluido exerce sobre a matriz sólida,  $g$  a intensidade de campo exterior (gravidade local),  $T_f$  e  $T_s$  são as tensões exercidas sobre a fase fluida e sobre a fase sólida.

A partir da análise das Equações (2.20) a (2.23), pode-se observar que o número de variáveis são oito: duas concentrações ( $\varepsilon_f$ ,  $\varepsilon_s$ ), duas velocidades ( $v_f$ ,  $v_s$ ), três tensões ( $T_{xz}$ ,  $T_{yz}$ ,  $T_{zz}$ ), e uma força resistiva ( $m_z$ ).

Desta forma, como se tem quatro equações e oito variáveis, são necessárias mais quatro equações para tornar o número de graus de liberdade nulo e tornar possível a resolução do sistema.

Considerando que a soma da fração volumétrica dos sólidos e do fluido equivale a 1 ( $\varepsilon_s + \varepsilon_f = 1$ ), então tem-se neste momento apenas três graus de liberdade:  $m$ ,  $T_{xz}$  e  $T_{yz}$ . Neste contexto, para obter expressões relativas a tensão nos sólidos e a força resistiva ( $m$ ), torna-se necessário adotar hipóteses constitutivas, conforme mostrado na sequência.

#### 2.4.1.1 Tensão nos sólidos

d'Ávila e Sampaio (1977) desenvolveram uma teoria constitutiva em que o sistema sólido-fluido era considerado como um meio isotrópico. Os autores indicaram que o tensor tensão pode ser representado como,

$$T_i = -p_i I - T_i'' \quad (2.24)$$

em que  $p_i$  é a pressão (parte arbitrária do tensor),  $T_i''$  é a tensão extra (parte constitutiva do tensor) e  $I$  é o tensor identidade. A parcela dinâmica do tensor tensão é representada pelo termo  $T_i''$ , enquanto que, a parte estática é representada pelo termo  $p_i I$ .

A maioria dos estudos na literatura sugerem que a tensão extra da fase particulada depende apenas da porosidade do meio. Assim, d'Ávila e Sampaio (1977) mostraram que o tensor tensão nos sólidos pode escrito como,

$$T_s(\varepsilon_f) = -P_s(\varepsilon_f) I \quad (2.25)$$

A adoção da hipótese constitutiva dada pela Equação (2.25) faz com que,

$$(\nabla \cdot T_s)_z = \frac{\partial P_s}{\partial z} \quad (2.26)$$

o que reduz o número de graus de liberdade anteriormente calculado de três para dois:  $m(\varepsilon_s, U)$  e  $P_s(\varepsilon_s)$ .

em que  $U$  é a velocidade relativa fluido-sólido ( $U = v_f - v_s$ ).

Na sedimentação de suspensões, a relação constitutiva para pressão nos sólidos, (verificada na Equação 2.25) tem sido utilizada por diversos autores apenas na região de compressão. Para as outras regiões existentes durante o fenômeno, a pressão nos sólidos tem sido considerada nula,  $P_s(\varepsilon_s) \equiv 0$ .

Assim, na literatura foram propostas algumas equações que representam a relação entre a pressão nos sólidos e a porosidade do meio para a região de compressão. Como exemplo de tais expressões pode-se destacar as equações propostas por:

a) Tiller e Leu (1980)

$$P_s = P_a \left[ \left( \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{1/\beta} - 1 \right] \quad (2.27)$$

em que  $P_a$ ,  $\varepsilon_{sc}$  e  $\beta$  são parâmetros do modelo, sendo o parâmetro  $\varepsilon_{sc}$ , a menor concentração volumétrica de sólidos, na qual as partículas sólidas iniciam o contato físico umas com as outras. Vale mencionar que em diversos trabalhos, o efeito de pressão nos sólidos tem sido considerado apenas para as concentrações superiores à crítica.

b) Arouca (2007)

$$P_s = a \varepsilon_s^b \quad (2.28)$$

em que  $a$  e  $b$  são parâmetros do modelo.

#### 2.4.1.2 A força resistiva

Na literatura verifica-se para o escoamento lento e unidimensional de um fluido newtoniano, que a força resistiva ( $m$ ) pode ser representada de forma satisfatória pela lei de Darcy,

$$m = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} (v_s - v_f) \quad (2.29)$$

em que  $k$  é a permeabilidade do meio poroso e  $\mu$  é a viscosidade do fluido.

Diversos autores tem expressado a permeabilidade do meio poroso como uma função exclusiva da concentração de sólidos,  $k(\varepsilon_s)$ . Neste contexto, existem na literatura algumas equações que expressam a relação existente entre a permeabilidade e a porosidade, a partir da determinação empírica de seus parâmetros.

Como exemplo de tais expressões, pode-se destacar as equações propostas por Tiller e Leu (1980) e por Arouca (2003):

a) Tiller e Leu (1980)

$$k = k_0 \left( \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{-\eta} \quad (2.30)$$

em que  $k_0$ ,  $\varepsilon_{sc}$  e  $\eta$  são parâmetros do modelo.

b) Arouca (2003)

$$k = \frac{1}{C_0 + C_1 \varepsilon_s} \quad (2.31)$$

em que  $C_0$  e  $C_1$  são parâmetros do modelo estimados experimentalmente.

#### 2.4.2 Outras equações constitutivas para pressão nos sólidos $P(\varepsilon_s)$ e permeabilidade do meio poroso $k(\varepsilon_s)$

A existência de correlações na literatura que expressem a permeabilidade em função da porosidade permite a obtenção da relação constitutiva para  $k(\varepsilon_s)$ , sem a necessidade de determinação experimental. Como exemplo de tais correlações, pode-se destacar a equação de Kozeny-Carman (Equação 2.32). Tal equação permite correlacionar a permeabilidade do meio poroso com as propriedades das partículas e a porosidade do meio (MASSARANI, 2002):

$$k = \frac{(D_p \phi)^2 \varepsilon_f^3}{36 \beta (1 - \varepsilon_f)^2} \quad (2.32)$$

em que  $\phi$  é a esfericidade da partícula e  $d_p$  é o diâmetro da esfera de mesmo volume da partícula e  $\beta$  é um parâmetro estrutural.

Para meios porosos com baixa porosidade, diversos trabalhos da literatura tem utilizado  $\beta=5$ . Desta forma a Equação (2.32) torna-se,

$$k = \frac{(D_p \phi)^2 \varepsilon_f^3}{180 (1 - \varepsilon_f)^2} \quad (2.33)$$

Endo et al. (1998) observou que o índice de polidispersão é um parâmetro que influencia significativamente os valores da permeabilidade. Por este motivo, a utilização da correlação de Kozeny-Carman para materiais polidispersos podem ocasionar desvios consideráveis dos valores experimentais. Tais autores propuseram uma equação que

relaciona a porosidade com a permeabilidade, contemplando os efeitos de forma e de polidispersão do material particulado,

$$k = \frac{d_{vg}^2 \exp(4 \ln^2 \sigma_g) \varepsilon_f^3}{180 \varphi (1 - \varepsilon_f)^2} \quad (2.34)$$

em que  $d_{vg}$  é o diâmetro médio geométrico,  $\sigma_g$  é o desvio padrão geométrico e  $\varphi$  é o fator de forma dinâmico (definido como a razão entre a força de arraste atuando na partícula e a força de arraste atuando na esfera de mesmo volume).

A utilização da equação de Endo et al. (1998) exige que os tamanhos das partículas obedeçam à distribuição log-normal. Além disso, verifica-se em alguns casos uma certa dificuldade na obtenção do parâmetro  $\varphi$  (fator de forma). Assim, muitas vezes, torna-se interessante a obtenção empírica das relações existentes entre permeabilidade, pressão nos sólidos e porosidade. Tais relações,  $P(\varepsilon_f)$  e  $k(\varepsilon_f)$ , podem ser obtidas experimentalmente, por exemplo, através de ensaios de prensas de adensamento ou através de metodologias em que a base experimental consiste em testes de sedimentação em batelada.

No caso da utilização das prensas de adensamento, tal método não é indicado para condições de baixas pressões, conforme mencionado por Tiller et al. (1972) e por Endo e Alonso (2001).

Desta forma, para as condições que envolvem baixas pressões, a utilização de ensaios de sedimentação tem-se mostrado bastante interessante. Neste contexto, pode-se destacar as metodologias propostas por França et al. (1995) e por Damasceno (1992).

A metodologia proposta Damasceno (1992) permite estimar os parâmetros das relações constitutivas de pressão  $P_s(\varepsilon_f)$  e de permeabilidade  $k(\varepsilon_f)$ . A base experimental desta metodologia consiste no levantamento da distribuição de porosidade ao longo de sedimentos formados na base de provetas. O levantamento da distribuição de porosidade foi conseguido com sucesso utilizando uma técnica não destrutiva baseada na medida da atenuação de raio- $\gamma$ . Tal metodologia será descrita com maiores detalhes no CAPÍTULO 3 deste trabalho (MATERIAIS E MÉTODOS).

A metodologia desenvolvida proposta por França et al. (1995) permite determinar as relações existentes entre pressão e porosidade,  $P(\varepsilon_s)$ . Tal técnica consiste em medir a altura final de sedimentos formados por ação da gravidade na base de provetas de testes.

A técnica desenvolvida por França et al. (1995) baseava-se na Equação do Movimento para o sólido nas condições de estática (velocidade relativa sólido-fluido nula). Assim, os autores, chegaram na seguinte equação para a pressão nos sólidos,

$$P_s = (\rho_s - \rho_f) g \bar{\varepsilon}_s L \quad (2.35)$$

em que  $L$  é a altura total do sedimento e  $\bar{\varepsilon}_s$  é a concentração volumétrica média de sólidos no sedimento.

Segundo França et al. (1995), o parâmetro  $\bar{\varepsilon}_s$  pode ser estimado a partir da seguinte expressão,

$$\bar{\varepsilon}_s = \frac{m_s / \rho_s}{V_{sed}} \quad (2.36)$$

em que  $m_s$  é a massa de sólidos do sedimento e  $V_{sed}$  o volume do sedimento.

A teoria das misturas da mecânica do contínuo, juntamente com as metodologias propostas por França et al. (1995) e por Damasceno (1992) motivaram a realização de diversos trabalhos relacionados à sedimentação com formação de sedimentos que exibem variação de porosidade ao longo de sua estrutura. Tais trabalhos (apresentados na sequência) possuíam como objetivo geral, uma maior compreensão sobre o comportamento de suspensões sedimentando em fluidos newtonianos.

#### **2.4.3 Trabalhos relevantes relacionados à sedimentação**

Ruiz (2000) estudou o processo de sedimentação de suspensões aquosas de carbonato de cálcio e caulin por meio da técnica de atenuação de raios gama. Assim, o autor monitorou a variação da concentração de sólidos como função da posição e do tempo,  $\varepsilon_s(z, t)$ . Os resultado mostraram a existência de três tipos de curvas:

Curvas do tipo 1: Inicialmente a concentração de sólidos permanece constante e com o valor igual a concentração inicial da suspensão. No entanto, após certo tempo verifica-se que a concentração reduzia a valores próximos de zero (passagem da interface descendente).

Curvas do tipo 2: Inicialmente a concentração de sólidos permanece constante. Em seguida era observado o aumento na concentração de sólidos, com posterior redução

tendendo a valores próximos de zero (em virtude da passagem da interface descendente).

Curvas do tipo 3: Inicialmente a concentração de sólidos permanece constante. Em seguida, era observado o aumento da concentração de sólidos ao longo do tempo.

Os três tipos de curvas verificadas no trabalho de Ruiz (2000) estão apresentadas na Figura 2.7:

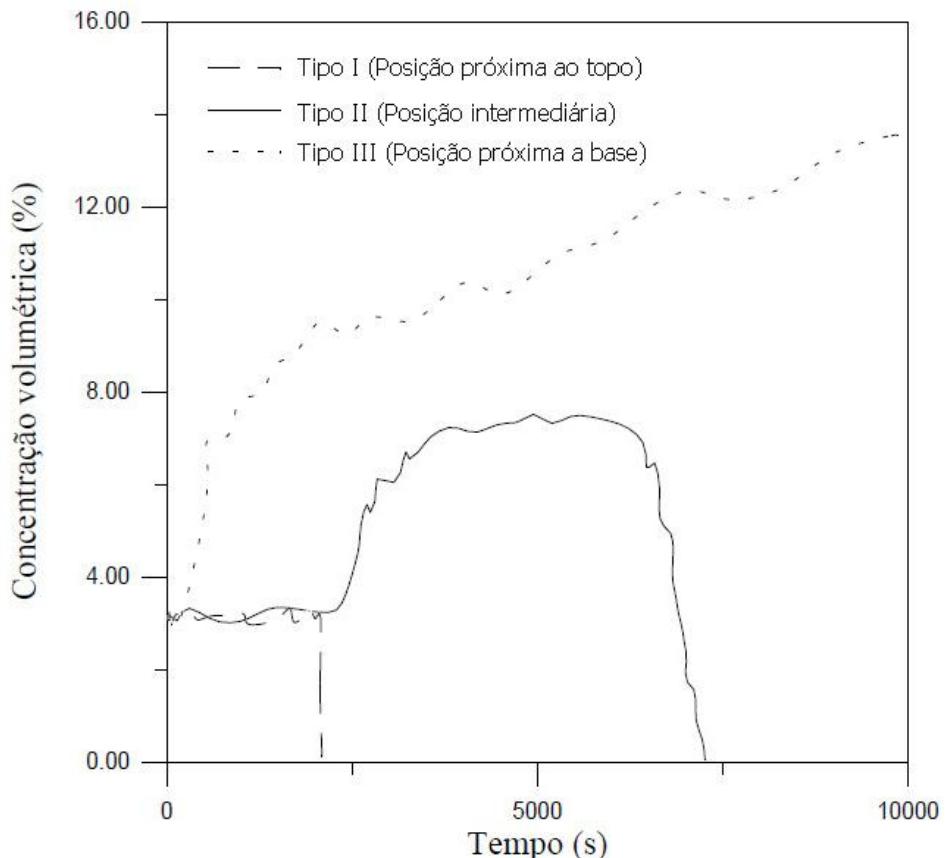


Figura 2.7 - Resultados da concentração de sólidos com o tempo obtidos por Ruiz (2000).

A partir de seus resultados experimentais,  $\varepsilon_s(z, t)$ , e utilizando técnicas numéricas no desenvolvimento das Equações da Continuidade e do Movimento para o sólido, o autor também determinou a velocidade de sedimentação e a pressão nos sólidos no sedimento. Os resultados de Ruiz (2000) mostraram que a velocidade de sedimentação pode ser definida como função da concentração local de sólidos apenas nas situações em que os sedimentos formados são pouco compressíveis.

Arouca (2003) utilizando a metodologia proposta por Damasceno (1992) estabeleceu equações constitutivas para pressão nos sólidos e permeabilidade do meio poroso para suspensões constituídas por caulin. No trabalho foi proposto uma equação

de dois parâmetros que relacionava a permeabilidade com a porosidade. Tal equação foi proposta como uma alternativa ao modelo de Tiller e Leu (1980) para a determinação empírica das equações constitutivas,  $P(\varepsilon_s)$  e  $k(\varepsilon_s)$ .

Silva (2004) realizou um estudo teórico-experimental da operação de sedimentadores divergentes. Desta forma, um modelo matemático foi desenvolvido com base na Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo para simular numericamente a operação de espessadores contínuos convencionais e divergentes em estado estacionário. O autor considerou a compressibilidade do sedimento em suas simulações, utilizando as equações constitutivas para pressão nos sólidos e permeabilidade do meio poroso determinadas por Arouca (2003). Apesar de um embasamento consistente do modelo proposto, o estudo não chegou a resultados próximos entre os simulados e os experimentais. O autor argumentou que tal diferença possivelmente era devido ao fato de se considerar a pressão nos sólidos como função exclusiva da concentração local de sólidos.

No trabalho de Arouca (2007), foi desenvolvido um novo modelo fenomenológico para a descrição teórica da sedimentação. O modelo matemático proposto além de considerar a compressibilidade do sedimento, descreveu a sedimentação sem que houvesse a necessidade do uso de condições de salto nas fronteiras móveis (conforme havia sendo utilizado por estudos anteriores). Para a validação dos resultados simulados, foram realizados ensaios experimentais com o uso da técnica de atenuação raios- $\gamma$ . Desta forma, foi possível realizar o monitoramento da concentração volumétrica de sólidos como função da posição e do tempo. Os resultados das simulações numéricas obtidos por Arouca mostraram que o modelo misto hiperbólico-parabólico proposto descreveu a sedimentação em campo gravitacional de maneira consistente com o fenômeno físico.

Azevedo (2009) modificou o modelo para sedimentação em batelada desenvolvido por Arouca (2007) para o fenômeno de sedimentação contínua. As simulações desenvolvidas em seu trabalho, mostraram que as equações constitutivas obtidas por meio de técnicas baseadas em sedimentação em batelada, podem ser utilizadas com boa confiança na simulação da sedimentação contínua.

No contexto da sedimentação de suspensões em fluidos newtonianos, também pode-se destacar os trabalhos que vêm sendo publicados a partir de 1998, por Raimund

Bürger. Tais estudos caracterizam-se por apresentarem o desenvolvimento de novos modelos para a descrição fenomenológica da sedimentação, bem como, a elaboração de métodos numéricos que podem ser utilizados para a simulação dos modelos propostos (BÜRGER et al. 2000a; BÜRGER et al. 2000b; BERRES et al. 2008; BASSON et al. 2009; BÜRGER, R et al. 2011; ACOSTA et al. 2014).

## 2.5 A sedimentação em fluidos com características reológicas pseudoplásticas

O comportamento das partículas sedimentando em fluidos que exibem características reológicas pseudoplásticas e efeitos de memória, diferencia-se consideravelmente da abordagem verificada em fluidos newtonianos.

Um dos primeiros trabalhos relacionado à sedimentação de suspensões em fluidos pseudoplásticos foi desenvolvido por Allen e Uhller (1989). Os autores avaliaram qualitativamente o fenômeno da sedimentação de suspensões em fluidos newtonianos (glicerina a 80% v/v) e em fluidos pseudoplásticos com moderados e fortes efeitos elásticos. Os resultados mostraram que, nos fluidos newtonianos, a dinâmica das partículas sedimentando ocorria de maneira homogênea ao longo do recipiente de testes. Para os fluidos não-newtonianos, as partículas aglomeravam-se durante o processo de sedimentação ocasionando uma distribuição de partículas não homogênea ao longo do recipiente. No trabalho, os autores apresentaram esboços de suas imagens obtidas. Com tais esboços era possível avaliar de maneira qualitativa sobre o comportamento de suspensões sedimentando nos fluidos pseudoplásticos (Figura 2.8).

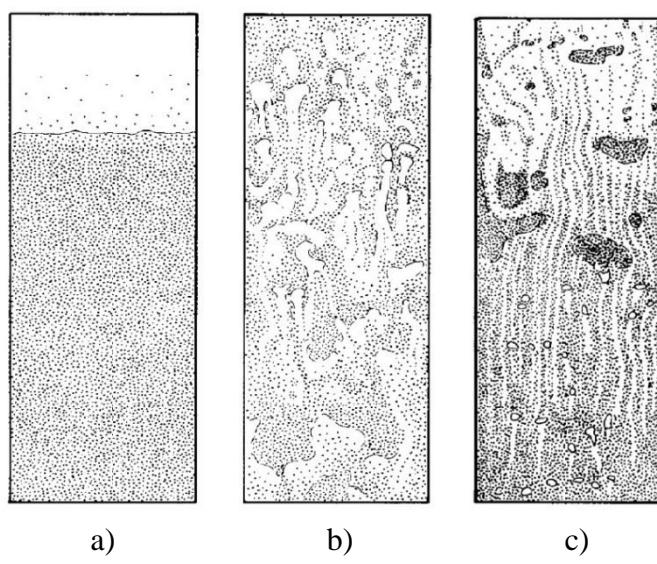


Figura 2.8 - Esboços da sedimentação de suspensões publicados no trabalho de Allen e Uhller (1989). a) Fluido newtoniano. b) Fluido com moderados efeitos viscoelásticos. c) Fluido com fortes efeitos viscoelásticos.

Na sedimentação em fluido newtoniano (Figura 2.8a) os autores observaram que a sedimentação ocorreu de maneira homogênea ao longo do tubo de testes. Na sedimentação em fluido pseudoplástico com moderados efeitos viscoelásticos (Figura 2.8b) foi observado o comportamento agregativo das partículas, que neste caso foi verificado pela formação de bolsões de líquidos e a formação de regiões com elevadas concentrações de partículas. Na sedimentação em fluidos pseudoplásticos com fortes efeitos viscoelásticos (Figura 2.8c) foi constatado novamente o comportamento agregativo. No entanto, para esta situação, observou-se a formação de colunas de partículas sedimentando separadas por líquido clarificado. Os resultados do trabalho também mostraram que o fenômeno de aglomeração ocasionava o aumento nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos.

O trabalho de Allen e Uhller foi o primeiro a verificar a ocorrência de uma sedimentação não homogênea em fluidos não-newtonianos pseudoplásticos para as situações em que as partículas que constituíam a suspensão possuíam densidades similares. No entanto, nenhuma das justificativas apontadas pelos autores indicaram uma explicação satisfatória para a ocorrência deste fenômeno.

Bobroff e Philips (1998) utilizando imagens obtidas por ressonância magnética estudaram o fenômeno de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos. Os resultados mostraram que a pseudoplasticidade ou a elasticidade do fluido resultam em um taxa de sedimentação dependente do tempo. Segundo os autores, a sedimentação é mais rápida no início do processo, ocorrendo uma progressiva redução com o passar do tempo. As imagens mostraram também que as partículas agregavam-se em colunas de partículas que são formadas na direção base do recipiente e estas colunas são separadas por regiões em que contém apenas a fase fluida. Tais estruturas não estão presentes na sedimentação em fluidos newtonianos, em que as microestruturas da suspensão são homogêneas durante o processo (Figura 2.9).

Segundo os autores, como as partículas não sedimentam de forma constante nos fluidos que exibem fortes características não-newtonianas, pode-se considerar pouco provável o estabelecimento de uma simples correlação análoga a de Richardson e Zaki (1954).

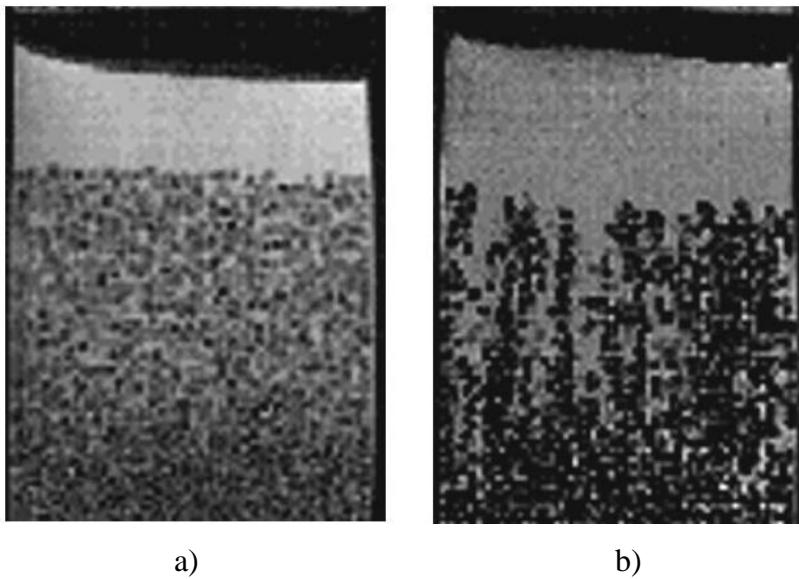


Figura 2.9 - Imagens obtidas por ressonância magnética pelo trabalho de Bobroff e Philips (1998). a) fluido newtoniano. b) fluido viscoelástico.

Os fenômenos de aglomeração verificados nos estudos Allen e Uhller (1989) e de Bobroff e Philips (1998) foram justificados de maneira satisfatória pelo trabalho de Daugan et al. (2004). Os autores basearam-se nos resultados com duas partículas obtidos pelo trabalho de Daugan et al. (2002).

Desta forma, o trabalho Daugan et al. (2002) foi o primeiro a analisar de maneira quantitativa o fenômeno de aglomeração das partículas que ocorria durante a sedimentação gravitacional de suspensões em fluidos pseudoplásticos. Para isso, foi realizado um estudo experimental do comportamento de duas partículas esféricas caindo em fluidos pseudoplásticos com efeitos dependentes do tempo (tixotropia). Utilizando uma câmera de vídeo, os autores digitalizaram a posição vertical das partículas esféricas em função do tempo e, com isso, determinaram a velocidade instantânea das partículas. Desta forma, foi possível confirmar a formação de um canal de viscosidade reduzida, conforme havia sido previsto por alguns autores anteriormente.

Os autores explicaram que a primeira partícula ao cair ao longo do recipiente de testes, ocasionou a formação de um canal de baixa viscosidade no fluido. Desta maneira, a segunda partícula lançada no sistema entra em contato com um fluido em uma condição de menor viscosidade cuja velocidade de sedimentação é maior (quando comparada com a primeira partícula). Nesta situação verificou-se que após certo tempo, as partículas se encontraram e passaram a sedimentar juntas, e consequentemente, na mesma velocidade. Vale ressaltar que após o encontro das partículas ocorreu o aumento

na velocidade terminal das partículas sendo o valor cerca de duas vezes maior quando comparada com a partícula isolada.

Os autores também concluíram que existe uma distância crítica ( $d_c$ ) de separação das partículas em que ocorria o fenômeno de aproximação das mesmas. Caso a distância de separação fosse maior que a crítica ( $d>d_c$ ), as partículas movimentavam-se ao longo do recipiente como se estivessem isoladas, conforme está ilustrado pela Figura 2.10:

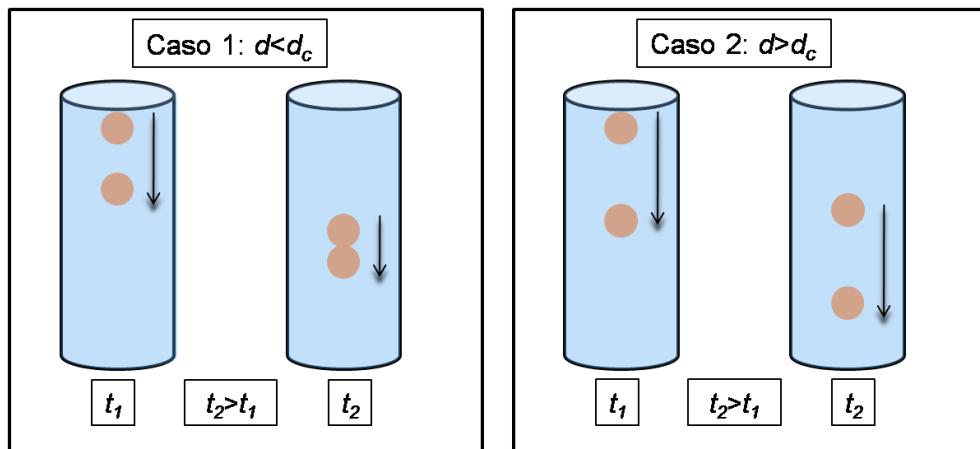


Figura 2.10 - Ilustração do fenômeno de aproximação das partículas que ocorre em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória.

Daugan et al. (2004) estudaram a sedimentação de suspensões utilizando partículas monodispersas em fluidos pseudoplásticos com memória (presença de tixotropia). O estudo foi realizado utilizando-se a técnica de atenuação de luz, para a determinação da concentração volumétrica de sólidos ao longo do tempo, e também imagens fotográficas da suspensão ao longo do tempo, conforme mostrado na Figura 2.11.

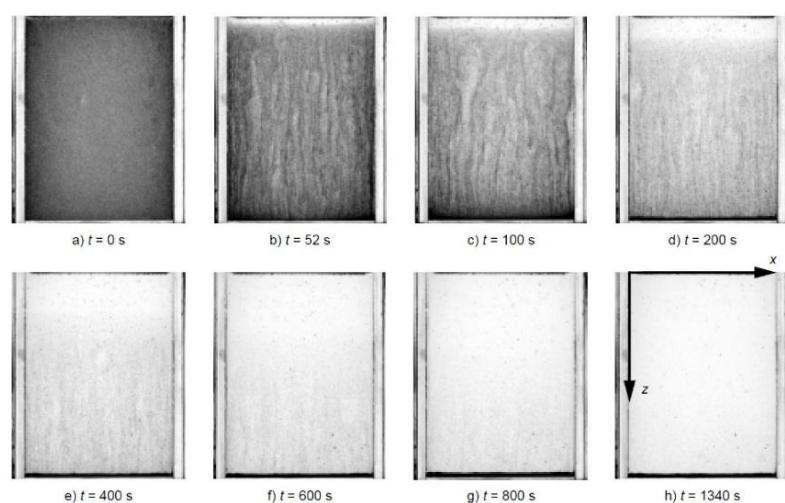


Figura 2.11 - Imagens fotográficas obtidas por Daugan et al. (2004) mostrando o comportamento de suspensões sedimentando em soluções de xantana a 1500 ppm.

Os resultados obtidos por Daugan et al. (2004) mostraram que a variação da concentração volumétrica de sólidos ao longo do tempo pode ser dividido em três fases:

Fase 1: Inicialmente a suspensão mantém-se homogênea enquanto inicia-se o processo de aglomeração dos materiais particulados (Figura 2.11a).

Fase 2: Uma vez que as partículas encontram-se aglomeradas, ocorre a formação de colunas de sedimentação de partículas na direção da base da proveta. Com a formação de colunas, a redução da concentração de sólidos ao longo do tempo ocorre de maneira rápida (Figuras 2.11b a 2.11d).

Fase 3: Caracterizada pelo desaparecimento das colunas em suspensões e de um processo muito lento da sedimentação das partículas remanescentes. Segundo os autores outros estudos são necessários para entender a separação gravitacional de sólidos nesta fase.

Com os resultados experimentais de concentração volumétrica ao longo do tempo, os autores concluíram que contrariamente ao que acontece em fluidos newtonianos, nos tempos intermediários de sedimentação, quanto maior for a concentração de sólidos, mais eficiente é o processo de sedimentação das partículas. Além disso, o tempo necessário para a completa separação entre o fluido e as partículas pode ser maior do que no caso dos materiais sólidos sedimentando em um fluido newtoniano (em virtude das características mencionadas na Fase 3).

Apesar do método de atenuação de luz ter se mostrado satisfatório nas posições próximas ao meio e ao topo da proveta, tal técnica não permitiu avaliar a formação do sedimento (regiões próximas a base do recipiente) devido à elevada atenuação da luz nestes locais.

Daugan et al. (2004) mencionaram que enquanto os canais de sedimentação estavam formados, estes permaneciam em número constante e a distância entre as colunas era grande comparada com o diâmetro da partícula. Além disso, o número de colunas aumentou com o aumento da concentração volumétrica inicial da suspensão.

Os autores justificaram o fenômeno de aglomeração que ocorre nos fluidos não-newtonianos estudados devido à formação de regiões de baixa viscosidade que ocorre nos fluidos com memória. Tal comportamento foi devidamente mostrado com duas partículas sedimentando pelo trabalho de Daugan et al. (2002).

Mora et al. (2005) estudaram a sedimentação de suspensões pouco concentradas constituídas por partículas monodispersas em fluidos poliméricos com características pseudoplásticas. Os autores observaram durante a sedimentação, a formação de estruturas com grande quantidade de partículas. Segundo os autores, as estruturas formadas são constituídas por partículas sólidas e líquidas e estão em movimento em direção à base do recipiente. Desta forma, verificou-se que o volume de líquido ascensional é maior que o volume de sólidos que sedimentam. Tal comportamento é diferente do que ocorre com fluidos newtonianos, em que o volume de sólidos que sedimentam é próximo ao volume de líquido ascensional. Assim, os resultados obtidos no trabalho, sugeriram que a formação de tais estruturas é uma consequência da agregação das partículas e de uma instabilidade gravitacional.

Gueslin et al. (2006) estudaram o comportamento de duas esferas caindo ao longo de um fluido com tensão de escoamento. Em tais fluidos os autores observaram que dependendo da tensão da exercida pela partícula, poderia ocorrer a aproximação entre as mesmas, devido à formação de uma região de baixa viscosidade (causada pela primeira partícula). Para as partículas que possuíam um peso maior, os autores também observaram a movimentação radial das partículas. Apesar dos autores não terem justificado satisfatoriamente as causas do deslocamento lateral das partículas durante a queda, o trabalho de Gueslin et al. (2006) tem sua relevância por ser o primeiro a verificar a ocorrência deste fenômeno.

Yu et al. (2006) investigaram numericamente o fenômeno de agrupamento das partículas sedimentando em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória. Para isso, os autores basearam-se no método do domínio ficcional, utilizando o multiplicador Lagrange distribuído. Os resultados da simulação confirmaram que a presença de memória em fluidos pseudoplásticos é responsável pela aglomeração entre as partículas sedimentando. Além disso, os autores comentaram que a presença de elasticidade no fluido (mesmo quando muito fraca), parece ser necessária para modificar as partículas que se agregaram em colunas de sedimentação estáveis.

Philips (2010) desenvolveu uma teoria para descrever a instabilidade estrutural que tem sido observada durante testes de sedimentação de suspensões em fluidos viscoelásticos. A teoria foi desenvolvida baseada na hipótese de que as interações hidrodinâmicas que influenciam na ocorrência do comportamento agregativo das partículas estão em competição com a dispersão hidrodinâmica que age para manter a

microestrutura homogênea. Assim, uma equação da conservação da partícula que considera estas duas influências conseguiu predizer corretamente o início da instabilidade e também as distâncias de separação entre as colunas formadas e o tempo para a formação das colunas para as suspensões diluídas em fluidos com fracos efeitos elásticos.

Vishnampet e Saintillan (2012) estudaram a sedimentação gravitacional de suspensões diluídas em um fluido viscoelástico (de segunda ordem) a partir de uma simulação numérica baseada em um modelo pontual da partícula. Os autores mostraram que as partículas esféricas em suspensão sedimentando em um fluido viscoelástico exibem características de instabilidade (com flutuações na concentração de sólidos). Tais instabilidades estão associadas à formação de aglomerados de partículas, separados por líquido clarificado. Em seguida, os aglomerados tendem a se organizar em colunas verticais, que segundo os autores, tal ocorrência está em concordância com os resultados experimentais verificados por trabalhos da área.

Vishnampet e Saintillan (2012) também concluíram que a presença desta instabilidade ocasiona o aumento da velocidade média de sedimentação das partículas. Por fim, os autores ressaltam que a teoria e as simulações utilizadas em seu trabalho são válidas apenas para fluidos de segunda ordem exibindo fracos efeitos. Desta forma, não está claro se a instabilidade de concentração apresentada neste trabalho seria verificada em situações em que outros tipos de fluidos não-newtonianos fossem utilizados.

Eisenberg et al. (2013) avaliaram a interação entre duas esferas caindo em soluções viscoelásticas. Segundo os autores, os números de Reynolds e de Stokes eram pequenos o suficiente para tornarem os efeitos de inércia desprezíveis. Os autores observaram a aproximação de duas esferas caindo ao longo da solução polimérica, de tal modo, que após certo tempo, elas passavam a se mover juntas. Tal comportamento não foi verificado quando um fluido newtoniano era utilizado. Segundo Eisenberg et al. (2013), o fenômeno de aproximação das partículas está em concordância com as previsões analíticas associadas a um modelo de segunda ordem, em que os efeitos elásticos estão presentes, mas os efeitos pseudoplásticos não estão (fluidos de Bomer).

## 2.6 A velocidade de sedimentação de partículas em fluidos não-newtonianos

Na sedimentação de suspensões em fluidos com características pseudoplásticas, verifica-se que os materiais sólidos estão sofrendo constantes mudanças em suas

concentrações locais e em suas velocidades de sedimentação. Desta forma, as partículas em suspensão aplicam diferentes taxas de deformação na fase contínua. Como consequência, os materiais sólidos estão submetidos a diferentes viscosidades aparentes ao longo do tempo e de suas posições na proveta de testes.

Em 1978, Massarani e Silva Telles, ao analisarem as informações da literatura sobre o deslocamento de partículas em fluidos não-newtonianos, concluíram que as formulações teóricas existentes deveriam ser revistas e a análise experimental deveria ser refeita. Assim, os autores avaliaram a força resistiva ( $l$ ) e a função taxa de deformação do fluido ( $\gamma$ ) partindo das seguintes situações e considerações:

- ✓ Movimento lento de partículas isoladas em um meio fluido não-newtoniano infinito;
- ✓ A tensão cisalhante ( $\tau$ ) é a única função material do fluido relevante no processo;
- ✓ A dimensão característica da partícula é representada pelo diâmetro da esfera de igual volume que a partícula ( $d_p$ ) e o fator de forma pela esfericidade ( $\phi$ ).

Desta forma, com tais considerações e hipóteses simplificadoras, pode-se escrever, para a força resistiva,

$$l = f \left[ \tau(\gamma), \rho_f, d_p, \phi, \|v_f - v_p\| \right] (v_f - v_p) \quad (2.37)$$

Neste trabalho os autores consideraram que a taxa de deformação de um fluido não-newtoniano ( $\gamma$ ) era uma grandeza cinemática. Neste contexto, foi possível afirmar que este parâmetro depende apenas da geometria da partícula (dimensão e forma) e das velocidades da partícula ( $v_p$ ) e do fluido ( $v_f$ ), ou seja,

$$\gamma = f(d_p, \phi, \|v_f - v_p\|) \quad (2.38)$$

As Equações (2.37) e (2.38) podem ser reescritas, ao utilizar o teorema fundamental da análise dimensional. Desta forma, os autores chegaram nas seguintes expressões para força resistiva ( $l$ ) e a função taxa de deformação do fluido ( $\gamma$ ),

$$l = \frac{V_p 18 \tau(\lambda) \Omega(\phi) |v_f - v_p|}{d_p \|u - v\|} \theta(\phi), \quad \Omega(1) = 1 \quad (2.39)$$

$$\gamma = \frac{\|v_f - v_p\|}{d_p} \theta(\phi) \quad (2.40)$$

em que os parâmetros  $\Omega$  e  $\theta$  são ambos funções da esfericidade ( $\phi$ ). Para o caso de uma partícula caindo em um meio fluido infinito, a Equação (2.40), pode ser reescrita como,

$$\gamma = \frac{v_t}{d_p} \theta(\phi) \quad (2.41)$$

em que  $v_t$  é a velocidade terminal de sedimentação da partícula isolada.

Uma expressão para a estimativa dos parâmetros  $\Omega(\phi)$  e  $\theta(\phi)$ , foi proposta no trabalho de Laruccia (1990). Utilizando medidas de velocidade terminal em fluidos newtonianos e não-newtonianos, Laruccia, chegou nas seguintes expressões para  $\Omega(\phi)$  e  $\theta(\phi)$ ,

$$\Omega(\phi) = 1,65 - 0,65\phi \quad (2.42)$$

$$\theta(\phi) = -3,45\phi^2 + 5,25\phi - 1,41 \quad (2.43)$$

As Equações (2.41) e (2.43) podem ser utilizadas para determinar a taxa de deformação de partículas isoladas em fluidos não-newtonianos.

A fluidodinâmica da partícula isolada pode ser utilizada como ponto de partida na abordagem de sistemas diluídos (MASSARANI, 2002). No entanto, quando se trabalha com sistemas de baixa porosidade, as abordagens associadas ao escoamento de fluidos em meios porosos podem estimar os valores das taxas de deformações de maneira mais próxima com a realidade.

Neste contexto, em 1979 Silva Telles e Massarani apresentaram uma formulação para o escoamento de fluidos não-newtonianos em meios porosos. Neste estudo os autores também consideraram, a taxa de deformação ( $\gamma$ ) de um fluido escoando em um meio poroso como função apenas da geometria e da velocidade do fluido, chegando a seguinte expressão:

$$\gamma = f(\varepsilon_f, d_0, \dots, d_n, \|q_f\|) \quad (2.44)$$

em que  $\varepsilon_f$  é a porosidade,  $d_i$  são parâmetros geométricos da matriz porosa e  $q_f$  é a velocidade superficial do fluido.

Utilizando o teorema da análise dimensional na Equação (2.44) e considerando a permeabilidade ( $k$ ) com um dos parâmetros geométricos relevantes (que caracterizam o meio poroso), Silva Telles e Massarani, chegaram a,

$$\gamma = \frac{q_f}{\Omega \sqrt{k}} \quad (2.45)$$

em que  $\Omega$  é um fator geométrico.

Silva Telles e Massarani (1979) analisando o modelo capilar proposto por Christopher e Middleman (1965), chegaram em uma expressão para o fator  $\Omega$ ,

$$\Omega = \sqrt{t \varepsilon_f} \quad (2.46)$$

em que  $t$  é a tortuosidade, cujo valor é de aproximadamente 2,5. Assim, substituindo a Equação (2.46) em (2.45), chegou-se a,

$$\gamma = \frac{1,1}{(t \varepsilon)^{1/2}} \frac{q_f}{\sqrt{k}} \quad (2.47)$$

Na literatura são encontradas outras equações para a determinação da taxa de deformação de fluidos em meios porosos. Tais correlações também foram propostas baseadas no modelo capilar.

Em geral, a taxa de deformação ( $\gamma$ ) tem sido avaliada como uma função da velocidade superficial do fluido ( $q_f$ ), de uma função desconhecida do fluido (índice de comportamento do modelo Power law,  $n$ ) e das propriedades do meio poroso ( $k$  e  $\varepsilon_f$ ), conforme mostrado na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 - Equações para a estimativa da taxa de deformação média de fluidos escoando em meios porosos.

Autores	Equação para a taxa de deformação
Silva Telles e Massarani (1979)	$\gamma = \frac{1,1}{(t \varepsilon)^{1/2}} \frac{q_f}{\sqrt{k}} \quad (2.47)$
Teeuw e Hassenlink (1980)	$\gamma = \frac{3n+1}{n} \frac{q_f}{(8k \varepsilon_f)^{1/2}} \quad (2.48)$
Willhite e Uhl (1988)	$\gamma = \left( \frac{3n+1}{4n} \right)^{n/(n-1)} \frac{q_f}{(0,5k \varepsilon_f)^{1/2}} \quad (2.49)$

\*Utilizou-se das seguintes fontes: Silva Telles e Massarani (1979), Vossoughi (1999).

A viabilidade do uso da Equação (2.47) (proposta por Silva Telles e Massarani, 1979) foi avaliada pelo trabalho de Scheid e Massarani (2002). Neste trabalho os autores desenvolveram uma formulação para o estudo da fluidodinâmica de sistemas expandidos em fluidos não-newtonianos.

Os autores afirmaram que a equação do movimento para o constituinte sólido para sistemas expandidos pode ser expressa como,

$$\frac{\mu \varepsilon_f}{k} U + \frac{c \rho \varepsilon_f^2}{\sqrt{k}} U^2 = (\rho_s - \rho_f) g \quad (2.50)$$

na qual  $\mu$  é a viscosidade do fluido,  $\rho_s$  e  $\rho_f$  são respectivamente as densidades do sólido e do fluido,  $\varepsilon_f$  a porosidade,  $k$  a permeabilidade do meio poroso,  $c$  um fator relacionado à estrutura do meio poroso e  $U$  é a velocidade relativa fluido-partícula.

Para o caso da sedimentação a velocidade relativa fluido-partícula ( $U=v_f-v_s$ ) pode ser expressa como,

$$U = \frac{v_s}{\varepsilon_f} \quad (2.51)$$

em que  $v_s$  é a velocidade de sedimentação das partículas para a região de sedimentação livre.

Segundo Scheid e Massarani este mesmo equacionamento pode ser utilizado para situações em que o fluido possui características reológicas não-newtonianas. Para isso, deve-se substituir a viscosidade do fluido ( $\mu$ ) pela viscosidade aparente ( $\eta$ ),

$$\eta = \frac{\tau(\gamma)}{\gamma} \quad (2.52)$$

em que  $\tau$  é a tensão cisalhante e  $\gamma$  é a taxa de deformação característica.

Para a estimativa da taxa de deformação características ( $\gamma$ ), os autores utilizaram a Equação (2.47) proposta Silva Telles e Massarani (1979). No entanto, tal equação foi modificada para o caso da sedimentação gravitacional em batelada, ou seja, substituindo a velocidade superficial do fluido ( $q_f$ ) pela velocidade de sedimentação das partículas ( $v_s$ ),

$$\gamma = \frac{1,1}{(t \varepsilon_f)^{1/2}} \frac{v_s}{\sqrt{k}} \quad (2.53)$$

Nas condições experimentais conduzidas pelo trabalho de Scheid e Massarani, verificou-se que o termo  $1,1/(t\epsilon)^{1/2}$  presente na Equação (2.53) possuía valores próximos de 1. Por isso tal equação foi simplificada chegando-se a,

$$\gamma = \frac{v_s}{\sqrt{k}} \quad (2.54)$$

em que  $v_s$  é a velocidade de sedimentação das partículas em suspensão para a região de sedimentação livre, sendo este parâmetro determinado a partir do monitoramento do deslocamento interface descendente fluido-suspensão.

Com a determinação experimental dos parâmetros  $k$  e  $c$  e a utilização das Equações (2.51) e (2.54), na equação do movimento (Equação 2.50), Scheid e Massarani conseguiram predizer a velocidade de sedimentação das partículas em fluidos pseudoplásticos em função da concentração de sólidos. Os resultados estimados para a velocidade de sedimentação foram comparados com os resultados experimentais.

Desta forma, os autores concluíram que a formulação desenvolvida no estudo da fluidodinâmica em sistemas expandidos, pode ser estendida para fluidos não-newtonianos.

Ao analisar as publicações apresentadas neste capítulo sobre a sedimentação em suspensões de fluidos com características reológicas pseudoplásticas, pode-se observar que poucos trabalhos trouxeram empiricamente informações quantitativas sobre o fenômeno.

Neste contexto, destaca-se os trabalhos desenvolvidos por Daugan et al (2004) e Mora et al. (2005). Tais trabalhos utilizaram câmeras fotográficas especiais, assim como, a técnica de atenuação de luz, na análise quantitativa da sedimentação em suspensões. No entanto, verifica-se que as técnicas utilizadas pelos autores não permitiram avaliar a sedimentação em condições de elevadas concentrações de sólidos. Por este motivo informações empíricas sobre a sedimentação nas regiões de elevadas concentrações de sólidos (onde ocorre a formações do sedimento) ainda não foram satisfatoriamente documentadas na literatura científica.

Assim, este trabalho foi desenvolvido visando uma maior compreensão sobre a sedimentação em suspensões de fluidos com características pseudoplásticas. Os resultados obtidos neste estudo avaliaram a sedimentação contemplando todas as regiões existentes no processo de sedimentação, trazendo desta forma, informações

quantitativas sobre a sedimentação, mesmo em condições de elevadas concentrações de sólidos.

Neste capítulo foram apresentadas as publicações mais relevantes relacionadas as características reológicas de fluidos não-newtonianos, bem como, sobre a sedimentação gravitacional de partículas em fluidos newtonianos e pseudoplásticos

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, são descritos os procedimentos adotados para a realização dos ensaios experimentais, bem como as metodologias, os materiais e os equipamentos utilizados neste estudo.

#### **3.1 Materiais**

Neste trabalho foram conduzidos três tipos de experimentos com características bastante distintas: ensaios de adensamento e filtração (testes estáticos), ensaios de sedimentação com a técnica de atenuação de raios- $\gamma$  (TARG) (testes dinâmicos) e ensaios de sedimentação com recolhimentos de amostras (testes destrutivos). Nestes experimentos as suspensões foram preparadas utilizando areia, carbonato de cálcio e microesferas de vidro.

A Tabela 3.1 apresenta os materiais sólidos utilizados em cada um dos três tipos de ensaios, juntamente com a nomenclatura utilizada por este trabalho para referenciá-los.

Tabela 3.1 - Distribuição granulométrica dos materiais sólidos utilizados.

<b>Ensaio experimental</b>	<b>Material sólido</b>	<b>Granulometria</b>
Adensamento e filtração	Carbonato de cálcio 2-44 $\mu\text{m}$	( $D_{0,1} \leq 2 \mu\text{m}$ $D_{0,9} \leq 44 \mu\text{m}$ )
	Carbonato de cálcio 44-194 $\mu\text{m}$	( $D_{0,1} \leq 44 \mu\text{m}$ $D_{0,9} \leq 194 \mu\text{m}$ )
	Carbonato de cálcio 2-44 / 44-194 $\mu\text{m}$	Mistura do carbonato de cálcio 2-44 $\mu\text{m}$ com o carbonato de cálcio 44-194 $\mu\text{m}$ na proporção volumétrica de 1:1
Adensamento	Microesfera de vidro 150-212 $\mu\text{m}$	Sistema tyler: -65+100 -d#=212 $\mu\text{m}$ , +d#=150 $\mu\text{m}$ , d#=181 $\mu\text{m}$
Sedimentação com a TARG	Areia 150-212 $\mu\text{m}$	Sistema tyler: -65+100 -d#=212 $\mu\text{m}$ , +d#=150 $\mu\text{m}$ , d#=181 $\mu\text{m}$
	Carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$	Sistema tyler: -65+100 -d#=212 $\mu\text{m}$ , +d#=150 $\mu\text{m}$ , d#=181 $\mu\text{m}$
Sedimentação com recolhimento de amostras	Carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$	Sistema tyler: -65+100 -d#=212 $\mu\text{m}$ , +d#=150 $\mu\text{m}$ , d#=181 $\mu\text{m}$

\*O símbolo “d#” indica o diâmetro médio de abertura das peneiras, -d# e +d# indicam respectivamente o diâmetro de abertura da peneira no qual o sólido foi passante e retido,  $D_{0,1}$  e  $D_{0,9}$  indicam respectivamente os diâmetros volumétricos das partículas correspondentes a 10% e 90% da distribuição cumulativa (diâmetros de corte).

As amostras de carbonato de cálcio foram adquiridas da empresa Provale Indústria e Comércio S/A em sacos de 25 kg em diversas faixas granulométricas.

No caso do Carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , tais amostras foram obtidas por meio de peneiramento ( $-d=212 \mu\text{m}$ ,  $+d=150 \mu\text{m}$ ). Para isso, foi utilizado o agitador de peneiras Retsch As300. O peneiramento era realizado durante o período de duas horas e a quantidade de amostra adicionada no agitador era de aproximadamente 1,3 kg.

Para o Carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$ , (utilizadas nos ensaios de adensamento e filtração), tais amostras foram utilizadas conforme enviado pela fornecedora Provale (sem o uso de peneiramento). Segundo a empresa os sacos do carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$  possuíam os diâmetros volumétricos das partículas correspondentes a 10% e 90% da distribuição cumulativa de aproximadamente,  $D_{0,1} \approx 2 \mu\text{m}$  e  $D_{0,9} \approx 44 \mu\text{m}$ .

A areia foi adquirida do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) (areia normal brasileira fina) em sacos de 20 kg. Segundo informações do instituto, o produto adquirido possuía o teor de sílica no valor de 97,43%.

As microesferas de vidro foram obtidas da empresa Potters Industrial Ltda. Vale mencionar que a Areia 150-212  $\mu\text{m}$  e as Microesferas de vidro 150-212  $\mu\text{m}$  também foram obtidas por meio de peneiramento seguindo o mesmo procedimento descrito para o Carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ .

As faixas granulométricas para os materiais sólidos utilizadas neste estudo foram escolhidas de acordo com finalidade de cada experimento. No caso dos ensaios de adensamento e filtração (em que são determinadas as relações constitutivas para pressão e permeabilidade) foram utilizados os carbonatos 2-44  $\mu\text{m}$  e a mistura do carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$  com o carbonato de cálcio 44-194  $\mu\text{m}$ . Tais materiais foram escolhidos por serem comumente utilizados como aditivos obturantes em fluidos de perfuração para a formação do reboco.

No caso dos ensaios de sedimentação, escolheu-se uma distribuição de tamanho de partículas em que a variação da concentração de sólidos ao longo do tempo nos fluidos utilizados não ocorria de maneira nem muito rápida e nem muito lenta, possibilitando desta forma, estudar com clareza o fenômeno de sedimentação.

As microesferas de vidro foram utilizadas para avaliar o efeito da reologia dos fluidos (newtoniano e não-newtoniano) na compactação final do sedimento. Desta

forma, foi escolhida uma faixa de tamanhos de partículas em que após um período tempo não muito longo, não haveria modificações na compactação final do sedimento.

### 3.1.1 Caracterização dos materiais sólidos

Para a caracterização dos materiais sólidos, primeiramente realizou-se o quarteamento dos materiais particulados de modo a obter-se uma amostra que representasse corretamente todo o sólido (Figura 3.1).

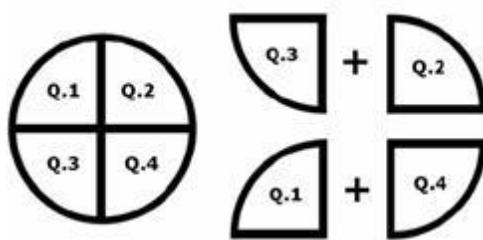


Figura 3.1 - Representação esquemática do quarteamento de amostras.

Para a realização do quarteamento, separava-se uma quantidade significativa de material e com uma espátula dividia-se a amostra em quatro partes. Em seguida era feita a separação das duas partes opostas para posteriormente serem misturadas (conforme ilustrado na Figura 3.1). Este procedimento era repetido até a obtenção da quantidade de material necessária.

Após o quarteamento, os sólidos eram inseridos em uma estufa para a retirada de umidade. Em seguida, o material era resfriado em um dessecador e devidamente vedado. Após a realização de tais procedimentos, o sólido estava disponível para a realização de análises ou testes experimentais.

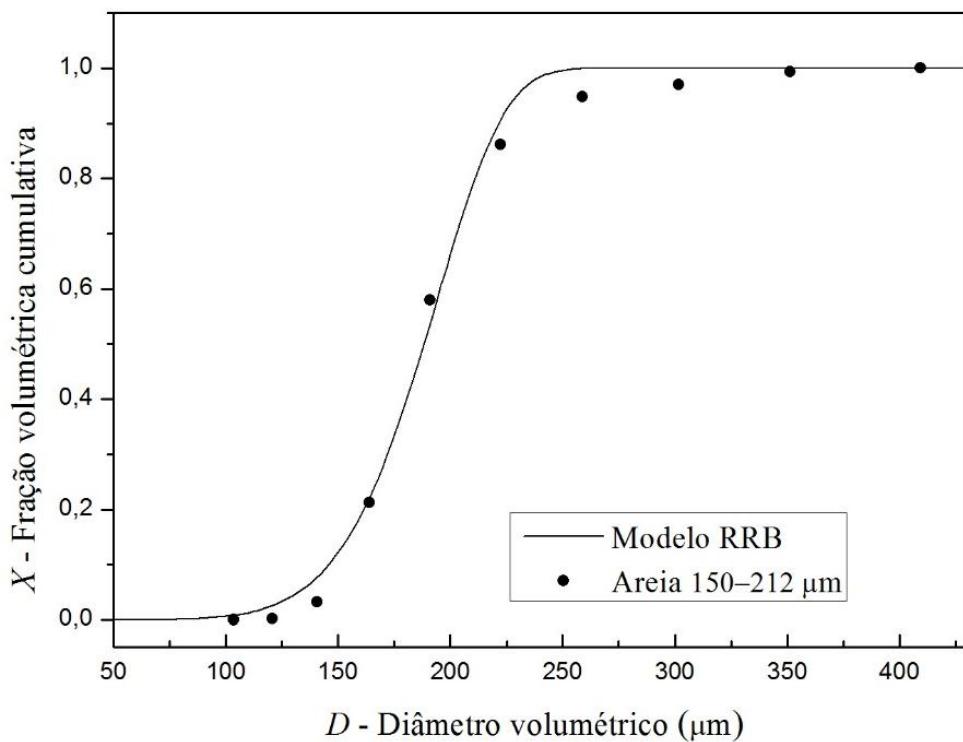
A densidade dos sólidos foi determinada por picnometria a gás hélio (Picnômetro AccuPyc 1330), os resultados obtidos para os sólidos estão dispostos na Tabela 3.2.

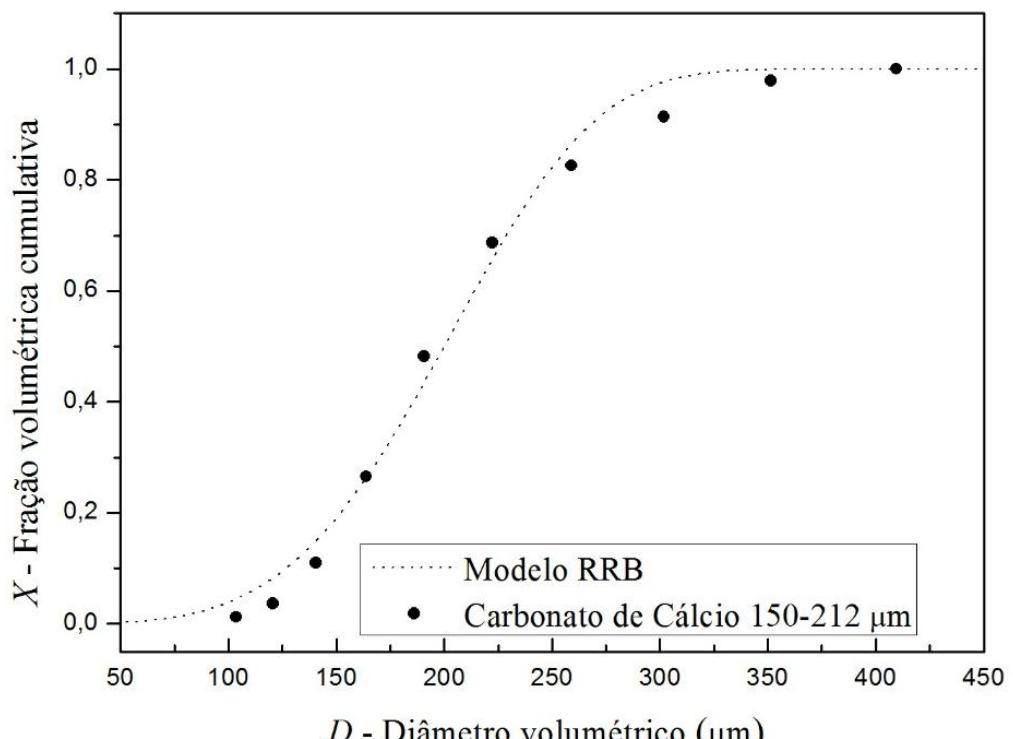
Tabela 3.2 - Densidade dos sólidos estudados.

Sólido	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Desvio Padrão (g/cm <sup>3</sup> )
Carbonato de cálcio 2-44 µm	2,84	0,01
Carbonato de cálcio 2-44 / 44-194 µm	2,81	0,01
Carbonato de cálcio 150-212 µm	2,824	0,009
Microesferas de vidro 150-212 µm	2,42	0,01
Areia 150-212 µm	2,72	0,01

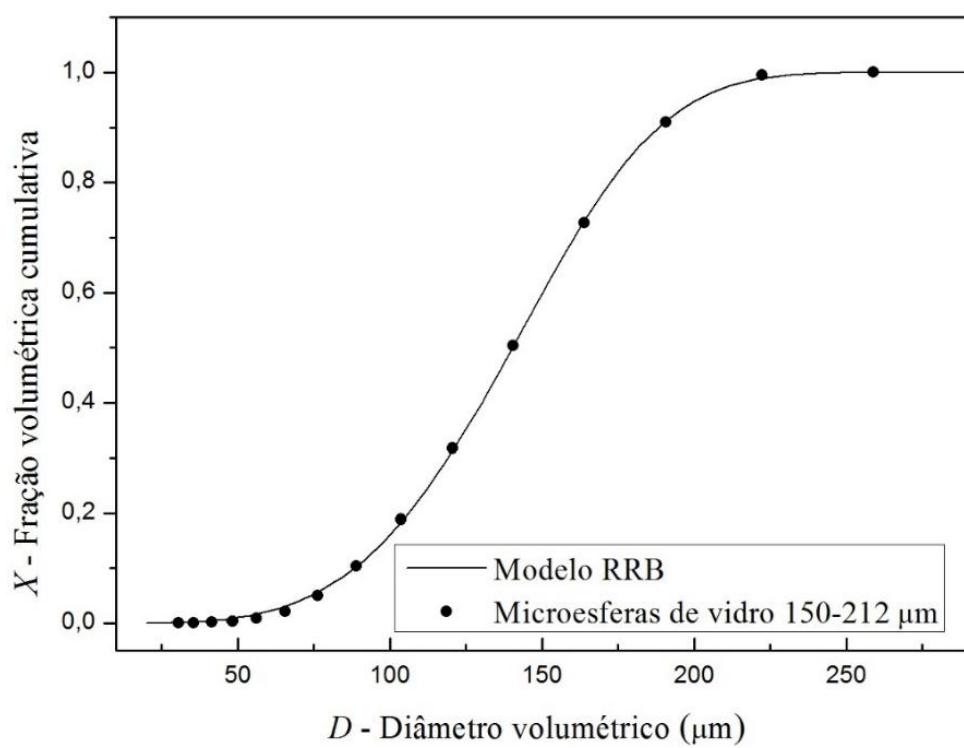
### 3.1.1.1 Análise granulométrica

As análises granulométricas dos materiais foram obtidas com o uso do granulômetro Malvern Mastersizer Microplus MAF 5001®. A Figura 3.2d apresenta a distribuição cumulativa obtida para os carbonatos utilizados nos ensaios de adensamento e filtração (ensaios estáticos). Na Figura 3.2a e 3.2b são mostradas as distribuições granulométricas dos materiais sólidos utilizados nos ensaios de sedimentação (ensaios dinâmicos). Os diâmetros volumétricos das partículas correspondentes a 10% ( $D_{0,1}$ ), 50% ( $D_{0,5}$ ) e 90% ( $D_{0,9}$ ) da distribuição cumulativa, juntamente com o diâmetro médio de Sauter ( $D_{3,2}$ ) estão dispostos na Tabela 3.3:

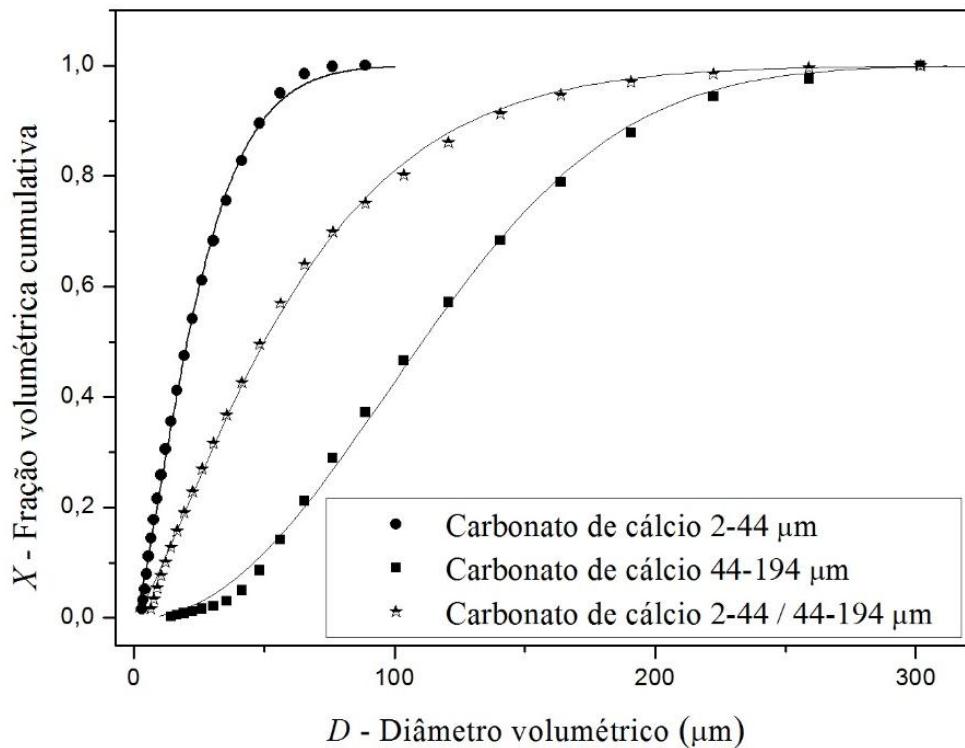




b) Carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ .



c) Microesferas de vidro 150-212  $\mu\text{m}$ .



d) Carbonatos utilizados nos ensaios de adensamento e filtração

Figura 3.2 - Distribuição de tamanho das partículas para materiais sólidos utilizados neste trabalho.

Tabela 3.3 - Diâmetro volumétrico das partículas.

Sólido	$D_{0,1}$ (μm)	$D_{0,5}$ (μm)	$D_{0,9}$ (μm)	$D_{3,2}$ (μm)
Carbonato de cálcio 2-44 μm	5,39	20,48	48,80	12,84
Carbonato de cálcio 2-44 / 44-194 μm	12,11	48,73	134,71	29,73
Areia 150-212 μm	152,65	184,90	234,99	184,75
Carbonato de cálcio 150-212 μm	138,65	193,21	293,49	188,55
Microesferas de vidro	88,17	140,12	188,01	127,16

O ajuste de Rosin-Rammler-Bennet (RRB), apresentado pela Equação (3.1), foi o que apresentou o melhor ajuste para a distribuição granulométrica das partículas.

$$X = 1 - \exp\left(-\left(\frac{D}{D^*}\right)^n\right) \quad (3.1)$$

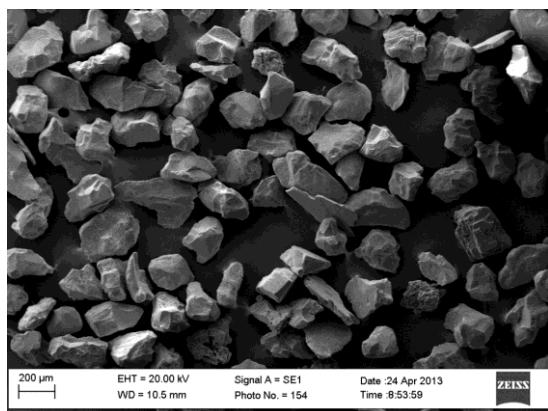
em que  $X$  é a fração volumétrica de partículas com diâmetro menor ou igual a  $D$ . Os parâmetros estimados do modelo, juntamente com o coeficiente de correlação linear ( $r$ ) estão dispostos na Tabela 3.4:

Tabela 3.4 - Parâmetros estimados para o modelo RRB.

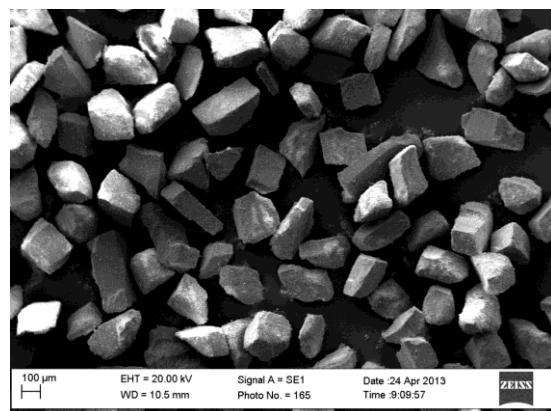
Sólido	$D' (\mu\text{m})$	$n$	$r$
Carbonato de cálcio 2-44 $\mu\text{m}$	26,79	1,36	0,999
Carbonato de cálcio 2-44 / 44-194 $\mu\text{m}$	66,91	1,26	0,998
Areia 150-212 $\mu\text{m}$	197,79	7,37	0,997
Carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$	218,67	4,11	0,995
Microesferas de vidro 150-212 $\mu\text{m}$	153,37	4,07	0,999

### 3.1.1.2 Determinação da esfericidade dos materiais sólidos

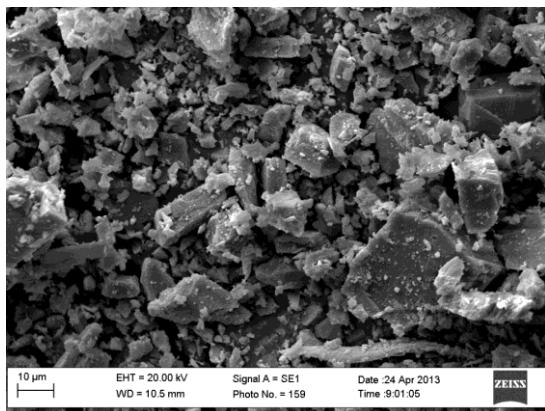
A análise visual das partículas foi obtida com o auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) Zeiss, modelo EVO MA 10, com detector de elétrons secundários. Para isso, as amostras eram inicialmente secadas em um estufa e em seguida metalizadas com uma fina camada de ouro em um Sputtering Leica modelo SCD 050. As imagens obtidas estão mostradas na Figura 3.3.



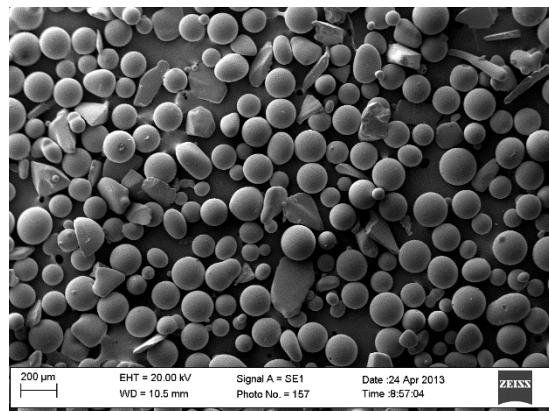
a) Areia 150-212  $\mu\text{m}$



b) Carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$



c) Carbonato de cálcio 2-44 µm



d) Microesferas de vidro 150-212 µm

Figura 3.3 - Análise visual dos materiais sólidos utilizados neste estudo utilizando microscópio eletrônico de varredura.

Com a determinação da imagem dos sólidos, a esfericidade aproximada dos materiais foi estimada utilizando a tabela comparativa proposta por Rittenhouse (1943), mostrada no Anexo 1 deste trabalho. Os resultados estimados para a esfericidade estão dispostos na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Esfericidade aproximada dos sólidos estudados.

Sólido	Esfericidade
Carbonato de cálcio 2-44 µm	0,60
Areia 150-212 µm	0,77
Carbonato de cálcio 150-212 µm	0,79
Microesferas de vidro 150-212 µm	0,90

### 3.1.2 Fluidos newtonianos e não-newtonianos

Neste estudo, os ensaios de sedimentação foram conduzidos com o uso de soluções aquosas de glicerina a 92% v/v (GL), soluções aquosas de carboximetilcelulose a 0,6% m/m (CMC) e soluções aquosas de goma xantana a 0,2% m/m (GX). Nos ensaios de adensamento e filtração em algumas situações utilizou-se água destilada para a realização dos experimentos.

#### a) Glicerina

O glicerol é um composto orgânico pertencente à função álcool. Denominado oficialmente de propano-1,2,3-triol pela International Union of Pure and Applied

Chemistry (IUPAC), tal composto encontra-se no estado líquido à temperatura ambiente, possui elevada viscosidade e é solúvel em água e em álcool (MENDES e SERRA, 2012).

Os derivados do glicerol são de grande aplicação em diversas atividades industriais, podendo-se destacar (LARSEN, 2009):

- Utilizado na indústria farmacêutica para a composição de cápsulas;
- Utilizado como emoliente e umectante em cremes dentais e hidratantes para a pele;
- Aumenta a flexibilidade das fibras em tecidos;
- Utilizado como lubrificantes de máquinas que processam alimentos.

O composto glicerol P.A. ACS ( $C_3H_5(OH)_3$ ) industrializado pela empresa Vetec Química Fina Ltda foi utilizado nos ensaios experimentais deste estudo. Segundo informações do fabricante a densidade do composto era de aproximadamente  $\rho_{gl} \approx 1,26$  g/cm<sup>3</sup> e a dosagem mínima do produto era de 99,5%.

As amostras de glicerol utilizadas neste estudo eram diluídas em água com o objetivo de formar soluções aquosas de glicerina. A diluição era necessária para diminuir a viscosidade e permitir a homogeneização das suspensões durante a realização dos ensaios experimentais.

Neste trabalho, as soluções de glicerina foram utilizadas para auxiliar na análise das diferenças existentes entre o comportamento de suspensões sedimentando em fluidos newtonianos e fluidos pseudoplásticos (goma xantana a 0,2% m/m e carboximetilcelulose a 0,6% m/m).

### b) Carboximetilcelulose

O carboximetilcelulose (CMC) é um polímero aniônico derivado da celulose, geralmente comercializado como sal de sódio (carboximetilcelulose de sódio). Tal polímero normalmente apresenta-se como um pó com coloração entre branca e bege, higroscópico e com boa solubilidade em água fria ou quente. Suas aplicações industriais são bastante diversas, desempenhando funções como espessante, estabilizante, viscosificante, redutor de filtrado, agente de volume, estabilizador de espuma etc.

Neste estudo foi adquirida a Carboximetilcelulose Sal Sódico P. A. da empresa Labsynth Produtos para Laboratórios Ltda. Tal produto era dissolvido em água para preparar soluções a 0,6% m/m.

### c) Goma xantana

A goma xantana é um biopolímero de interesse comercial bastante expressivo. Produzida de forma eficiente por bactérias fitopatogênicas do gênero *Xanthomonas*, a xantana apresenta propriedades físico-químicas bastante diferenciadas, podendo-se destacar (GARCÍA-OCHOA et al, 2000; LUVIELMO e SCAMPARINI, 2009):

- Solubilidade em meio aquoso relativamente alta;
- Alto grau de pseudoplasticidade, formando desta forma, soluções de elevada viscosidade mesmo quando utilizada em baixas concentrações;
- Resistência à degradação sob condições de elevadas temperaturas e a oscilações de pH.

Por possuir tais propriedades, a goma xantana apresenta inúmeras vantagens como espessante, estabilizante, agente dispersante e viscosificante, sendo, por isso, utilizada em diversos tipos de indústrias. Segundo Born et al. 2002, cerca de 65% da goma xantana produzida é utilizada na indústria de alimentos, 15% na indústria petrolífera e 20% em aplicações diversas.

Na indústria petrolífera, a goma xantana tem sido utilizada como agente viscosificante para o desenvolvimento de fluidos do tipo drill-in. Tais fluidos são especificados para a perfuração em rochas-reservatório, possuindo normalmente em sua composição aditivos poliméricos e agentes obturantes (WALDMANN, 2005; QUEIROZ NETO et al. 2007).

#### 3.1.2.1 Preparo das soluções de goma xantana e de carboximetilcelulose

As soluções de goma xantana e carboximetilcelulose utilizadas foram preparadas respectivamente nas concentrações mássicas de 0,2% e de 0,6%. Tais concentrações foram escolhidas por possuírem (dentro das condições experimentais deste estudo) a viscosidade aparente relativamente próxima das soluções de glicerina utilizadas. A goma xantana foi fornecida pelo CENPES/PETROBRAS.

Para a preparação das soluções de goma xantana e carboximetilcelulose, os aditivos eram adicionados um a um, seguindo a ordem e as quantidades apresentadas nas Tabelas 3.6 e 3.7:

Tabela 3.6 - Preparo das soluções de GX 0,2% m/m.

Componente	Quantidade
Água destilada	998 mL
Formaldeído 36,5 – 38% m/m	2,0 mL
Goma xantana	2,0 g

Tabela 3.7 - Preparo das soluções de CMC 0,6% m/m.

Componente	Quantidade
Água destilada	994 mL
Formaldeído 36,5 – 38% m/m	6,0 mL
Carboximetilcelulose	6,0 g

Para promover a dispersão da goma xantana e do carboximetilcelulose em meio aquoso, foi utilizado o agitador de hélice modelo RW 20D2Mn da fabricante Ika Labortech. A adição dos polímeros era realizada lentamente (para evitar a formação de flocos) e sob agitação que era gradativamente aumentada de 0 até 1800 rpm. Após a completa adição dos materiais, o sistema ainda era mantido sob agitação constante por um intervalo de 10 minutos para garantir a sua completa dissolução. Por fim, com o completo preparo da solução (GX ou CMC), o recipiente era vedado e deixado em repouso por 24 horas para a hidratação do polímero e a consequente estabilidade da viscosidade aparente da solução.

O formaldeído estava presente na composição da solução com a finalidade de impedir a proliferação de microrganismos que degradam o polímero. Desta maneira, a adição deste biocida auxiliava na estabilização das características reológicas da solução por um período de tempo maior.

Na literatura não existe, *a priori*, uma recomendação específica entre as quantidades de formaldeído que devem ser utilizadas no preparo das soluções de goma xantana. Por isso, optou-se por utilizar a relação proposta por Pereira (2006). O autor sugeriu que o volume de formaldeído adicionado no preparo da solução em mililitro deveria ser numericamente igual a massa adicionada em gramas. Por exemplo, se dois gramas de goma xantana eram utilizados, então, adicionava-se dois mililitros de

formaldeído para o preparo da solução. No trabalho de Pereira (2006), a adição de formaldeído seguindo a formulação proposta, manteve as soluções de goma xatana conservadas por 22 dias. Após este tempo, foi verificado apreciável queda na reologia do fluido e mudança em sua aparência, como o escurecimento da solução e formação de bolor. Vale ressaltar que no preparo das soluções de carboximetilcelulose foi adotado o mesmo procedimento em relação a quantidade de formaldeído adicionado.

### **3.1.2.2 Comportamento reológico das soluções utilizadas**

Este trabalho empregou quatro técnicas para a caracterização dos fluidos utilizados: a) reogramas e diagramas de viscosidade x taxa de deformação, b) a técnica de histerese, c) mudanças do tipo degrau na taxa de deformação e d) testes a taxa de deformação constante. Tais técnicas visam determinar todas as características não-newtonianas presentes nos fluidos utilizados por este trabalho. Desta forma, na sequência, serão apresentadas a descrição destas técnicas.

#### **a) As curvas de escoamento e os diagramas de viscosidade em função da taxa de deformação**

Os gráficos que relacionam a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação são denominados de curvas de escoamento ou reogramas. Para um fluido newtoniano, são retas que partem da origem com inclinação “ $\mu$ ”. Para os fluidos não-newtonianos, verifica-se que a curva de escoamento segue uma tendência não linear ou mesmo, uma tendência linear que não passa pela origem.

No caso dos fluidos não-newtonianos com viscosidade aparente dependente do tempo, verifica-se que os valores da viscosidade variam ao longo do tempo, após iniciar a aplicação de uma taxa de deformação constante em um fluido previamente deixado em repouso. Neste contexto, a obtenção das curvas de escoamento para fluidos com características reológicas dependentes do tempo deve ser feita com procedimentos especiais.

Segundo Mendes (2013) para construir um reograma nestes tipos de fluidos, deve-se obter apenas os resultados em que a tensão de cisalhamento (ou viscosidade) não varia mais com o tempo. Segundo o autor, o tempo necessário para a tensão de cisalhamento estar em uma condição de estado estacionário ( $t_c$ ) varia com a grandeza da taxa de deformação imposta ao fluido. Assim, o tempo,  $t_c$ , costuma ser de

aproximadamente:  $t_c=1/\gamma$ . Por tal motivo, verifica-se a necessidade de elevados tempos de espera para as condições em que as taxas de deformação são muito baixas.

Neste contexto, os reogramas e os diagramas de viscosidade foram obtidos neste trabalho, de modo que o tempo em que a taxa de deformação imposta ao fluido era suficientemente grande para a tensão de cisalhamento (ou a viscosidade) não variar mais com o tempo.

Tais ensaios foram realizados no Laboratório de Fluidos (IRF) do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da Petrobras (CENPES), no Rio de Janeiro, utilizando o reômetro Anton Paar MCR302.

Para as soluções de GX 0,2% m/m e CMC 0,6% m/m, os reogramas e os diagramas de viscosidade foram obtidos para taxas de deformações que variaram de 0,01 a 100 s<sup>-1</sup>. No caso das soluções GL 92% v/v por questões de sensibilidade do reômetro, a viscosidade e a tensão de cisalhamento foram obtidas para taxas de deformações que variaram no intervalo de 0,1 a 100 s<sup>-1</sup>.

### b) Histerese

A técnica de histerese foi introduzida por Green e Weltmann (1943). Tal técnica consiste em aumentar continuamente a taxa de deformação de zero até algum valor máximo e em seguida reduzir a taxa de deformação na mesma velocidade para o valor inicial. Desta forma, caso a amostra possua características tixotrópicas, verifica-se um ciclo de histerese para a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, conforme ilustrado na Figura 3.4 (CHHABRA, 2007; MEWIS e WAGNER, 2009).

Segundo Chhabra e Richardson (2008) a altura, a forma e a área do ciclo de histerese estão relacionadas com a duração do cisalhamento, com a taxa em que a deformação foi aumentada ou diminuída e com a história cinemática da amostra. Sabe-se também que quanto maior for a área formada pelo ciclo, maior o comportamento dependente do tempo do fluido.

De acordo com Mewis e Wagner (2009), os fluidos tixotrópicos exibem pequena diferença entre as curvas crescentes e decrescentes quando se conduz a técnica de histerese com lenta variação na taxa de deformação. Os autores explicam que tal comportamento ocorre, pois, nas análises do fluido realizadas em condições que despendem maior quantidade tempo, as microestruturas do fluido aproximam-se do

estado estacionário. Por este motivo, verifica-se uma pequena diferença entre as curvas de ida e de volta.

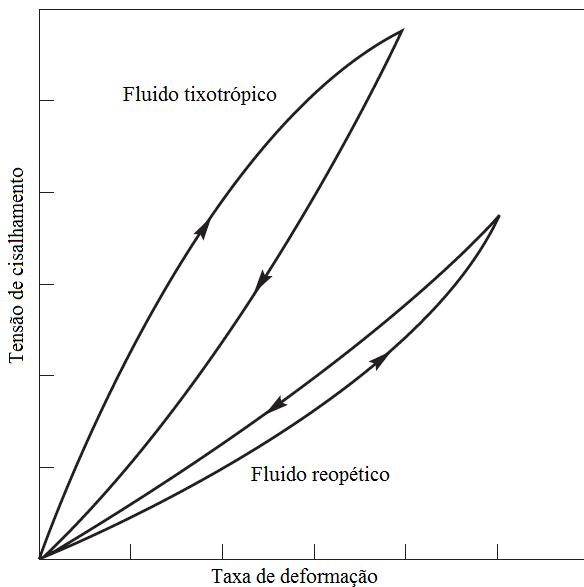


Figura 3.4 – Ilustração da técnica de histerese de um fluido dependente do tempo (adaptado de CHHABRA, 2007).

Conforme visto, os trabalhos da literatura mencionam que os resultados obtidos para a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação de um fluido tixotrópico dependem da maneira com a qual o teste foi realizado. Apesar disto, para utilizar a técnica de histerese, não existe, *a priori*, uma recomendação específica relacionada ao tempo com o qual os testes devem ser conduzidos.

Neste trabalho, a técnica de histerese foi conduzida ao aplicar uma taxa de deformação de  $200\text{ s}^{-1}$ . Em seguida as amostras eram deixadas em repouso por um período de 20 minutos. Após isto, eram iniciadas as medidas da tensão de cisalhamento enquanto a taxa de deformação aplicada ao fluido era aumentada até um valor pré-determinado ( $100\text{ s}^{-1}$ ), produzindo taxas de deformações crescentes. Posteriormente, a taxa de deformação era reduzida até aproximadamente zero, produzindo taxas de deformações decrescentes nas soluções.

Este ensaio foi realizado no Laboratório de Fluidos (IRF) do Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da Petrobras (CENPES), utilizando o Reômetro Anton Paar MCR302.

### c) Mudanças do tipo degrau na taxa de deformação

Segundo Mewis e Wagner (2009), pode-se avaliar a presença de viscoelasticidade em um fluido tixotrópico a partir de um teste degrau na taxa de deformação. Em tal experimento avalia-se a tensão de cisalhamento com o tempo como resposta ao se reduzir bruscamente a taxa de deformação de um valor  $\gamma_1$  para  $\gamma_2$ .

Os comportamentos exibidos por diferentes tipos de fluidos (newtonianos e não-newtonianos) ao utilizar mudanças do tipo degrau na taxa de deformação, são mostrados na Figura 3.5. A Figura 3.5b apresenta o típico comportamento de um fluido newtoniano. A Figura 3.5c, o comportamento típico de um fluido viscoelástico. Neste caso, após a redução brusca na taxa de deformação, verifica-se como resposta o decaimento exponencial na tensão de cisalhamento, tendendo para um novo patamar de tensão, sendo este, menor que a tensão inicial. No caso de um fluido inelástico com características tixotrópicas, verifica-se que ocorre uma redução brusca na tensão de cisalhamento e em seguida a tensão aumenta gradativamente ao longo do tempo (Figura 3.5d). Para um fluido com características tixotrópicas e viscoelásticas verifica-se que a resposta a mudança na taxa de deformação ocorre como uma combinação dos dois tipos, ou seja, uma queda na tensão de cisalhamento, seguido por um relaxamento rápido do fluido e finalmente o aumento gradativo da tensão ao longo do tempo (Figura 3.5e).

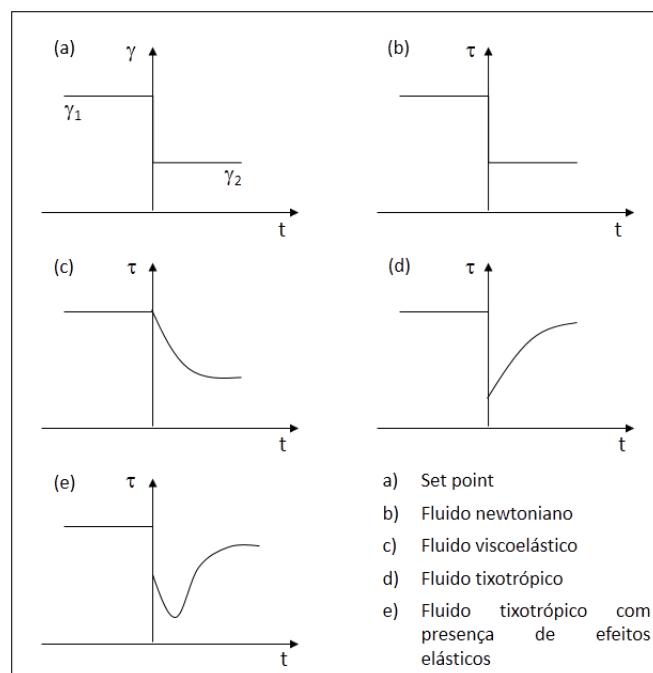


Figura 3.5 - Ilustração da tensão de cisalhamento ao longo do tempo em uma típica resposta ao se realizar uma mudança do tipo degrau na taxa de deformação de um valor  $\gamma_1$  para  $\gamma_2$ : a) Set point. b) Resposta para um fluido newtoniano. c) Resposta para fluido viscoelástico. d) Resposta para um fluido tixotrópico. e) Resposta para um fluido tixotrópico com presença de efeitos elásticos (adaptado de MEWIS e WAGNER, 2009).

Neste trabalho, para os três fluidos estudados, foi realizada uma mudança do tipo degrau negativa de  $100\text{ s}^{-1}$  para  $1\text{ s}^{-1}$  na taxa de deformação. O equipamento utilizado na realização deste teste, foi o Reômetro Anton Paar MCR302.

#### d) Testes a taxa de deformação constante

Um experimento que tem sido utilizado em diversos trabalhos para avaliar a presença de tixotropia em materiais é o teste a taxa de deformação constante (conhecidos do termo inglês como “start-up experiments”). Este teste consiste em deixar a amostra previamente em repouso e em seguida aplicar uma taxa de deformação constante. Para um fluido tixotrópico, a taxa de deformação aplicada ao fluido ocasiona um pico na tensão de cisalhamento, seguido por seu decaimento gradual até alcançar a condição de estado estacionário (MEWIS e WAGNER, 2009).

Neste trabalho, para realizar este teste, as amostras foram inicialmente submetidas a um cisalhamento intenso (taxa de deformação de  $200\text{ s}^{-1}$ ) durante o período de 1 minuto. Em seguida as amostras eram deixadas em repouso durante o período de 10 segundos. Após o período estático, o fluido era submetido a uma taxa de deformação constante de  $0,5\text{ s}^{-1}$  durante o tempo de 1 minuto, medindo-se então a tensão de cisalhamento. Os testes foram repetidos também para os períodos de repouso de 10 minutos e 30 minutos. O cisalhamento intenso no início do ensaio ( $200\text{ s}^{-1}$ ) tinha como objetivo, quebrar qualquer estrutura gelificada existente no fluido.

O aumento súbito verificado na tensão de cisalhamento como resposta ao início do escoamento costuma ser avaliado a partir do tempo em que a amostra foi deixada em repouso. Desta forma, a partir de um gráfico que consta os valores do pico de tensão em função do tempo em que a amostra foi deixada em repouso, pode-se avaliar a recuperação da viscosidade aparente em função do tempo de repouso (MEWIS e WAGNER, 2009).

Neste contexto, para as soluções de GX 0,2% m/m, também foram obtidas a viscosidade aparente para tempos de repouso que variaram de 1 a 3600 segundos. As taxas de deformação imposta nas soluções após o período de repouso eram de  $3$  e  $5\text{ s}^{-1}$ . Vale ainda ressaltar que antes do período de repouso as amostras eram submetidas a um cisalhamento intenso de ( $200\text{ s}^{-1}$ ) para quebrar qualquer estrutura gelificada presente no fluido.

Estes ensaios foram realizados na faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, utilizando o Reômetro Brookfield R/S Plus..

### **3.2 Metodologia experimental**

Neste trabalho, os ensaios experimentais foram realizados nas dependências dos laboratórios da Unidade Avançada de Pesquisa da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

Os experimentos foram conduzidos utilizando basicamente duas unidades experimentais, sendo uma construída para a realização de testes de sedimentação com recolhimento de amostras (ensaios destrutivos).

Na outra unidade eram realizados experimentos de medidas indiretas de concentração local de sólidos, por meio da técnica de atenuação de raios- $\gamma$ . Nesta unidade, eram conduzidos ensaios de sedimentação em batelada (testes dinâmicos), assim como, ensaios de adensamento e filtração (testes estáticos)

#### **3.2.1 A unidade experimental de aplicação de radioisótopos**

A utilização de medidas não-destrutivas para a análise da sedimentação de materiais particulados é uma alternativa bastante viável quando a simples amostragem não pode ser empregada por interferir na configuração e na estabilidade do meio.

Neste trabalho, uma unidade de aplicação de radioisótopos foi utilizada para o monitoramento da concentração local de sólidos. A unidade possuía uma fonte selada de raios- $\gamma$  proveniente de um cilindro de amerício-241 ( $^{241}\text{Am}$ ). Segundo a fabricante Amersham (atual GE Healthcare), o radioisótopo adquirido possuía em 22 de setembro de 1995 a atividade de 100 mCi.

A fonte de amerício-241 encontrava-se no interior de uma blindagem de chumbo com dimensões externas de 10,0 cm x 9,0 cm x 7,0 cm. O bloco de chumbo em sua parte frontal possuía um orifício central de aproximadamente 5 mm que funcionava também como um colimador dos raios- $\gamma$ . Desta forma, os feixes de radiação atravessavam o orifício com baixa divergência e direcionados para outro bloco de chumbo que também possuía um orifício onde estava contido o módulo primário do sistema de detecção de radiação (cristal cintilador, válvula fotomultiplicadora e pré-amplificador).

A colimação de raios- $\gamma$ , além de ser fundamental para o correto uso e aplicação da técnica de atenuação de raios gama, também impedia a exposição do operador à radiação, visto que os feixes colimados eram direcionados diretamente para o sistema de detecção e os não colimados eram atenuados pela blindagem de chumbo.

A pequena espessura dos orifícios presentes nos blocos de chumbo exigia um alinhamento preciso entre a fonte e o sistema de detecção. Tal alinhamento foi conseguido, após sucessivas alterações na posição do bloco de chumbo em que estava contido o radioisótopo. Desta maneira foi estabelecida a posição que forneceu a maior contagem de pulsos de radiação.

A unidade de aplicação de radioisótopos utilizada por este trabalho era constituída basicamente por uma fonte de amerício-241, um tubo de vidro, um sistema de detecção de radiação. O sistema de detecção era constituído por um módulo primário (cristal que produz cintilação ao absorver os fótons gama acoplado a uma válvula foto multiplicadora e um pré-amplificador) e um módulo secundário (constituído por fonte de alta tensão, contador de pulsos, amplificador e o analisador de canais SCA).

O conjunto contendo a fonte e o módulo primário era sustentado por uma plataforma, que podia ser movida verticalmente, permitindo a realização de medidas desde a base da proveta de testes ( $z=0$ ) até o topo da coluna de suspensão. No aparato, também se podia verificar um computador que era utilizado para receber os valores numéricos de contagens de pulsos (Figura 3.6).

Conforme pode-se observar na Figura 3.6, as partes principais do sistema de detecção de radiação eram constituídas por um detector de cintilação, uma válvula fotomultiplicadora, uma fonte de alta tensão, um contador de pulsos, um amplificador, um analisador de canais SCA e uma placa de aquisição de dados. Tais dispositivos foram adquiridos da fabricante Ametek-Ortec, e suas funções e detalhes de funcionamento estão comentados na Tabela 3.8.

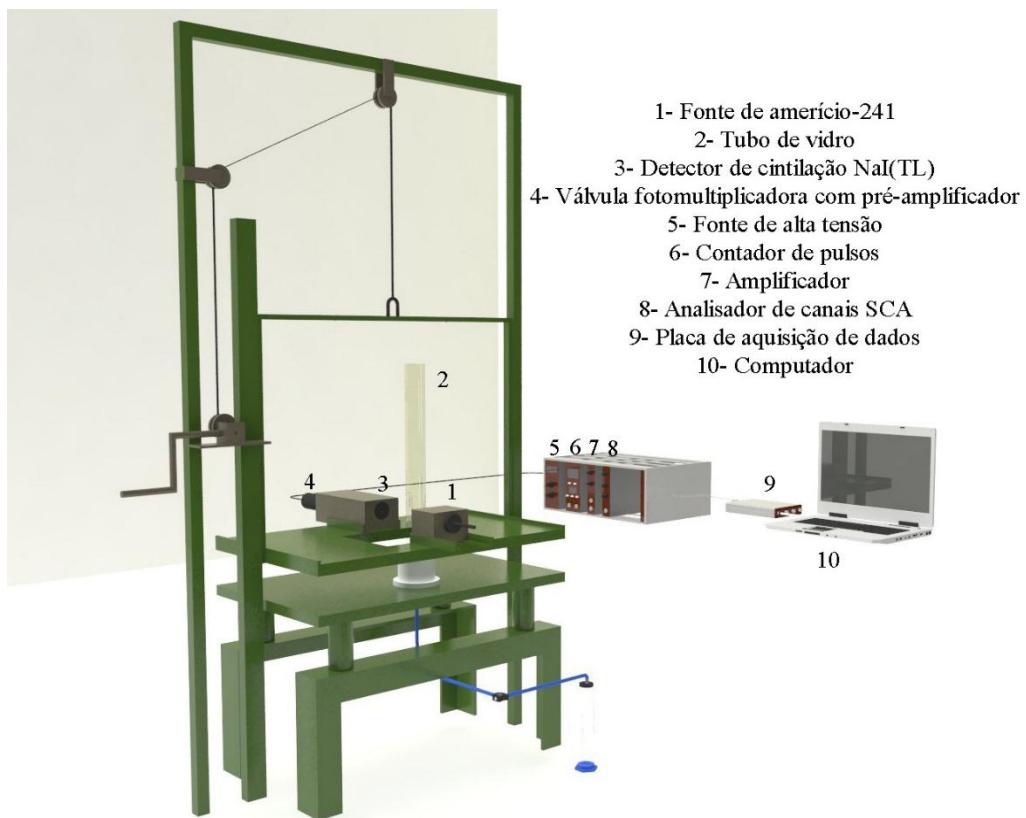


Figura 3.6 - Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos.

Os detalhes da unidade experimental são mostrados nas Figuras 3.7 a 3.10

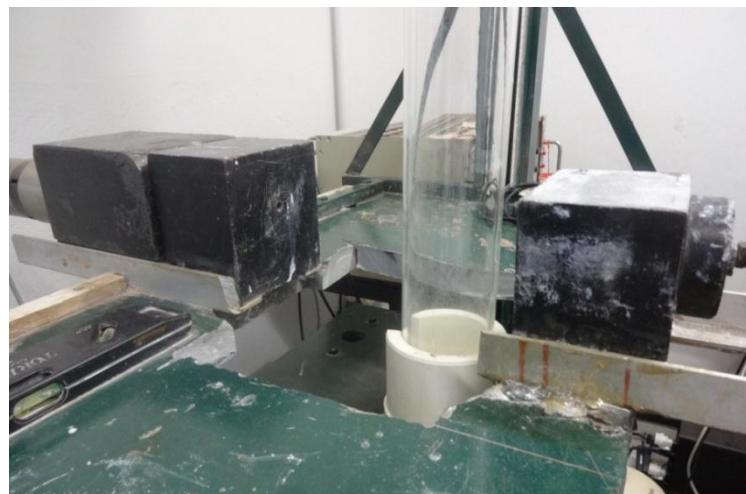


Figura 3.7 – Detalhes do sistema fonte-detecção.



Figura 3.8 - Válvula fotomultiplicadora com pré-amplificador (2) acoplado ao detector de cintilação NaI(Tl) (1).



Figura 3.9 – Módulo secundário do sistema de detecção em que pode-se observar da esquerda para direita a fonte de alta tensão, o contador de pulsos, o amplificador e o analisador de canais SCA.



Figura 3.10 - Placa de aquisição de dados.

Tabela 3.8 - Funções dos dispositivos constituintes do sistema de detecção de radiação.

<b>Dispositivo</b>	<b>Função</b>
Detector de cintilação NaI(TL) modelo 905-3	Constituído por cristais de iodeto de sódio ativado por tálio. Tal módulo de detecção interage com a radiação gama, emitindo energia na forma de ondas eletromagnéticas que se encontram na faixa de luz visível. A quantidade de energia emitida pelo cristal é diretamente proporcional com a intensidade de radiação que chega ao detector.
Tubo fotomultiplicador com pré-amplificador modelo 276	O tubo fotomultiplicador converte os fótons de luz emitidos pelo cristal cintilador em pulsos elétricos cuja intensidade é proporcional a energia da radiação que chega ao cintilador. O pré-amplificador altera a impedância do sistema permitindo que os pulsos emitidos pela válvula fotomultiplicadora sejam transmitidos para o amplificador.
Amplificador	Aumenta a largura e a amplitude dos pulsos de forma proporcional as energias que chegaram ao sistema de detecção por cintilação.
Fonte de alta tensão modelo 556	Fornece a tensão necessária para o correto funcionamento do tubo fotomultiplicador.
Analizador de Canais SCA modelo 550A	Seleciona apenas os pulsos que possuem um determinado intervalo de amplitude. Como a amplitude do pulso que saí do amplificador é proporcional a energia de emissão do radioisótopo, se torna possível estabelecer a faixa de amplitude associada ao intervalo de maior energia de emissão do radioisótopo.
Contador de pulsos modelo 871	Quantifica os pulsos selecionados pelo analisador de canais para um determinado tempo de contagem.

Para uma maior compreensão do funcionamento do sistema de detecção de radiação, na Figura 3.11, está ilustrado um esquema com a ordem sequencial com a qual cada dispositivo desempenha sua função até se obter a contagem de pulsos.

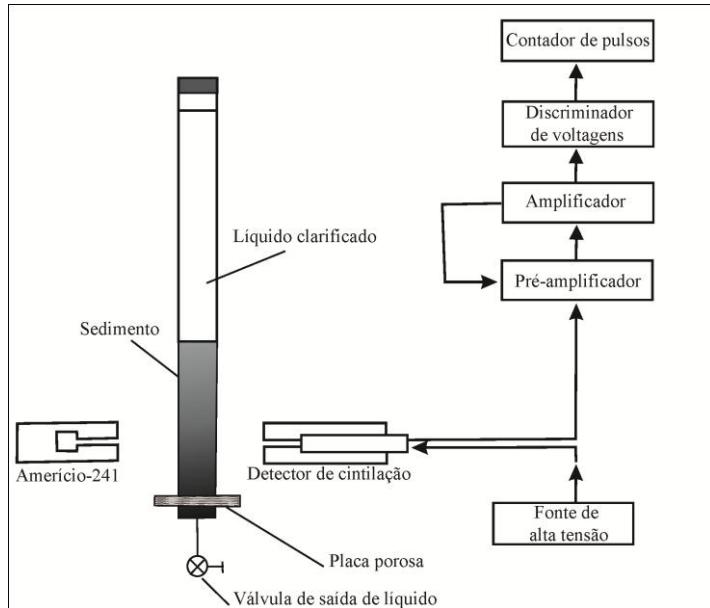


Figura 3.11 - Ilustração da sequência com a qual cada dispositivo do sistema de detecção desempenha sua função até a obtenção da contagem de pulsos (adaptada de DAMASCENO, 1992).

### 3.2.1.1 Efeitos de parede

A presença de fronteiras rígidas pode influenciar nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos, reduzindo a velocidade de sedimentação das partículas. Neste contexto, diversos trabalhos na literatura tem fornecido expressões que relacionam a velocidade terminal da partícula ( $v_t$ ) com a velocidade terminal da partícula isolada ( $v_{t\infty}$ ) (ALMEIDA, 1995; FRANCIS, 1933). Tais expressões normalmente estão associadas com o parâmetro  $\beta$ ,

$$\beta = \frac{d_p}{d_t} \quad (3.2)$$

em que  $d_p$  é o diâmetro da esfera de mesmo volume que a partícula e  $d_t$  o diâmetro do recipiente de testes.

Os valores numéricos do parâmetro  $\beta$  fornecem algumas informações relevantes sobre a influência de contornos rígidos na sedimentação de partículas. Desta forma, quanto mais o valor numérico de  $\beta$  se aproxima de um, maior é a influência dos efeitos de parede. No entanto, quando tal parâmetro está associado a valores muito pequenos (aproximando-se de zero), os efeitos de parede geralmente podem ser negligenciados.

Assim, na Tabela 3.9, estão dispostos os valores calculados de  $\beta$  para o caso da sedimentação gravitacional desenvolvida por este trabalho. Para o cálculo de tal parâmetro, utilizou-se como dimensão característica das partículas, os diâmetro médios de Sauter ( $D_{3,2}$ ) de cada sólido (carbonato e areia). Vale mencionar que o diâmetro interno da proveta de testes ( $d_t$ ) utilizada neste estudo era de 53,45 mm.

Tabela 3.9 – Valores numéricos do parâmetro  $\beta$  para os sólidos utilizados nos ensaios de sedimentação gravitacional.

Material sólido	$\beta$
Carbonato de cálcio 150-212 $\mu\text{m}$	0,003
Areia 150-212 $\mu\text{m}$	0,003

Conforme pode ser observado na Tabela 3.9, os valores de  $\beta$  eram muito pequenos e tendiam a zero. Por este motivo, os efeitos de parede foram negligenciados na análise dos resultados e discussões apresentadas no Capítulo 4 deste estudo.

### 3.2.1.2 O Radioisótopo Amerício-241

As propriedades nucleares do amerício-241 são bastante favoráveis para a sua utilização em diversas atividades relacionadas a pesquisa científica, indústria e medicina. Neste contexto, as principais características que influenciaram na escolha do Am-241 para o desenvolvimento deste trabalho, estão devidamente mencionadas na sequência.

- O longo tempo de meia vida do Am-241 (aproximadamente 432,6 anos), evita a necessidade de correções na contagem dos pulsos devido ao decaimento radioativo do material (HAMACHER, 1978).
- A energia predominante dos fótons gama provenientes do Am-241 é de aproximadamente 60 keV. Tal energia requer pequenas espessuras de chumbo para uma eficiente blindagem quando comparadas com outros radioisótopos de maior energia, como o cobalto-60 ou o césio-137. No entanto, a radiação gama emitida pelo Am-241 possui energia suficiente para atravessar diversos tipos de suspensões sólido-líquido (mesmo quando submetida a baixas condições de porosidade).

### 3.2.1.3 A técnica de atenuação de raios gama

A variação da intensidade de um feixe monoenergético colimado de raios gama (com energia  $E$ ), que atravessa um meio físico, está relacionada com a densidade e a espessura deste meio, conforme mostra a equação de Lambert:

$$I(E) = I_0 \exp(-\sigma(E)\rho y) \quad (3.3)$$

em que  $I_0$  e  $I$  são respectivamente a intensidade do feixe antes e após a passagem pelo meio físico,  $\sigma$  é o coeficiente de atenuação mássico do meio,  $\rho$  é a densidade do meio e  $y$  é a espessura do meio.

Para o caso particular em que o meio onde incide a radiação é uma suspensão sólido-líquido e o estado de referência é uma solução sem sólidos suspensos, a equação de Lambert pode ser expressa (GARDENY e ELY-JR, 1967):

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \beta \varepsilon_s \quad (3.4)$$

em que  $\beta$  é um parâmetro que deve estimado experimentalmente.

Para o correto uso da Equação (3.4), deve-se primeiramente corrigi-la pelo tempo de resolução do sistema ou tempo morto ( $\tau$ ). O tempo morto é o tempo em que dois registros de fótons consecutivos devem estar separados para serem reconhecidos pelo sistema de detecção. Por este motivo, quando se utiliza um sistema de detecção de radiação, espera-se que o número de contagens registradas seja menor que a quantidade de fótons que realmente alcançam o detector. Neste contexto, a Equação (3.4) pode ser reescrita da seguinte forma,

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = \beta \varepsilon_s \quad (3.5)$$

em que  $R$  é a contagem corrigida do número de pulsos que passam pelo meio físico e  $R_0$  é a contagem corrigida do número de pulsos de radiação que passam pela proveta sem concentração de sólidos. Tais parâmetros, podem ser estimados respectivamente a partir das seguintes relações,

$$R = \frac{I}{1 - \tau I} \quad (3.6)$$

$$R_0 = \frac{I_0}{1 - \tau I_0} \quad (3.7)$$

Na sequência será descrita a metodologia utilizada por este trabalho para a determinação do tempo morto ( $\tau$ ).

### a) O tempo de resolução do sistema

O tempo de resolução do sistema pode ser determinado a partir do método de duas fontes que emitem radiação com diferentes energias, devidamente descrito por Gardney e Ely-Jr (1967). Desta forma, se cada uma das fontes com energias diferentes forem denominadas de fonte A e B, o parâmetro  $\tau$  pode ser estimado pela seguinte equação,

$$\tau = \frac{I_{AB} - I_A - I_B - I_{BG}}{I_A^2 - I_B^2 - I_{AB}^2} \quad (3.8)$$

em que  $I_A$  é a taxa de contagem obtida com a fonte radioativa A,  $I_B$  é a taxa de contagem obtida com a fonte radioativa B,  $I_{AB}$  é a taxa de contagem obtida com as duas fontes radioativas juntas e  $I_{BG}$  é a taxa de contagem do background, ou seja, a contagem obtida associada com a detecção de radiação proveniente de outras fontes que não seja o radioisótopo em questão. Tal contagem pode ser determinada quando a fonte encontra-se totalmente selada, ou seja, com a tampa de chumbo impedindo a colimação dos raios- $\gamma$  em direção ao sistema de detecção.

Para as situações em que existe apenas uma fonte radioativa disponível, Damasceno (1992) fez pequenas modificações na técnica das duas fontes, e, com isso, propôs um método em que era possível com apenas uma fonte, simular duas fontes radioativas. A metodologia proposta por Damasceno consistia na utilização de dois blocos de acrílico com espessuras diferentes, como forma de simular as duas fontes.

Neste trabalho, o tempo morto ( $\tau$ ) foi determinado por meio da técnica dos blocos de acrílico, pois, não haviam disponíveis duas fontes radioativas para a realização deste estudo. Na sequência serão apresentadas as etapas para a determinação do tempo morto, conforme proposto por Damasceno (1992).

1º passo – Adquiriram-se dois blocos de acrílico com espessuras diferentes, designados como bloco x e bloco y.

2º passo – Mediú-se a taxa de contagem que alcançou o detector sem que houvesse qualquer obstáculo entre a fonte e o detector.

3º passo – Mediú-se a taxa de contagem obtida com os dois blocos de acrílicos juntos.

4º passo – Calculou-se a diferença entre o primeiro e o segundo passo. Tal diferença era considerada como a taxa de contagem obtida simulando as duas fontes radioativas juntas, ou seja,  $I_{AB}$ .

5º passo – Colocou-se um dos blocos de acrílico (bloco x) em frente a fonte para a obtenção da taxa de contagem.

6º passo – Calculou-se a diferença entre a taxa de contagem obtida no 2º e no 5º passo. Tal diferença era considerada como a taxa de contagem simulando a fonte radioativa A, ou seja,  $I_A$ .

7º passo – Colocou-se o outro bloco de acrílico (bloco y) em frente a fonte para a obtenção da taxa de contagem.

8º passo – Calculou-se a diferença entre a taxa de contagem obtida no 2º e no 7º passo. Tal diferença era considerada como a taxa de contagem recebida simulando a fonte radioativa B, ou seja,  $I_B$ .

9º passo – Mediú-se a taxa de contagem quando a fonte radioativa encontrava-se totalmente selada, e, assim, foram obtidas as taxas de contagens do background ( $I_{BG}$ ).

Na Tabela 3.10 constam os valores de  $I_A$ ,  $I_B$ ,  $I_{AB}$  e  $I_{BG}$  obtidos por este trabalho.

Tabela 3.10 - Parâmetros para a estimativa do tempo morto.

	Taxa de contagem ( $s^{-1}$ )
$I_A$	0,31
$I_B$	802,08
$I_{AB}$	720,38
$I_{BG}$	1417,54

Com os valores de  $I_A$ ,  $I_B$ ,  $I_{AB}$  e  $I_{BG}$  determinados experimentalmente, e utilizando a Equação (3.8) foi possível estimar o tempo morto,  $\tau = (1,24 \times 10^{-4} \pm 1,08 \times 10^{-5}) s^{-1}$

### b) As curvas de calibração para as suspensões estudadas

Para estudar a sedimentação de suspensões a partir do conhecimento da variação da concentração local de sólidos ao longo do tempo, deve-se estimar parâmetro  $\beta$  presente na Equação (3.5). Tal parâmetro foi obtido com a obtenção de uma curva de calibração específica para cada suspensão estudada.

### **3.2.1.4 Os experimentos realizados na unidade de aplicação de radioisótopos**

Na unidade experimental de aplicação de radioisótopos foram realizados dois tipos de experimentos, sendo um realizado por meio de testes de sedimentação em batelada com o monitoramento da variação da concentração local de sólidos ao longo do tempo para diversas posições da proveta (ensaios dinâmicos).

O outro experimento era realizado por meio de testes de adensamento e filtração com a determinação da porosidade ao longo da estrutura de sedimentos formados na base da proveta de testes (ensaios estáticos).

#### **3.2.1.4.1 Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições da proveta de testes (ensaios dinâmicos)**

Os ensaios relativos ao monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo foram realizados com o intuito de compreender melhor o comportamento dinâmico de suspensões sedimentando em fluidos newtonianos e pseudoplásticos. Para a realização deste tipo de experimento foi utilizado um recipiente de vidro (denominado neste trabalho de proveta de testes A).

Neste contexto, a proveta de testes A era inserida na unidade experimental de radioisótopos e, em seguida, iniciava-se a adição do fluido e do material particulado (previamente pesado para a concentração volumétrica inicial desejada).

Com o fluido e o material particulado adicionado, iniciava-se o procedimento para deixar a concentração de sólidos homogênea por toda a altura de suspensão. Para isso, foi utilizado um agitador axial perfurado com geometria cilíndrica desenvolvido por Ruiz (2000) (Figura 3.12). O autor concluiu que o uso de agitadores com o formato cônico não dispersava as suspensões corretamente. No entanto, quando utilizado o agitador com geometria cilíndrica verificou-se uma dispersão homogênea do sólido ao longo de todo o recipiente de testes.

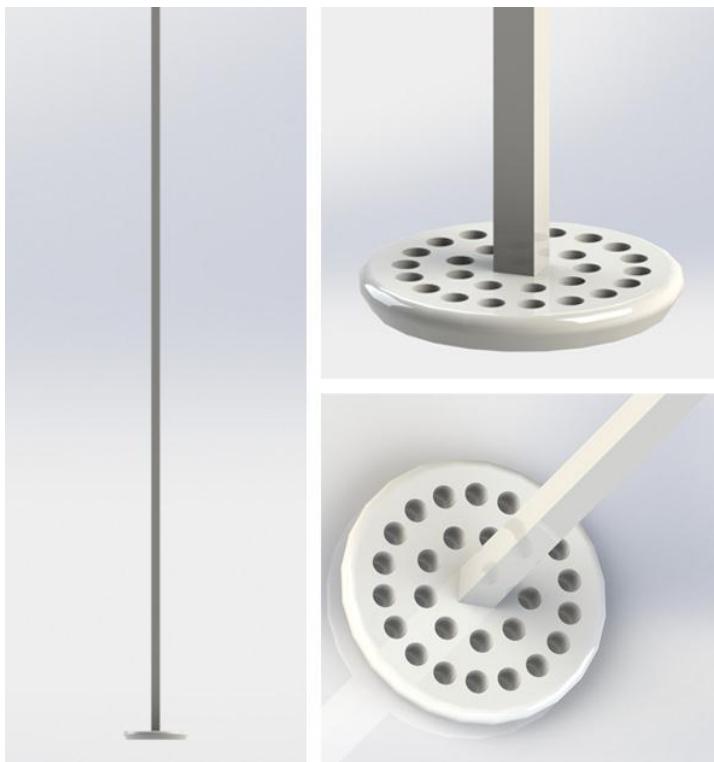


Figura 3.12 – Ilustração do agitador axial utilizado neste trabalho para homogeneizar as suspensões.

O procedimento de homogeneização era conduzido movimentando-se axialmente o agitador de forma ascendente e descendente. Vale ressaltar que no movimento de homogeneização ascendente a altura do agitador não deveria ultrapassar o topo da coluna de suspensão, pois quando tal fato ocorria, era verificada a entrada de ar na suspensão (fenômeno indesejado). Após o procedimento de homogeneização, iniciava-se então, por meio do *software* Maestro 3.1 (fornecido pela fabricante do sistema de detecção por cintilação, Ametek-Ortec), o processo quantificação de fótons que chega ao detector de radiação por cintilação.

Neste trabalho os testes dinâmicos foram conduzidos utilizando as amostras de areia 150-212  $\mu\text{m}$  e de carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ . Os carbonatos foram estudados nas concentrações volumétricas iniciais de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  e  $\varepsilon_{s0}=9\%$  e as amostras de areia foram analisadas na concentração volumétrica inicial de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ . Vale também mencionar que todos os experimentos foram realizados com três réplicas.

Para ambos os sólidos (areia e carbonato) utilizou-se como fase contínua as soluções de GL 92% v/v, CMC 0,6% m/m e GX 0,2% m/m.

## A determinação da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos

Neste trabalho, foi avaliada a estimativa da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos pseudoplásticos (para a região de sedimentação livre). Para isso, uma formulação para fluidodinâmica em meios porosos foi utilizada e estendida para fluidos não-newtonianos. Tal formulação foi baseada nos trabalhos desenvolvidos por d'Ávila (1978) e por Scheid e Massarani (2002).

Desta forma, para a determinação da velocidade de sedimentação em função da porosidade, serão utilizadas inicialmente as seguintes considerações e hipóteses simplificadoras:

- a) A sedimentação é um fenômeno unidimensional;
- b) As fases da mistura são incompressíveis;
- c) O tensor tensão no constituinte sólido é uma função exclusiva da porosidade local;
- d) Os efeitos de parede podem ser negligenciados.

Com estas considerações e adotando a sedimentação na direção z, a equação do movimento para o constituinte sólido pode ser escrita como (d'ÁVILA,1978):

$$\rho_s \varepsilon_s \left( \frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) = - \frac{dP_s}{dz} + m + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.9)$$

em que  $v_s$  é a velocidade intersticial do sólido,  $m$  a força resistiva que o fluido exerce sobre a matriz sólida,  $P_s$  a pressão sobre os sólidos,  $g$  a gravidade local,  $t$  o tempo. Segundo d'Ávila, a força resistiva ( $m$ ) presente na Equação (3.9), pode ser expressa como,

$$m = \frac{\mu v_s}{k(\varepsilon_f)} \quad (3.10)$$

Substituindo a Equação (3.10) em (3.9), d' Ávila (1978) chegou a,

$$\rho_s \varepsilon_s \left( \frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) = - \frac{dP_s}{dz} + \frac{\mu v_s}{k(\varepsilon_f)} + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.11)$$

A Equação (3.11) pode ser simplificada ao considerar que a interface superior apresenta velocidade de queda constante nos primeiros instantes (para as posições

próximas ao topo). Além disso, o efeito de pressão nos sólidos pode ser considerado nulo ( $P_s \approx 0$ ) para região de sedimentação livre:

$$k = \frac{\mu v_s}{(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.12)$$

A região de sedimentação livre caracteriza-se pelo fraco efeito de interação entre as partículas. Por este motivo pode-se considerar que os materiais sólidos decantam livremente nesta região, com velocidade constante e igual à velocidade inicial de sedimentação ( $v_s = v_{s0}$ ). Assim, a velocidade de sedimentação das partículas em suspensão ( $v_s$ ), pode ser determinada a partir do monitoramento do deslocamento da interface descendente fluido-suspensão. Tal procedimento tem sido utilizado por diversos trabalhos de sedimentação na literatura e está exemplificado na Figura 3.13.

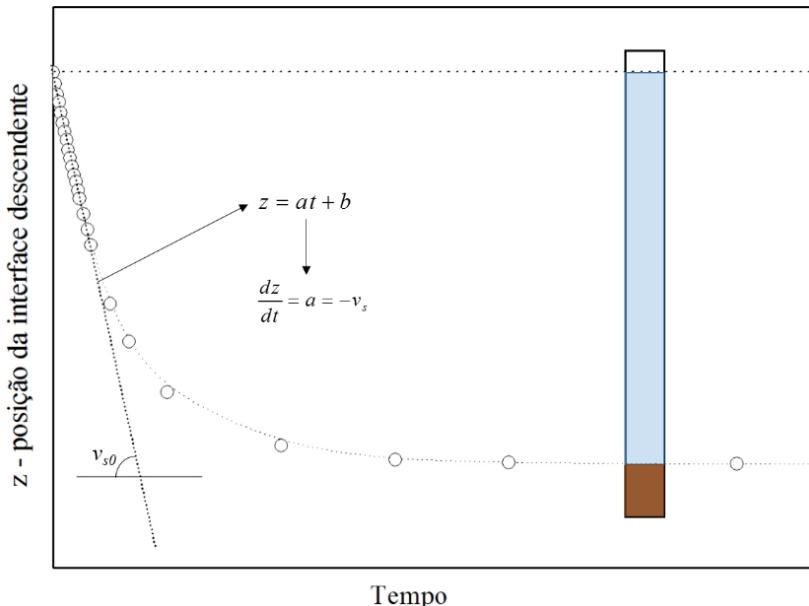


Figura 3.13 – Ilustração do monitoramento da interface descendente em um teste de sedimentação em batelada (adaptada de AROUCA, 2007).

Conforme pode ser observado na Figura 3.13, a velocidade de sedimentação das partículas em suspensão (para uma determinada concentração de sólidos inicial) era determinada por meio da inclinação da reta na região linear do gráfico.

Neste trabalho, será testada a viabilidade da extensão da Equação (3.12) na estimativa da velocidade de sedimentação das partículas em fluidos pseudoplásticos. Desta forma, ao substituir a viscosidade dinâmica do fluido newtoniano ( $\mu$ ) pela viscosidade aparente de um fluido não-newtoniano ( $\eta$ ), pode-se reescrever a Equação (3.12) como,

$$k(\varepsilon_f) = \frac{\eta v_s}{(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.13)$$

Considerando um fluido pseudoplástico que se ajuste a equação da lei de potências ( $\eta=m\gamma^{n-1}$ ) e isolando o termo  $v_s$ , a Equação (3.13) torna-se,

$$v_s = \frac{k(\varepsilon_f)(\rho_s - \rho_f)\varepsilon_s g}{m\gamma^{n-1}} \quad (3.14)$$

A Equação (3.14) pode ser utilizada para estimar a velocidade de sedimentação das partículas em fluidos pseudoplásticos que ajustam-se ao modelo Power-law.

Para determinar  $v_s$  com a Equação (3.14), deve-se primeiramente estimar a permeabilidade do meio poroso  $k(\varepsilon_f)$ . Assim, neste trabalho, a permeabilidade foi obtida ao conduzir um teste de sedimentação com um fluido newtoniano. Em tal teste era possível obter a velocidade de sedimentação das partículas e determinar a permeabilidade por meio com a Equação (3.12).

Com o parâmetro  $k$  determinado para uma dada porosidade, pode-se estimar a velocidade de sedimentação em um fluido pseudoplástico ao se conhecer a taxa de deformação do fluido na região de sedimentação livre. Neste contexto, conforme mostrado na seção 2.6, existem algumas expressões na literatura para a estimativa da taxa de deformação média de fluidos não-newtonianos escoando em meios porosos (Tabela 2.2).

A precisão da formulação utilizada pode ser testada, ao comparar a velocidade de sedimentação estimada por meio do equacionamento, com a velocidade de sedimentação verificada experimentalmente no fluido pseudoplástico.

Neste contexto, este trabalho utilizou o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em soluções aquosas de GL a 92% v/v (fluido newtoniano) e em soluções aquosas de CMC a 0,6% m/m (fluido pseudoplástico), nas concentrações volumétricas de sólidos iniciais de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  e  $\varepsilon_{s0}=9\%$ .

Vale mencionar também que nos experimentos conduzidos, não foi possível determinar a velocidade de sedimentação das partículas, por meio do monitoramento visual do deslocamento da interface superior ao longo do tempo. A inviabilidade deste procedimento, era devido ao movimento descendente da interface superior se passar de forma suavizada. Não havendo, portanto, uma descontinuidade entre o líquido

clarificado e a suspensão, mas sim um gradiente de concentração, o que dificultava o uso desta técnica.

Desta forma, o deslocamento da interface superior foi obtido com o uso da técnica de atenuação de raio- $\gamma$ . A passagem da interface era determinada após a passagem da região de concentração constante e o início da queda da concentração de sólidos ao longo do tempo. Assim, era possível estimar a velocidade de sedimentação das partículas na região de sedimentação livre. Maiores detalhes deste procedimento, estão mostrados no Capítulo 4 (Análise dos resultados e discussão).

Por fim, vale comentar que os resultados utilizados nesta seção restringiram-se a sedimentação em soluções de glicerina e de carboximetilcelulose. Os resultados de sedimentação com goma xantana não foram utilizados em virtude da maior complexidade envolvendo a deposição gravitacional de partículas em fluidos com características reológicas dependentes do tempo.

### **3.2.1.4.2 Testes de adensamento e filtração com determinação da porosidade ao longo da estrutura de sedimentos formados na base da proveta de testes (ensaios estáticos)**

Os testes de adensamento e filtração com determinação da porosidade ao longo da estrutura de sedimentos formados na base da proveta de testes (ensaios estáticos) foram conduzidos com a finalidade de determinar as equações constitutivas para pressão nos sólidos e permeabilidade do meio poroso.

Neste teste, foram utilizadas amostras de carbonato comumente utilizadas como aditivos obturantes em fluidos de perfuração. Desta forma, os experimentos foram realizados com os carbonatos de carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$  e a mistura do carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$  com o carbonato de cálcio 44-194  $\mu\text{m}$  na proporção volumétrica de 1:1 (tais sólidos foram devidamente caracterizados na seção 3.1).

Para realização destes experimentos foi utilizado um tubo de vidro denominado neste estudo de proveta de testes B. Esta proveta possuía formato cilíndrico e suas extremidades eram vazadas. Em sua parte inferior havia um anel rosqueado de modo que era possível fazer a junção entre o tubo de vidro e a peça de filtração, conforme ilustrado na Figura 3.14.

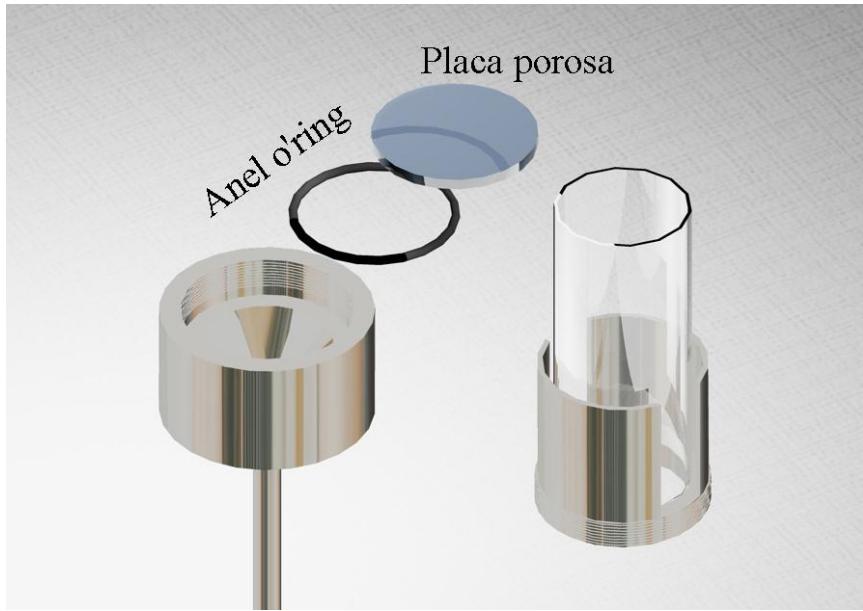


Figura 3.14 - Ilustração do tubo de vidro e da peça de filtração.

Os experimentos foram conduzidos seguindo a metodologia proposta por Damasceno (1992). Segundo o autor, para a determinação das equações constitutivas para pressão nos sólidos e permeabilidade do meio poroso, deve-se primeiramente partir das seguintes considerações e hipóteses simplificadoras:

- O escoamento através do meio poroso é lento, unidimensional e em regime permanente;
- A lei de Darcy representa a força resistiva;
- A tensão nos sólidos é função exclusiva da porosidade local;
- Os termos inerciais da equação do movimento para o constituinte sólido são desprezíveis.

Com tais suposições e adotando o escoamento do fluido e o movimento do sólido na direção  $z$ , a equação do movimento para a fase sólida pode ser escrita da seguinte maneira:

$$\frac{dP_s(\varepsilon_s)}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_s)} \left( \frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_s}{\varepsilon_s} \right) + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.15)$$

em que,  $q_f$  e  $q_s$  são respectivamente, a velocidade superficial do fluido e do sólido. As funções  $P_s(\varepsilon_s)$  e  $k(\varepsilon_s)$  são denominadas de equações constitutivas para pressões nos sólidos e permeabilidade do meio poroso.

A determinação experimental das equações constitutivas para  $P_s(\varepsilon_f)$  e  $k(\varepsilon_f)$  pode ser feita com a utilização da Equação (3.15), desde que sejam conhecidas a distribuição de concentração no sedimento e as velocidades superficiais do sólido ( $q_s$ ) e do fluido ( $q_f$ ) em pelo menos duas situações distintas (DAMASCENO, 1992).

O primeiro experimento pode ser idealizado em um meio poroso estático, em que as velocidades superficiais do sólido e do líquido são nulas ( $q_s=q_f=0$ ). Com tais condições de contorno, a Equação (3.15) permite obter a relação entre a pressão nos sólidos e a porosidade do meio poroso:

$$P_s = (\rho_s - \rho_f)g \int_0^L \varepsilon_s(z) dz \quad (3.16)$$

sendo,  $z$  o eixo de referência medido a partir do topo do sedimento de altura  $L$ .

Conhecida a relação  $P_s(\varepsilon_s)$ , um segundo experimento pode ser idealizado para a determinação da permeabilidade do meio poroso. O sedimento formado no interior da proveta submete-se a um processo de acomodação, caracterizado por uma nova configuração da matriz porosa, causada pela lenta percolação do líquido através do meio. Com tais condições, a Equação (3.15) pode ser reescrita como,

$$k = \frac{\mu q_f}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_f} \frac{\varepsilon_f}{dz} - (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.17)$$

Pode-se observar na Equação (3.17) que a determinação da permeabilidade local só é possível com o estabelecimento da função  $P_s(\varepsilon_s)$ . Neste trabalho, a função  $P_s(\varepsilon_s)$  foi obtida com a determinação dos parâmetros do modelo empírico proposto por Arouca (2007):

$$P_s = a \varepsilon_s^b \quad (2.28)$$

No presente estudo, a caracterização de um meio poroso estático foi obtida após a completa sedimentação das suspensões aquosas de carbonato de cálcio. Para isto, o sistema foi deixado em repouso por 48 horas para estabilidade da matriz porosa formada. Em seguida, abriu-se a válvula de controle de retirada do fluido e o sedimento formado alcançou uma nova acomodação das partículas devido à percolação do líquido no sistema. Uma placa porosa foi utilizada, a fim de impedir a passagem dos sólidos e promover a percolação do líquido, resultando na nova condição de estabilidade. Uma

vez conhecido o perfil de concentrações ao longo da altura da coluna antes e após percolação de líquido, foi possível determinar as relações existentes entre porosidade, pressão nos sólidos e permeabilidade do poroso, a partir das Equações (3.16) e (3.17).

A concentração volumétrica inicial da suspensão utilizada no início dos testes era de  $\varepsilon_{s0}=12\%$ . Além disso, a velocidade de percolação constante do líquido ao longo do tempo foi conseguida mantendo a altura de nível de líquido constante.

### **3.2.1.4.3 Determinação da porosidade ao longo da estrutura de sedimentos formados na base da proveta de testes (ensaios estáticos)**

Neste trabalho também foram avaliadas as distribuições de porosidade ao longo da estrutura vertical de sedimentos completamente estabelecidos em fluidos com características newtonianas e não-newtonianas.

Nestes ensaios, os materiais sólidos utilizados foram as microesferas de vidro 150-212 µm. Os fluidos newtonianos utilizados neste ensaio eram: água destilada e soluções de GL 92% v/v. Como fluido não-newtoniano, foram utilizadas soluções de GX a 0,2% m/m.

A compactação total dos sedimentos foi obtida após a completa sedimentação das partículas em suspensão. Para conseguir tal condição, o sistema foi deixado em repouso durante 72 horas (quando as soluções utilizadas eram as de GX e de GL). Quando o fluido utilizado era água destilada, o sistema era deixado em repouso pelo período de 48 horas.

Os resultados obtidos neste teste permitiram avaliar a influência das características reológicas da fase contínua na compactação final de sedimentos formados por sedimentação gravitacional na base das provetas de teste.

### **3.2.2 A unidade experimental de sedimentação com recolhimento de amostras (ensaios destrutivos)**

A unidade de ensaios destrutivos foi projetada para a realização de testes de sedimentação com recolhimento de amostras em diferentes tempos na proveta de testes para posteriormente serem conduzidas a um equipamento de análise de tamanho de partículas (MasterSizer).

Estes testes foram conduzidos com a finalidade de compreender melhor a dinâmica e a interação das partículas nos fluidos estudados (GL, CMC, GX), fornecendo, assim, informações sobre os mecanismos de segregação de tamanhos dos materiais sólidos que ocorrem durante o processo de sedimentação.

A unidade consistia basicamente de um recipiente de vidro (denominado de proveta de testes C), uma pipeta e alguns espaçadores previamente calibrados para fornecer a pipeta a distância desejada do fundo do recipiente (Figura 3.15). Vale ressaltar que era utilizado também um cronômetro para indicar o tempo correto em que as amostras deveriam ser recolhidas.



Figura 3.15 - Ilustração da unidade experimental para recolhimento de amostras.

Nos experimentos eram adicionados respectivamente o fluido e o material sólido na proveta de testes e em seguida era dado início ao procedimento de homogeneização da suspensão. Com a suspensão devidamente homogênea, iniciava-se a contagem de tempo em um cronômetro. Desta forma, nos tempos previamente estipulados, fazia-se o recolhimento das amostras com o uso da pipeta (com a pera) e com auxílio do espaçoador que fornecia a distância desejada em relação ao fundo da proveta de testes.

Os experimentos foram realizados com as soluções de GX (0,2 % m/m), de CMC (0,6% m/m) e de GL (92% v/v). O sólido utilizado foi o carbonato de cálcio 150-212

$\mu\text{m}$  na concentração volumétrica inicial de sólidos de 9%. As amostras foram recolhidas na posição  $z=3$  cm.

Neste capítulo foram abordadas as metodologias, os materiais e os equipamentos utilizados neste estudo.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os principais resultados obtidos por este trabalho.

#### 4.1 Comportamento reológico das soluções utilizadas

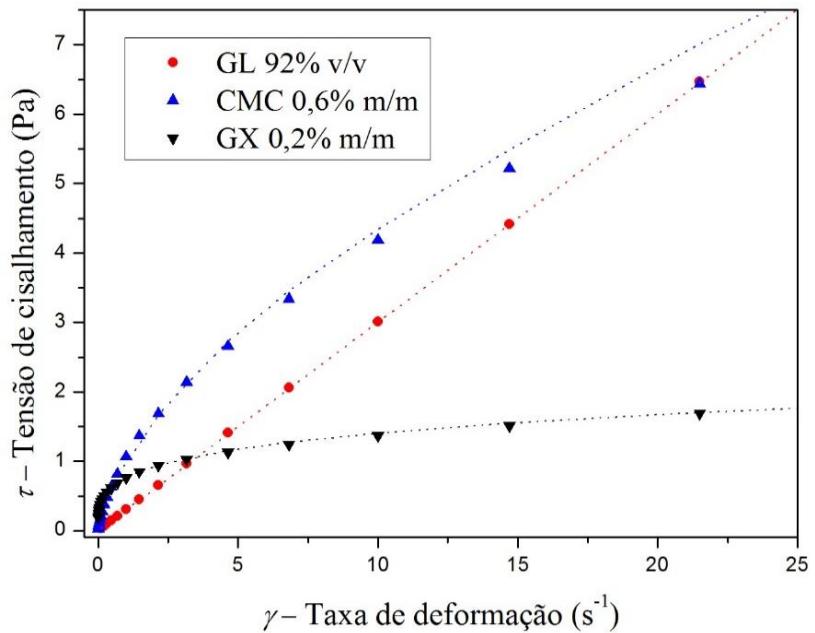
Neste trabalho foram utilizadas quatro técnicas para a caracterização reológica dos fluidos utilizados (GL, CMC, GX). Os resultados da caracterização e as discussões estão devidamente mostrados na sequência.

##### 4.1.1 As curvas de escoamento e os diagramas de viscosidade em função da taxa de deformação

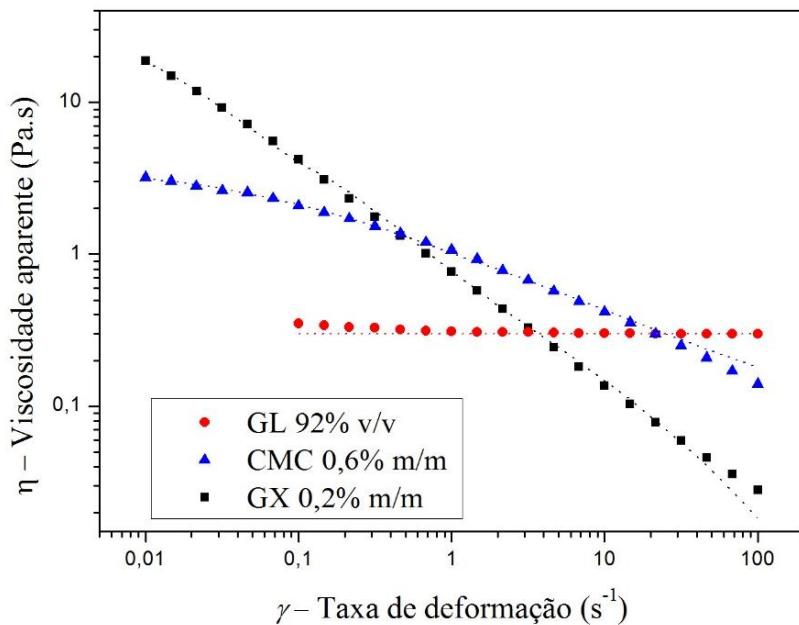
Para as soluções de GX e CMC, os reogramas e os diagramas de viscosidade foram obtidos para taxas de deformações que variaram de  $0,01$  a  $100\text{ s}^{-1}$ . No caso das soluções GL 92% v/v, a viscosidade e a tensão de cisalhamento foram obtidas para taxas de deformações que variaram no intervalo de  $0,1$  a  $100\text{ s}^{-1}$ .

Os resultados para os diagramas de viscosidade em função da taxa de deformação foram plotados com seis pontos por década na escala log-log. Esta forma de representação gráfica pode ser verificada em diversos trabalhos da literatura quando se avalia a viscosidade aparente em função da taxa de deformação. Este tipo de escala gráfica (log-log) tem sido comumente utilizado, pois, permite avaliar melhor os resultados para as condições de baixas deformações. A Figura 4.1 apresenta os resultados obtidos para os três fluidos estudados (GX, CMC e GL).

Para as soluções de GL (Figura 4.1b), a variação na taxa de deformação não alterou a viscosidade do fluido e, por isso, pode-se considerar que as soluções de glicerina apresentaram comportamento newtoniano. Assim, a constante de proporcionalidade  $\mu$  estimada com os resultados obtidos foi de  $\mu=0,30\text{ Pa.s}$ .



- a) Reograma obtido para as soluções de GL, CMC e GX na temperatura de 25°C.



- b) Viscosidade aparente em função da taxa de deformação obtidos para as soluções de GL, CMC e GX na temperatura de 25°C.

Figura 4.1 - Reograma e diagrama de viscosidade aparente em função da taxa de deformação com a equação de Ellis ajustando os pontos experimentais.

Na Figura 4.1b também verificou-se que o aumento na taxa de deformação ocasionou a redução da viscosidade aparente do fluido para as soluções de CMC e de GX. Tal comportamento indica que as soluções de CMC e GX apresentaram comportamento pseudoplástico.

A equação de três parâmetros de Ellis (Equação 2.15) foi a que melhor ajustou aos pontos experimentais,

$$\eta = \frac{\mu_0}{1 + \left( \frac{\tau_{yx}}{\tau_{1/2}} \right)^{\alpha-1}} \quad (2.15)$$

Os parâmetros estimados da equação de Ellis ( $\mu_0$ ,  $\alpha$  e  $\tau_{1/2}$ ), juntamente com o coeficiente de correlação linear ( $r$ ) estão dispostos na Tabela 4.1:

Tabela 4.1 - Parâmetros do modelo de Ellis.

	$\mu_0$	$\tau_{1/2}$	$\alpha$	$r$
CMC 0,6% m/m	3,66	0,32	1,78	0,99
GX 0,2% m/m	30,24	0,220	3,91	0,99

O parâmetro  $\alpha$  é uma medida do grau de pseudoplasticidade do fluido. Assim, as soluções GX 0,2% m/m possuem características pseudoplásticas ( $\alpha=3,91$ ) bem mais acentuadas do que as soluções de CMC 0,6% m/m ( $\alpha=1,78$ ).

Segundo Sochi (2010), o parâmetro  $\alpha$  está relacionado com o índice de comportamento ( $n$ ) do ajuste *Power-law* da seguinte forma,  $\alpha=1/n$ . Os valores para o parâmetro  $n$  em CMC e em GX estão dispostos na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Índice de comportamento das soluções de CMC e GX calculados a partir do parâmetro  $\alpha$  do modelo de Ellis.

	$n$
CMC 0,6% m/m	0,562
GX 0,2% m/m	0,256

Na sequência são mostrados os diagramas de viscosidade em função da taxa de deformação com a equação *Power-law* ajustada aos pontos experimentais (Figura 4.2).

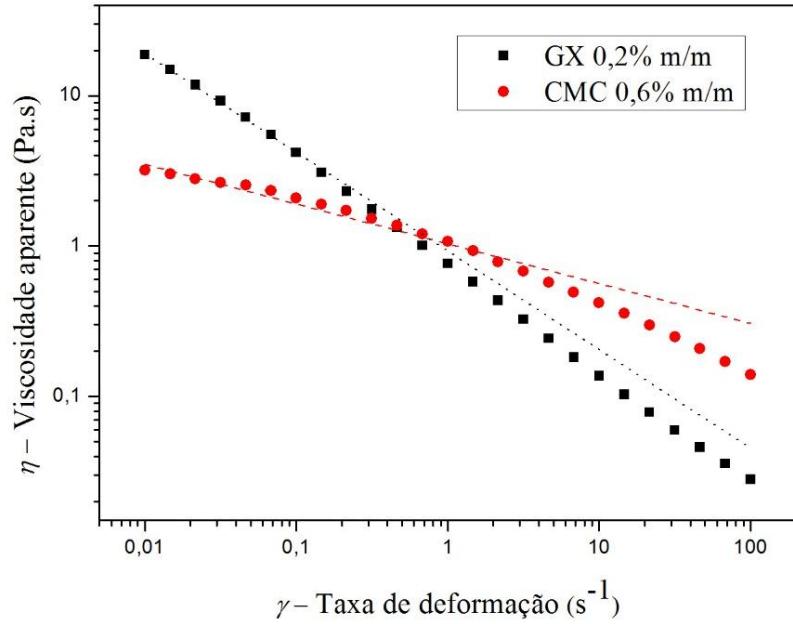


Figura 4.2 - Viscosidade aparente em função da taxa de deformação para a equação *Power-law* ajustando os pontos experimentais.

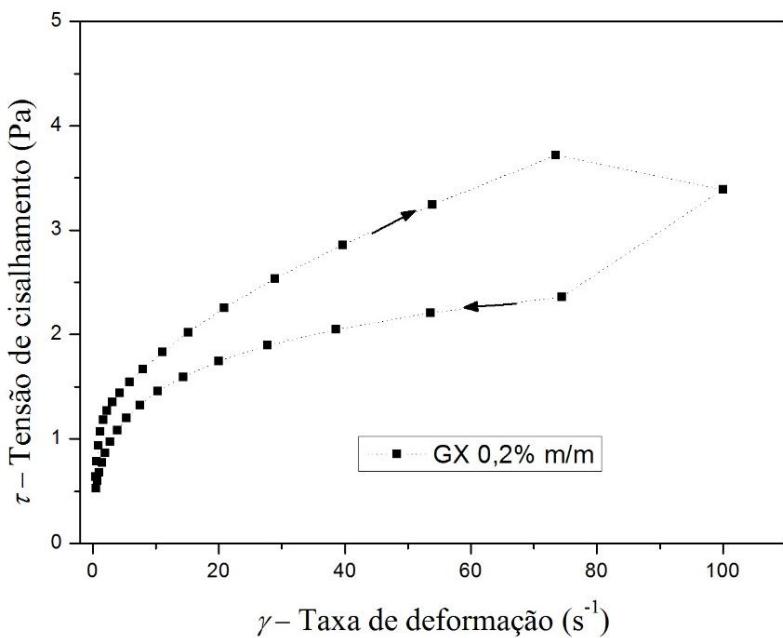
Os parâmetros estimados da equação *Power-law* ( $m$  e  $n$ ), juntamente com o coeficiente de correlação linear ( $r$ ) estão dispostos na Tabela 4.3:

Tabela 4.3 - Parâmetros da equação Power-law.

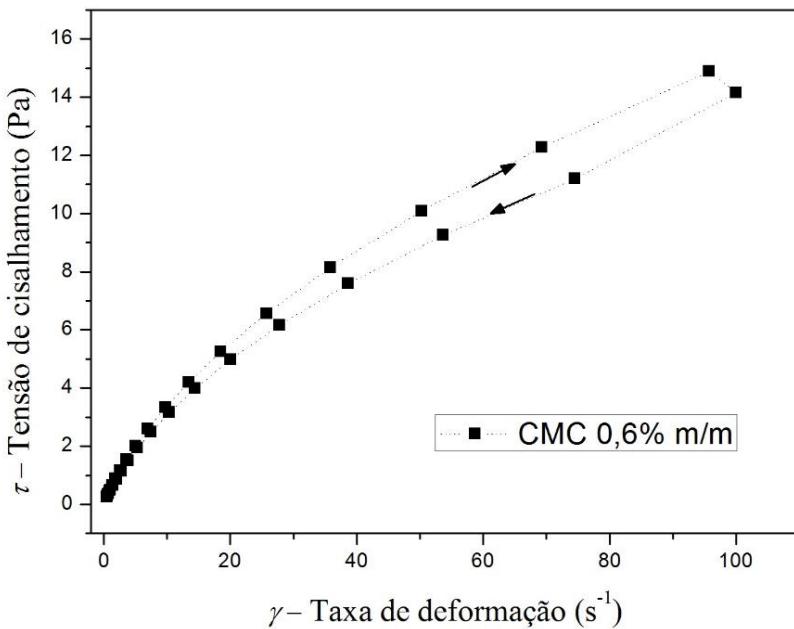
	$m$	$n$	$r$
CMC 0,6% m/m	1,035	0,735	0,988
GX 0,2% m/m	0,929	0,344	0,999

#### 4.1.2 Histerese

Para avaliar a presença de tixotropia nos fluidos pseudoplásticos utilizados (CMC e GX), foi utilizada a técnica de histerese. Tal técnica foi conduzida ao aplicar uma taxa de deformação de  $200\text{ s}^{-1}$  e em seguida deixando as amostras em repouso por um período de 20 minutos. Após isto, eram iniciadas as medidas da tensão de cisalhamento enquanto a taxa de deformação aplicada ao fluido era aumentada até o valor de  $100\text{ s}^{-1}$ . Em seguida a taxa de deformação era reduzida até aproximadamente zero. Os resultados de tal análise está mostrado na Figura 4.3.



a) GX 0,2% m/m



b) CMC 0,6% m/m

Figura 4.3 - Curvas crescentes e decrescentes para a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação.

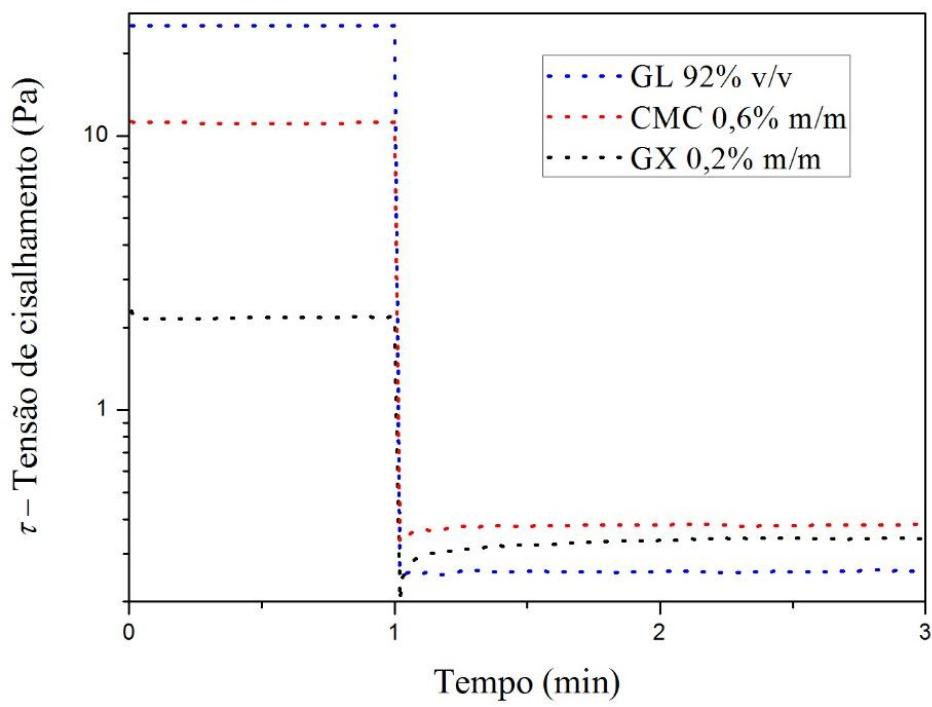
Conforme pode-se observar na Figura 4.3, tanto nas soluções de GX e de CMC, foi verificado ciclo de histerese entre a curva crescente e a curva decrescente. Para as soluções de GX foi verificado que a diferença entre a curva de ida e a de volta é relativamente maior em tais soluções, indicando que os efeitos de tixotropia são relevantes nas soluções de GX e fracos nas soluções de CMC.

#### 4.1.3 Mudanças do tipo degrau na taxa de deformação

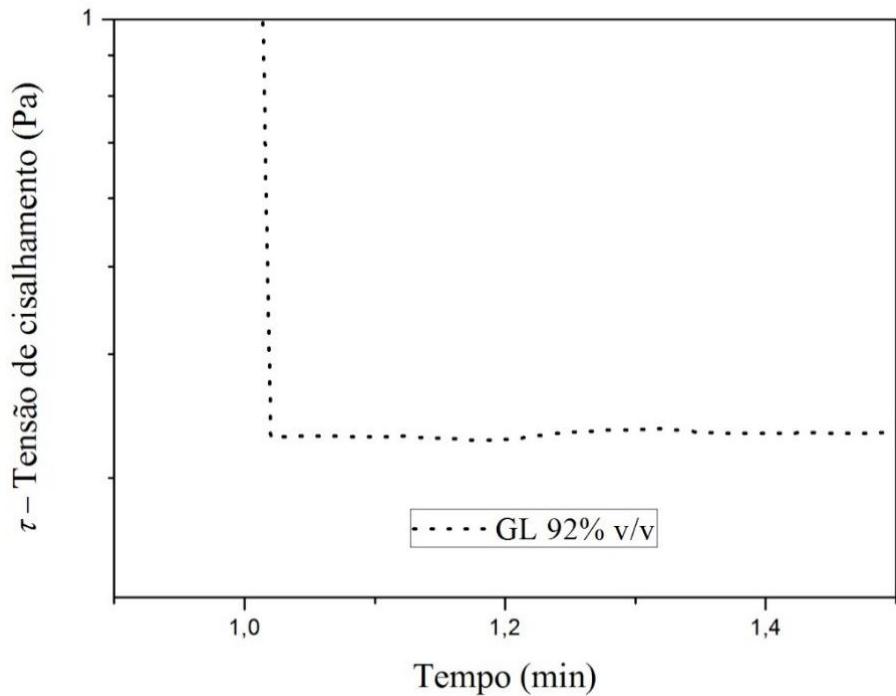
Bird e Marsh (1968) mencionam que os ciclos de histerese não são verificados apenas por fluidos tixotrópicos. Tal comportamento costuma também ser exibido por materiais viscoelásticos.

Segundo Mewis e Wagner (2009), pode-se observar histerese em fluidos com comportamento elástico somente em experimentos de curta duração. De acordo com os autores, geralmente as respostas do fluido ocorrem de forma mais rápida no relaxamento viscoelástico. Neste contexto, as principais desvantagens da técnica de histerese (como método de avaliar a presença de tixotropia em fluidos) podem ser minimizadas quando se analisa materiais por meio de mudanças do tipo degrau na taxa de deformação (ou na tensão de cisalhamento). A utilização deste método permite testar satisfatoriamente modelos para fluidos tixotrópicos, assim como, o grau de tixotropia presente em materiais.

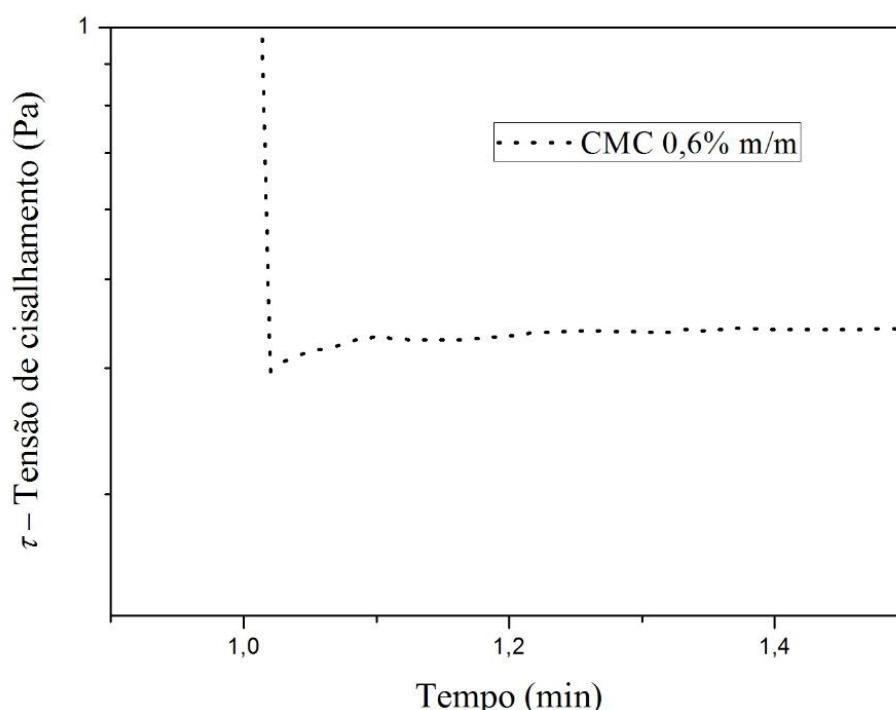
Neste trabalho, para os três fluidos estudados, foi realizada uma mudança do tipo degrau negativa de  $100\text{ s}^{-1}$  para  $1\text{ s}^{-1}$  na taxa de deformação. Os resultados estão mostrados na Figura 4.4.



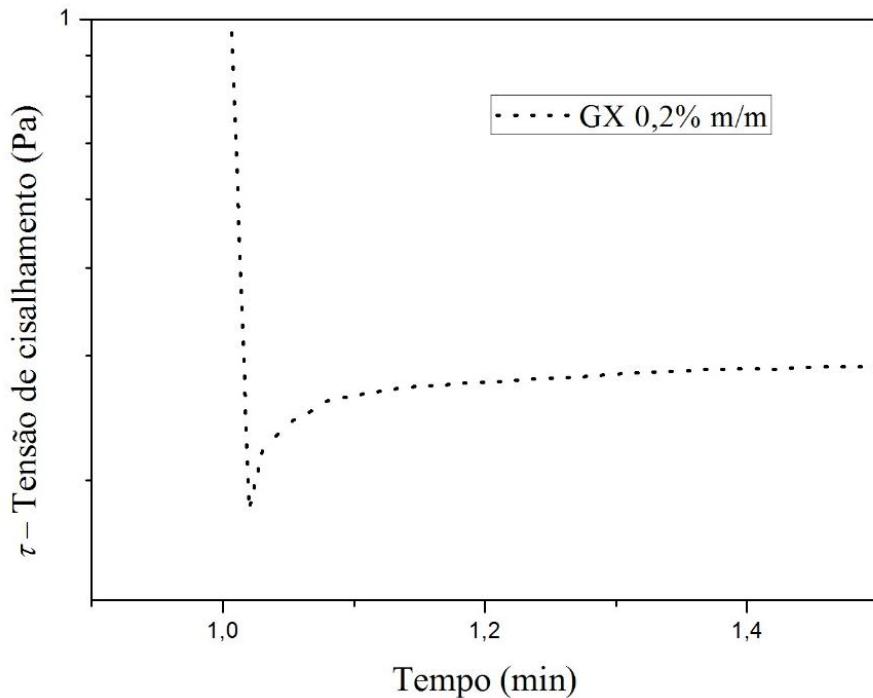
a) GL, CMC e GX.



b) GL 92% v/v.



c) CMC 0,6% m/m.



d) GX 0,2% m/m.

Figura 4.4 - Teste degrau na taxa de deformação para as soluções de GL, CMC e GX utilizadas por este trabalho.

Na Figura 4.4b pode-se observar que não foi verificada a presença de tixotropia e de viscoelasticidade nas soluções de glicerina, confirmando, desta forma, que este fluido pode ser considerado como newtoniano.

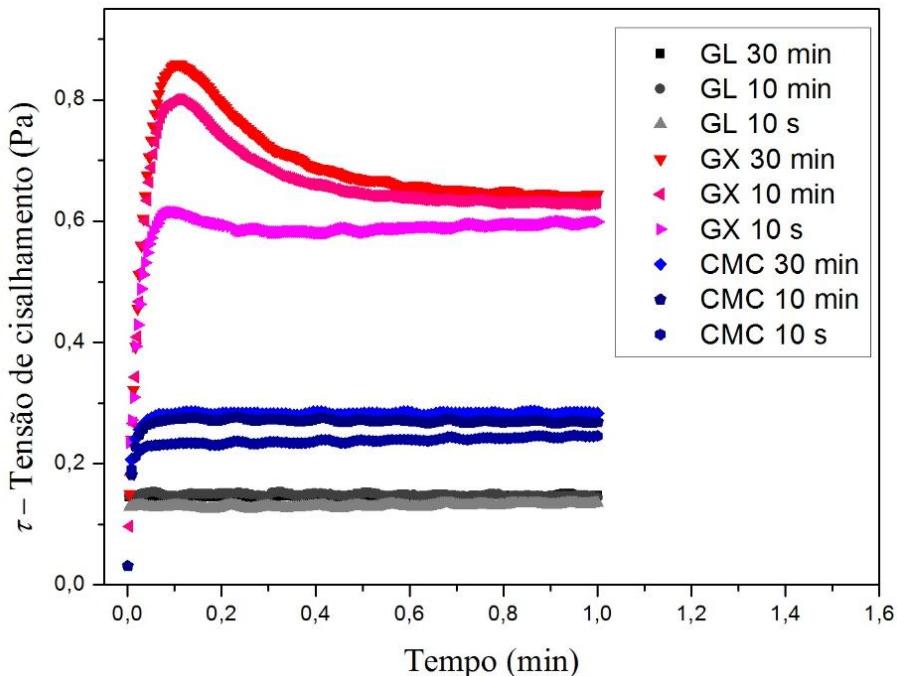
Para as soluções de CMC (Figura 4.4c), não foi verificada a presença de resposta viscoelástica. No entanto, pode ser observado uma leve resposta tixotrópica. Desta forma, as soluções de CMC utilizadas por este trabalho podem ser consideradas como inelásticas com fracos efeitos tixotrópicos.

Para as soluções de GX (Figura 4.4d), também não foi verificado resposta viscoelástica. No entanto, pode-se observar a presença de tixotropia em tais fluidos de forma bem mais expressiva quando comparado com as soluções de CMC. Desta forma, as soluções de GX utilizadas neste trabalho, podem ser consideradas como inelásticas com efeitos tixotrópicos.

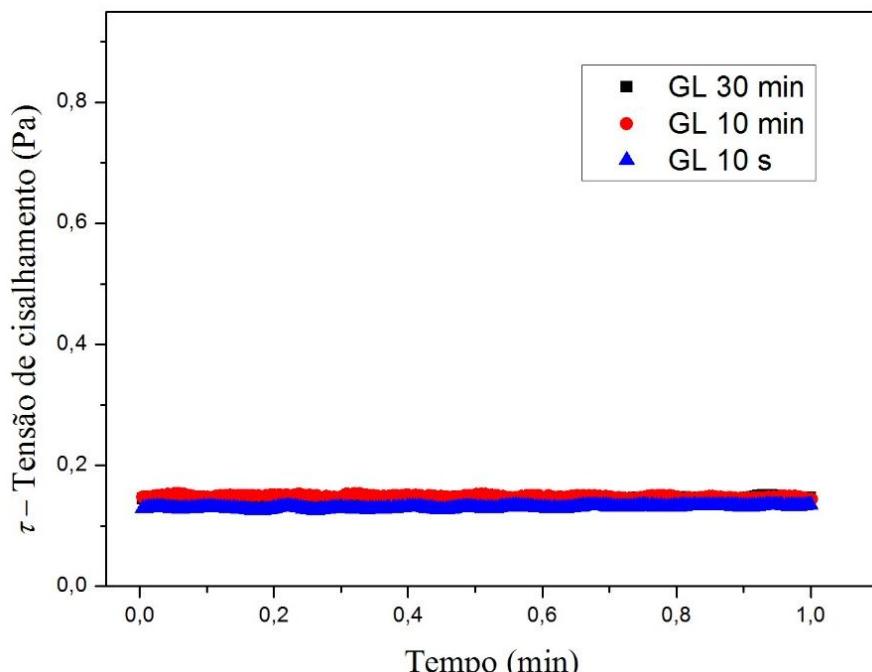
#### **4.1.4 Taxa de deformação constante**

Os testes a taxa de deformação constante tem sido amplamente utilizados na literatura para avaliar a presença de tixotropia em fluidos. Os resultados deste teste

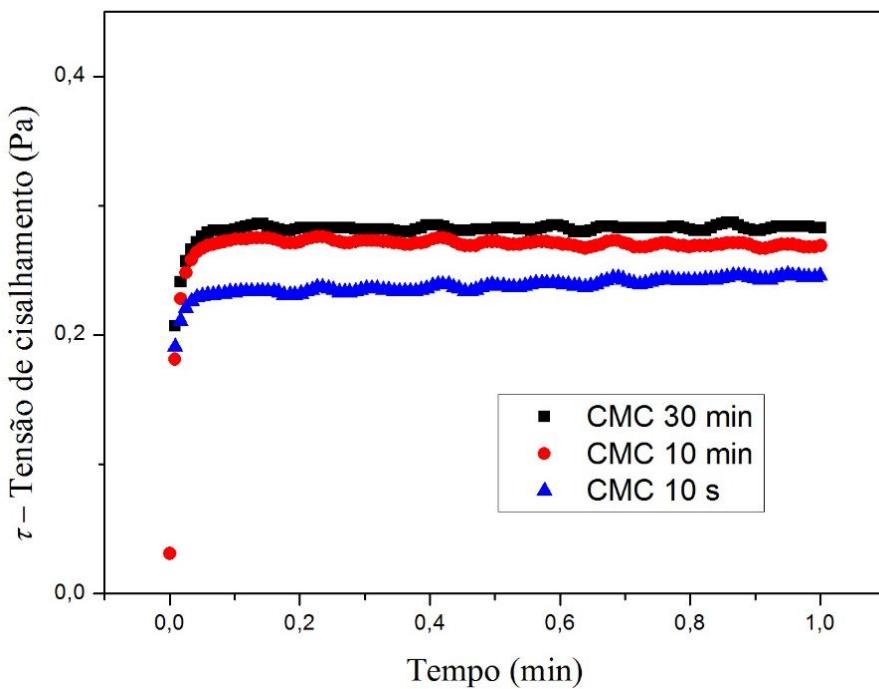
(tensão de cisalhamento em função do tempo) para os tempos de repouso de 10 segundos, 10 minutos e 30 minutos, estão mostrados na Figura 4.5.



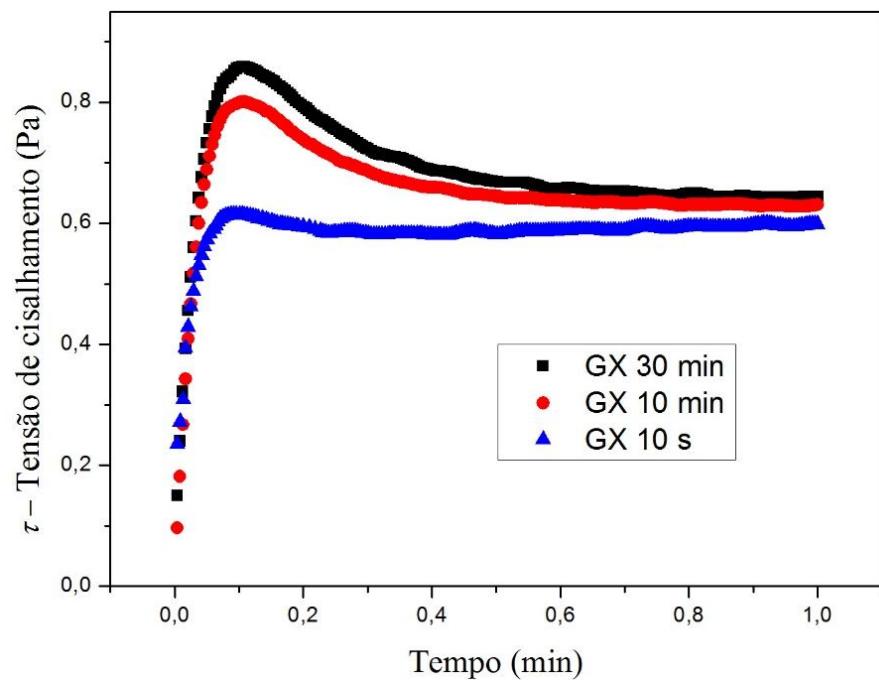
a) GL, CMC, GX.



b) GL 92% v/v.



c) CMC 0,6% m/m.



d) GX 0,2% m/m.

Figura 4.5 – Resposta das soluções de GL, CMC e GX, para a aplicação de uma taxa de deformação constante de  $0,5 \text{ s}^{-1}$  ao longo do tempo, após a amostra ser deixada em repouso durante 10 s, 10 min e 30 min.

Por observação da Figura 4.5b, pode-se verificar que as soluções de GL 92% v/v, não apresentaram o aumento na tensão de cisalhamento ao longo do tempo, ou mesmo, pico de tensão, indicando, desta forma, que não existe qualquer efeito tixotropia.

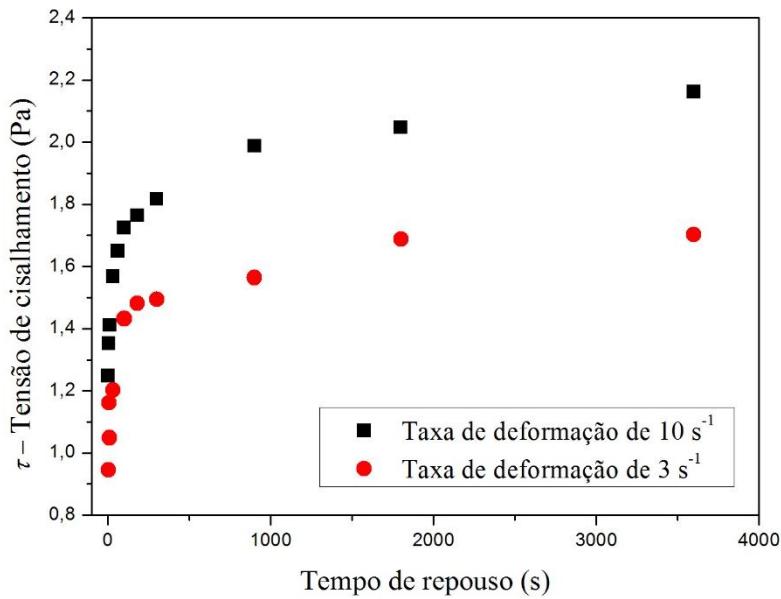
Para as soluções de CMC 0,6% m/m (Figura 4.5c) não foi verificado pico de tensão ao submeter a amostra a um cisalhamento constante. No entanto, observou-se um aumento (pouco expressivo) da tensão de cisalhamento ao longo do tempo. Desta forma, os resultados dos testes a taxa de deformação constante indicaram que as soluções de CMC possuem fracos efeitos de tixotropia, confirmando os resultados anteriores (técnica de histerese e mudanças do tipo degrau na taxa de deformação).

Para as soluções de GX 0,2% m/m (Figura 4.5d), foi verificado o aumento na tensão de cisalhamento ao longo do tempo. Tal aumento caracterizou-se por um pico de tensão seguido por seu decaimento gradual. Este comportamento indicou que tais fluidos utilizados possuíam características tixotrópicas.

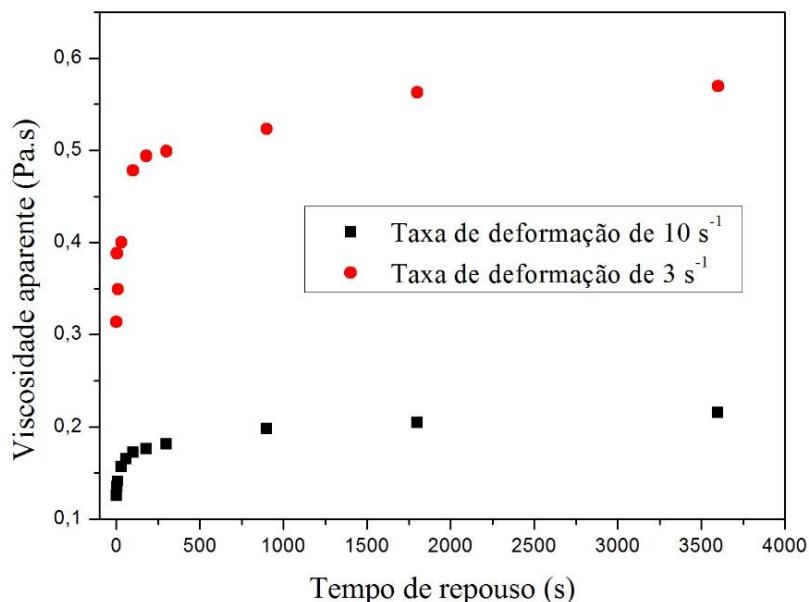
O aumento súbito verificado na tensão de cisalhamento como resposta ao início do escoamento costuma ser avaliado a partir do tempo em que a amostra foi deixada em repouso. Desta forma, a partir de um gráfico que consta os valores do pico de tensão em função do tempo em que a amostra foi deixada em repouso, pode-se avaliar a recuperação da viscosidade aparente em função do tempo de repouso (MEWIS e WAGNER, 2009).

Neste contexto, para as soluções de GX 0,2% m/m, foram obtidas a viscosidade aparente para tempos de repouso que variaram de 1 a 3600 segundos. As taxas de deformação imposta nas soluções após o período de repouso eram de 3 e 5  $s^{-1}$ . Vale ainda ressaltar que antes do período de repouso as amostras eram submetidas a um cisalhamento intenso de ( $200\ s^{-1}$ ) para quebrar qualquer estrutura gelificada presente no fluido.

Estes ensaios foram realizados na faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, utilizando o Reômetro Brookfield R/S Plus. Os resultados (pico de tensão e viscosidade aparente em função do tempo em que a amostra foi deixada em repouso) são mostrados na Figura 4.6.



a) Pico de tensão



b) Viscosidade aparente

Figura 4.6 – Pico de tensão e recuperação da viscosidade aparente em função do tempo de repouso para as soluções de GX 0,2% m/m.

Por observação da Figura 4.6b, a gelificação da GX 0,2% m/m mostrou-se bastante expressiva nos três primeiros minutos, caminhando para um patamar de viscosidade constante após este período.

De acordo com Mewis e Wagner (2009) o pico de tensão exibido por um material em um teste a taxa de deformação constante, algumas vezes está associado com a tensão de escoamento do fluido. Assim, segundo os autores, para as situações em que os

materiais exibem tensão de escoamento, o pico de tensão não depende da taxa de deformação imposta. Enquanto que, para os casos em que os materiais possuem tixotropia, o pico de tensão geralmente aumenta com o aumento da taxa de deformação imposta ao fluido.

Na Figura 4.6a pode-se verificar que o aumento da taxa de deformação ocasionou o aumento dos valores do pico de tensão. Assim, este teste indicou que as soluções de GX não possuíam características associadas a tensão de escoamento do fluido, mas sim, com os efeitos de tixotropia.

## **4.2 Sedimentação de suspensões em fluidos newtonianos e não-newtonianos**

### **4.2.1 Monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições da proveta de testes (testes dinâmicos)**

Neste trabalho, a análise quantitativa da sedimentação de suspensões em fluidos com características reológicas newtonianas e não-newtonianas foi realizada através do monitoramento da variação da concentração local de sólidos ao longo do tempo (utilizando-se para isso a técnica de atenuação de raios- $\gamma$ ).

Os fluidos utilizados foram soluções de GL 92% v/v (fluido newtoniano), soluções de CMC 0,6% m/m (fluido com baixo grau de pseudoplasticidade e fracos efeitos tixotrópicos) e soluções de GX 0,2% (fluido pseudoplástico com efeitos tixotrópicos).

Os resultados desta seção indicaram a existência de três tipos de curvas bastante distintas. Para as posições próximas ao topo da coluna de suspensão, observou-se que a concentração de sólidos permanecia constante incialmente. No entanto, após certo período de tempo, verifica-se que a concentração de sólidos tendia a zero (Região I).

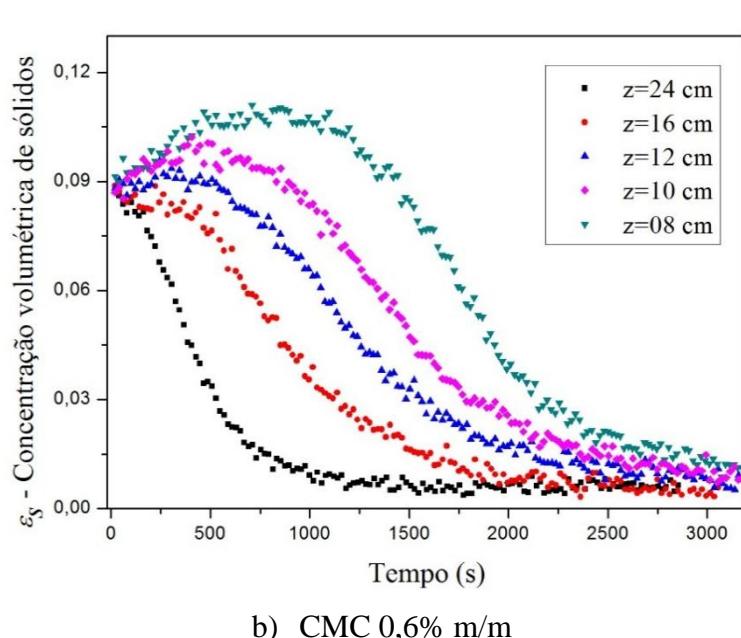
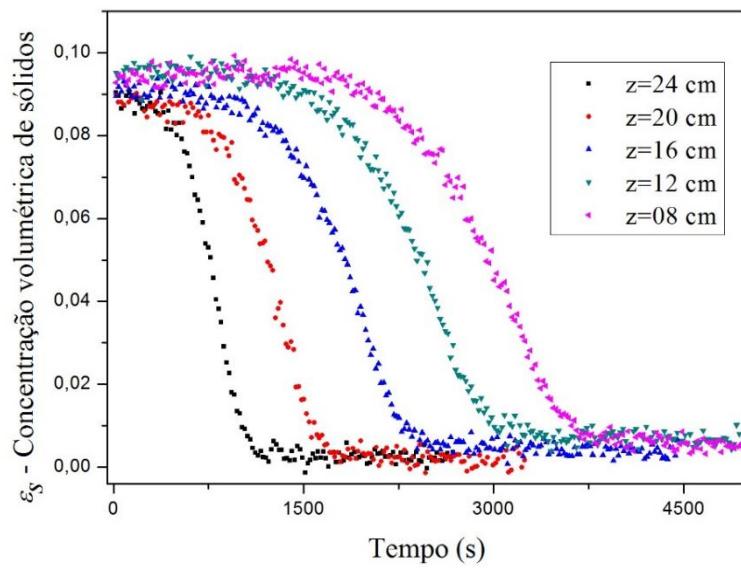
Para as posições intermediárias da proveta foi verificado o mesmo comportamento da região I, no entanto, a concentração de sólidos aumentava após o período de concentração constante (antes de reduzir tendendo a zero) (Região II). Vale mencionar, que tal região foi verificada apenas nos fluidos não-newtonianos (CMC e GX).

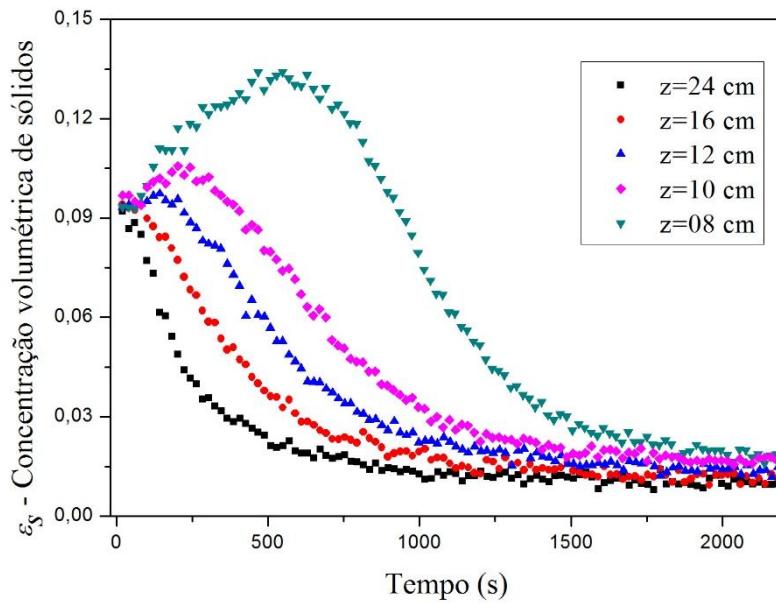
Para as regiões próximas a base, foi verificado, após certo tempo, que a concentração de sólidos aumentava continuamente até estabilizar pela compactação final do sedimento formado (Região III – Região de formação de sedimento).

#### 4.2.1.1 Monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo para as regiões I e II

A Figura 4.7 apresenta os resultados do monitoramento da concentração local de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições da proveta de testes para a região em que a concentração de sólidos tendia a zero após certo período de tempo (regiões I e II).

As suspensões estudadas possuíam concentração de sólidos inicial de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  e como material sólido, foi utilizado o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ . Vale também mencionar que o símbolo “z” utilizado na Figura 4.7 e em diversas outras figuras deste capítulo, é a medida da altura do recipiente de testes a partir da base em que  $z=0$ .





c) GX 0,2 m/m

Figura 4.7 – Monitoramento da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em diferentes tipos de fluidos para as regiões I e II.

Por observação da Figura 4.7, verifica-se para os três fluidos estudados, que após certo período de tempo, ocorreu a redução na concentração de sólidos, até um valor que tendia a zero. Tal fato deveu-se à passagem da frente superior difusa (interface suspensão-líquido clarificado) diante do sistema de medidas. O deslocamento de uma frente difusa no sentido do topo para o fundo é uma característica observada em todos os testes de sedimentação, para regiões distantes da base do tubo de testes, onde não ocorre a formação de sedimento.

Para os sólidos sedimentando em soluções de GX e de CMC, verificou-se que a redução da concentração de sólidos ocorreu em decaimento exponencial, ou seja, de maneira rápida inicialmente, com posterior redução em sua velocidade ao longo do tempo. Como consequência deste fenômeno, não houve uma brusca redução na concentração em um curto período de tempo, como ocorreu no caso do fluido newtoniano, mas sim, uma redução gradual da concentração de sólidos. Assim, a frente difusa para as soluções não-newtonianas passou suavemente diante do sistema de medidas.

Na Figura 4.8, observa-se as frentes difusas para suspensões sedimentando em areia em GL, CMC e GX. Nestas imagens pode-se observar interfaces bastante suavizadas para as soluções não-newtonianas (CMC e GX).

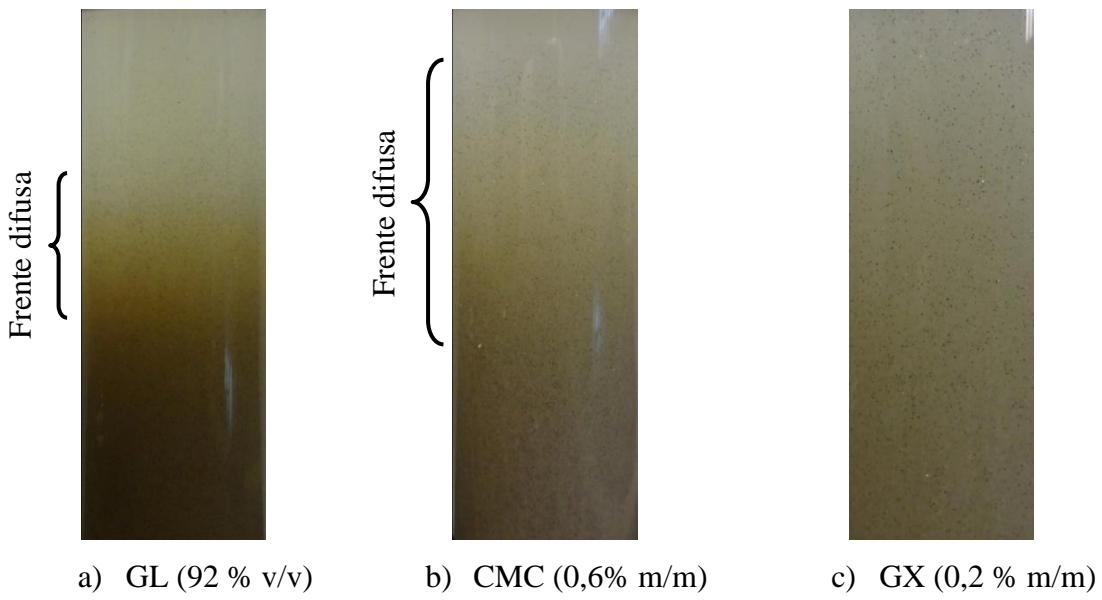


Figura 4.8 - Imagens fotográficas da frente superior difusa para suspensões de areia (150-212  $\mu\text{m}$ ) sedimentando com concentração inicial de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ .

Outra constatação importante visualizada na Figura 4.8, foi a ocorrência para as regiões mais próximas à base, do aumento da concentração de sólidos (antes da passagem da interface). Tal fenômeno foi observado apenas nos fluidos pseudoplásticos (CMC e GX), não sendo portanto verificado nas soluções de GL (fluido newtoniano).

As diferenças apresentadas entre os comportamentos exibidos pelas suspensões sedimentando nos fluidos pseudoplásticos (CMC e GX) e no fluido newtoniano (GL) podem-se ser explicadas ao avaliar as características reológicas dos fluidos. No caso dos fluidos newtonianos, com a adição do efeito de concentração (neste caso  $\varepsilon_{s0}=9\%$ ), as partículas sedimentam em velocidades próximas, e, por isso, a dispersão e a segregação de materiais para uma dada camada horizontal da proveta é menor, formando, assim, uma região de concentração constante longa e uma interface descendente estreita (Figura 4.7a).

O aumento da concentração de sólidos para as regiões intermediárias da proveta (acúmulo de sólidos) verificado nas Figuras 4.7b e 4.7c, para as soluções de CMC e GX, pode ser atribuído ao fenômeno de aglomeração com formação de canais de sedimentação que ocorre em fluidos com memória.

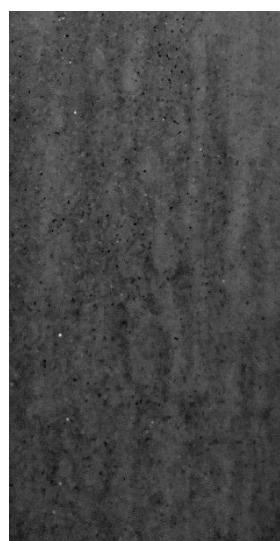
Desta forma, as partículas ao sedimentarem, deformam o fluido, reduzindo a sua viscosidade aparente. Como o fluido possui memória, a região de baixa viscosidade é mantida por certo período de tempo, e, com isso, posteriormente quando partículas adjacentes percorrem tal região de baixa viscosidade, aumentam a velocidade de

sedimentação e aproximam-se das partículas que deformaram o fluido anteriormente. Assim, verifica-se a formação de aglomerados que sedimentam em velocidade maior que as partículas não aglomeradas, justificando desta forma, a chegada mais rápida de algumas partículas na base da proveta.

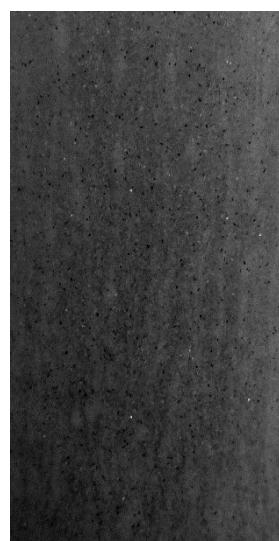
O comportamento não homogêneo devido ao fenômeno de aglomeração com formação de colunas durante a sedimentação de suspensões em fluidos pseudopolásticos, tem sido reportado na literatura por diversos autores (JOSEPH et al. 1994; ALLEN e UHLHERR, 1989; BOBROFF e PHILIPS, 1998; DAUGAN et al. 2004; MORA et al. 2005; PHILIPS, 2010; PHILIPS e TALINI, 2007; VISHNAMPET e SAINTILLAN, 2012).

A justificativa para a ocorrência do fenômeno de agrupamento das partículas foi baseada nos ensaios com duas partículas caindo em fluidos pseudoplásticos que possuíam memória. Ao se lançar a primeira partícula esta ocasionava uma esteira de baixa viscosidade. Assim, quando uma segunda partícula era lançada, verificava-se uma aproximação da segunda partícula em relação à primeira partícula, até que, após certo tempo, as duas encontravam-se. Após o contato, ambas as partículas passavam a se mover juntas e com uma velocidade maior do que se estivessem caindo isoladas (EISENBERG et al. 2013; GUESLIN et al. 2006; DAUGAN, 2002).

Neste trabalho, foram obtidas imagens fotográficas da proveta em que foi possível visualizar o fenômeno de aglomeração que ocorria durante os ensaios de sedimentação em GX a 0,2% m/m e em CMC a 0,6% m/m.

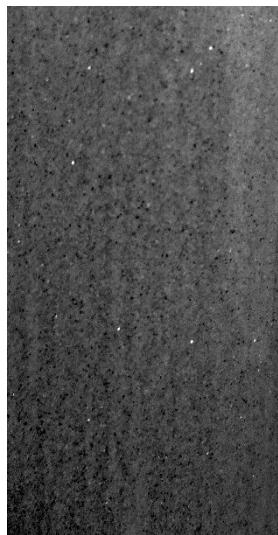


a) GX 0,2 m/m (tempo de



b) GX 0,2% m/m (tempo de

sedimentação de 32 minutos).



c) CMC 0,6% m/m (tempo de sedimentação 20 minutos)

sedimentação de 50 minutos)



d) CMC 0,6% m/m (tempo de sedimentação 24 minutos)

Figura 4.9 - Imagens fotográficas obtidas mostrando o fenômeno de aglomeração das partículas e a formação de colunas para amostras da areia 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ .

Na Figura 4.9, pode-se observar, nas regiões mais claras a ocorrência dos aglomerados/canais de sedimentação formados tanto para as soluções de CMC quanto para as de GX.

Nas sedimentação em GX, a aglomeração era tão intensa que a formação de canais de sedimentação não se estabeleceu totalmente. Neste fluido, as partículas ao se agruparem, desciam na proveta de testes em um formato similar a uma gota d'água caindo. Com o passar do tempo, à medida que mais partículas agrupavam-se, o formato de “gota” geralmente modificava-se para um formato similar a uma coluna/canal de sedimentação. No entanto, o processo era bastante transiente, principalmente devido aos choques com outras partículas em suspensão e, por isso, a formação de canais não estabelecia totalmente e quando tal fenômeno ocorria, era em um tempo muito curto.

Vale também comentar que na Figura 4.9b, (obtida no tempo de 50 minutos após a homogeneização), verificou-se que as partículas agrupadas eram bem menos significativas. Tal comportamento pode ser explicado pela quantidade de sólidos locais ter se tornado consideravelmente menor, o que ocasionou redução do fenômeno de aglomeração e no tamanho dos aglomerados.

Na sedimentação em CMC não foi possível visualmente verificar o início do processo aglomeração. No entanto, verificava-se os canais de sedimentação já estabelecidos em que as partículas sedimentavam em uma velocidade maior do que o restante da suspensão (conforme pode ser observado nas Figuras 4.9c e 4.9d).

Desta forma, os fracos efeitos tixotrópicos presentes nas soluções de CMC foram suficientes para estabelecer as colunas ou canais de sedimentação. No entanto, tais canais estabeleceram-se de maneira bem menos expressiva do que verificou-se na sedimentação em GX. Além disso, os canais formados em CMC foram constatados em poucos momentos durante os testes experimentais.

No trabalho de Daugan et al. (2004), ao avaliar imagens de suspensões monodispersas sedimentando em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória (xantana a 1500 ppm), os autores concluíram em suas análises que, enquanto os canais de sedimentação estavam formados, estes permaneciam em número constante. Além disso, quanto maior fosse a concentração inicial da suspensão, maior era a quantidade de colunas formadas.

No entanto, tal comportamento não foi verificado neste trabalho para a sedimentação em GX. O fenômeno de aglomeração com formação de canais observado possuía características bastante instáveis, não permanecendo em forma e número constante durante os testes. As diferenças verificadas entre o comportamento das partículas sedimentando neste trabalho e no trabalho de Daugan et al. (2004) podem ser justificadas pela concentração de sólidos inicial da suspensão (que neste estudo era maior do que a utilizada por DAUGAN et al. 2004).

Outra justificativa para tais diferenças podem ser apontadas quando analisa-se as conclusões do trabalho de Yu et al. (2006). Neste estudo, os autores afirmaram que a presença de elasticidade no fluido (mesmo que muito fraca), parece ser necessária para modificar as partículas que se agregam, em coluna de sedimentação estáveis. Como a caracterização da goma xantana utilizada neste trabalho mostrou efeitos viscoelásticos desprezíveis, pode-se justificar que as diferenças entre o fenômeno de aglomeração verificada no presente trabalho com o de Daugan et al (2004) estão associadas com a presença de viscoelasticidade entre os fluidos utilizados.

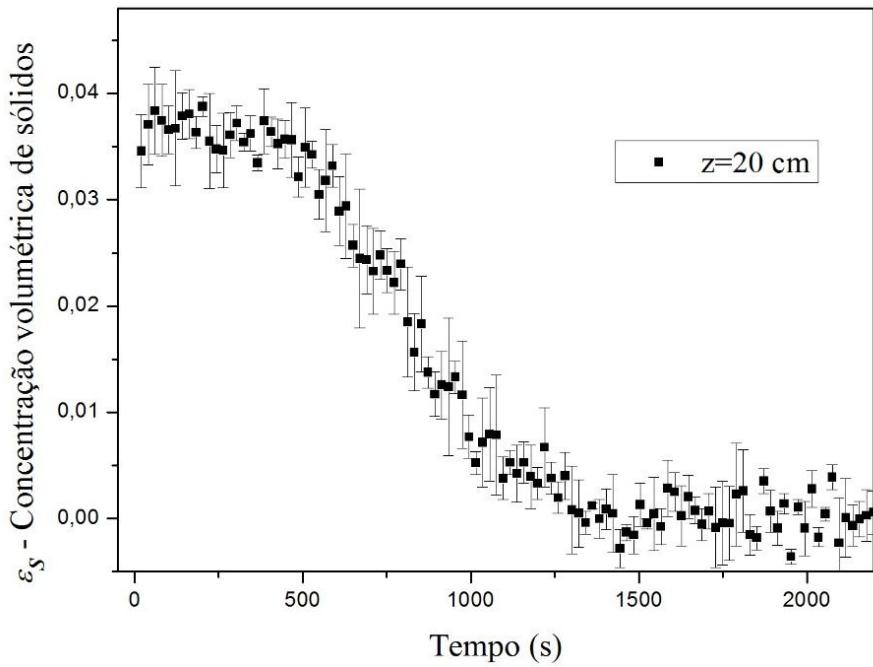
Outra constatação importante verificada, é que, o fenômeno de aglomeração está relacionado com a concentração local de sólidos. Desta forma, à medida que a

concentração local de sólidos reduzia-se, o agrupamento de partículas também diminuía e como consequência, as taxas de sedimentação reduziam com o passar do tempo. Tal constatação pode ser observada ao comparar as Figuras 4.9a e 4.9b, além de também explicar a passagem de uma interface descendente lenta seguindo uma tendência de decaimento exponencial que acontecia em tais fluidos.

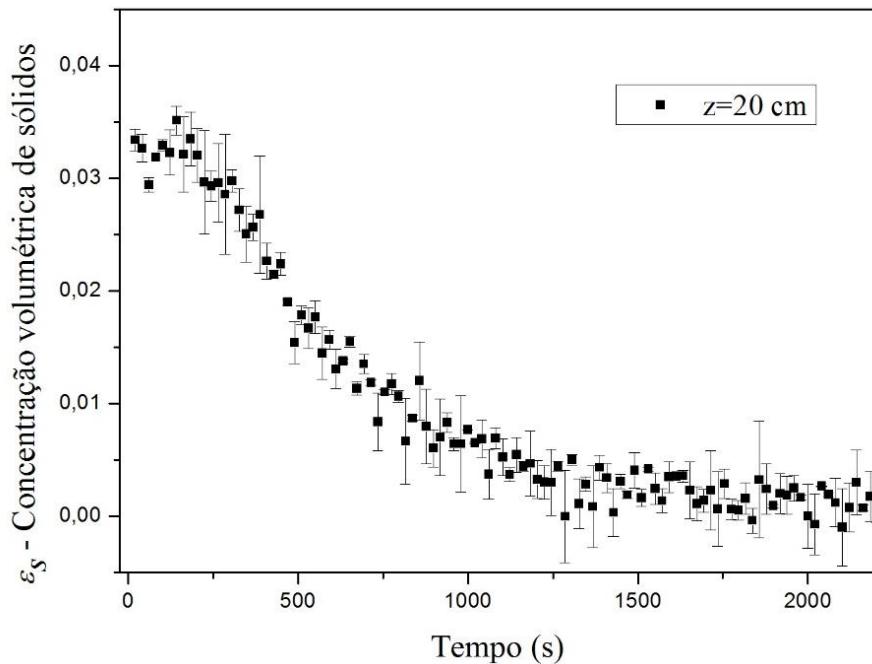
O fenômeno de gelificação das soluções de GX pode ser apontado como um fator que também influenciou na suavização das curvas de redução da concentração de sólidos (Figuras 4.7a e 4.7b). Assim, ao analisar que a diminuição na concentração de sólidos reduziu as taxas de sedimentação (devido a redução do fenômeno de aglomeração), pode-se inferir que ocorreu também a redução no fluxo ascendente de líquido com o passar do tempo, o que favoreceu a gelificação do fluido, ou seja, o aumento da viscosidade aparente com o tempo. Desta forma, a gelificação reduziu ainda mais a sedimentação das partículas, influenciando na suavização das curvas de concentração ao longo do tempo.

Para uma melhor avaliação das análises discutidas nesta seção, as Figuras 4.10 a 4.13 apresentam separadamente os três tipos de curvas verificadas durante a sedimentação do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  (região I, II e III). Nestas figuras, as suspensões possuíam as concentrações iniciais de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  e de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ .

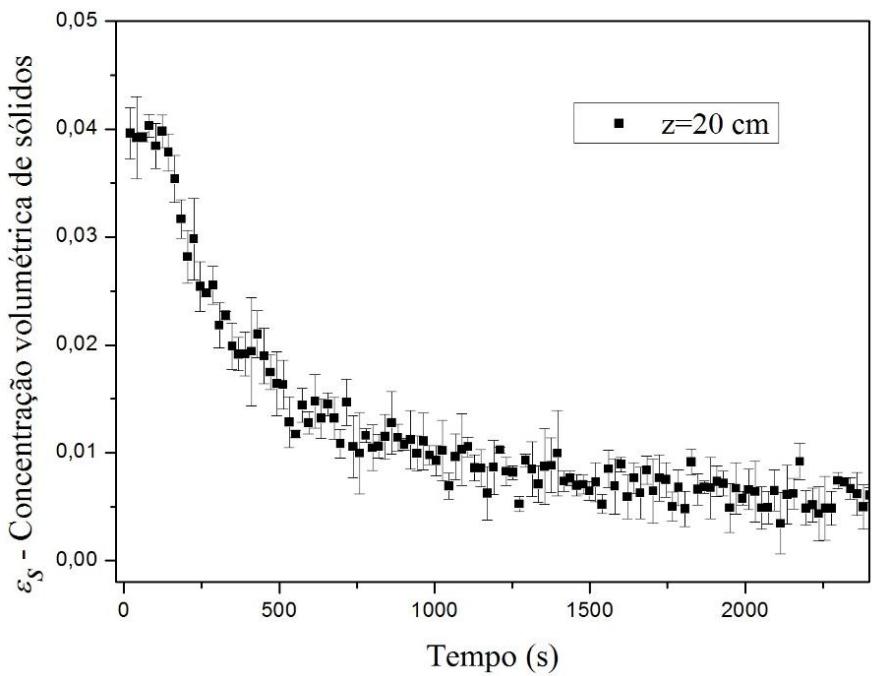
Vale mencionar que nos Apêndices A e B são mostrados os gráficos para diversas posições da proveta de testes para o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , sedimentando em GL, CMC e GX. As figuras contidas em tais apêndices apresentam a variação da concentração de sólidos em função do tempo, contemplando as posições de  $z=0,5$  a 24 cm acima da base.



a) GL 92% v/v

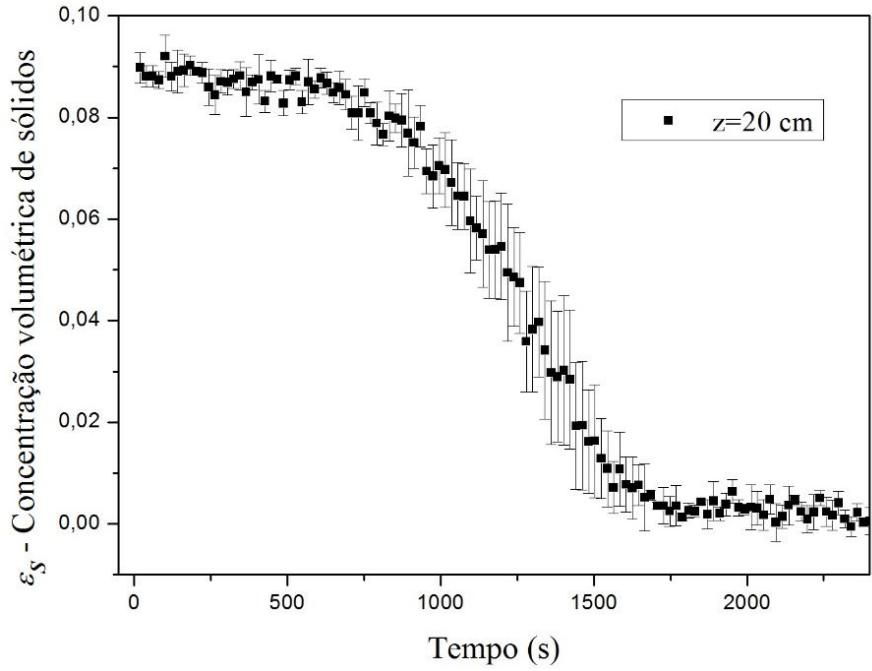


b) CMC 0,6% m/m

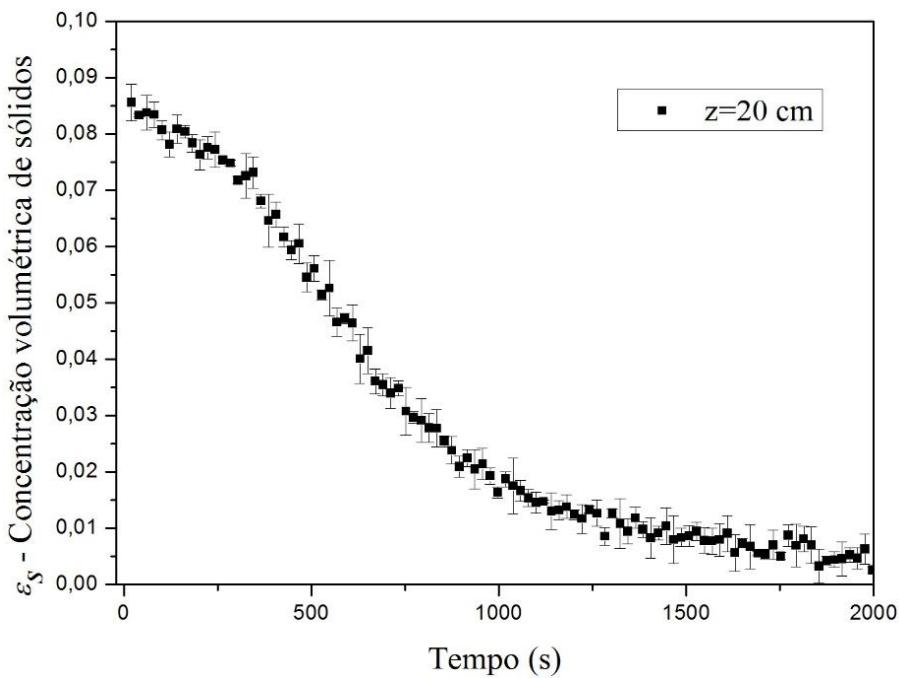


c) GX 0,2% m/m

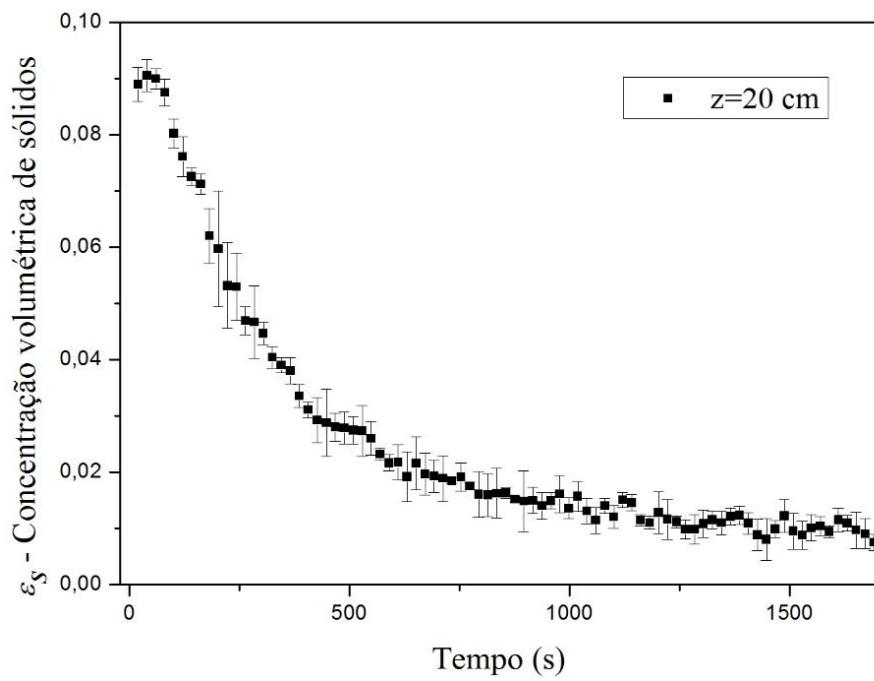
Figura 4.10 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões de carbonatos sedimentando na região I ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).



a) GL 92% v/v

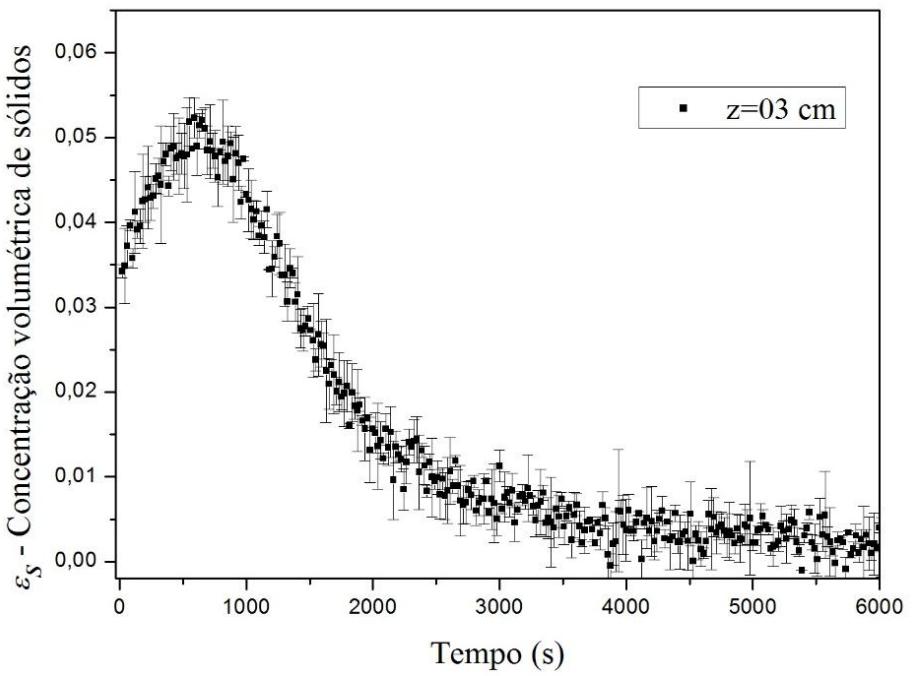


b) CMC 0,6% m/m

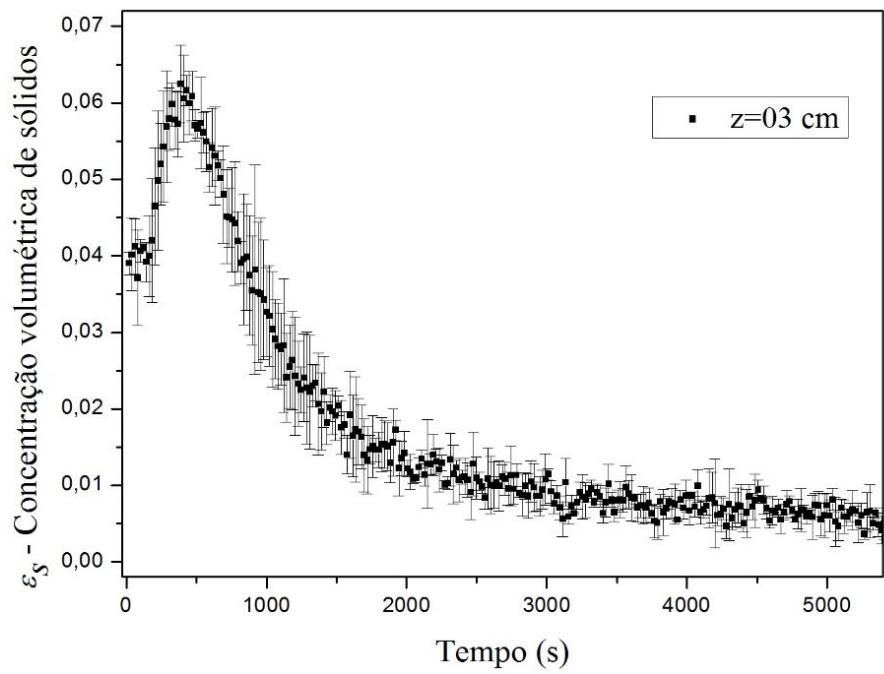


c) GX 0,2 % m/m.

Figura 4.11 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando na região I ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).

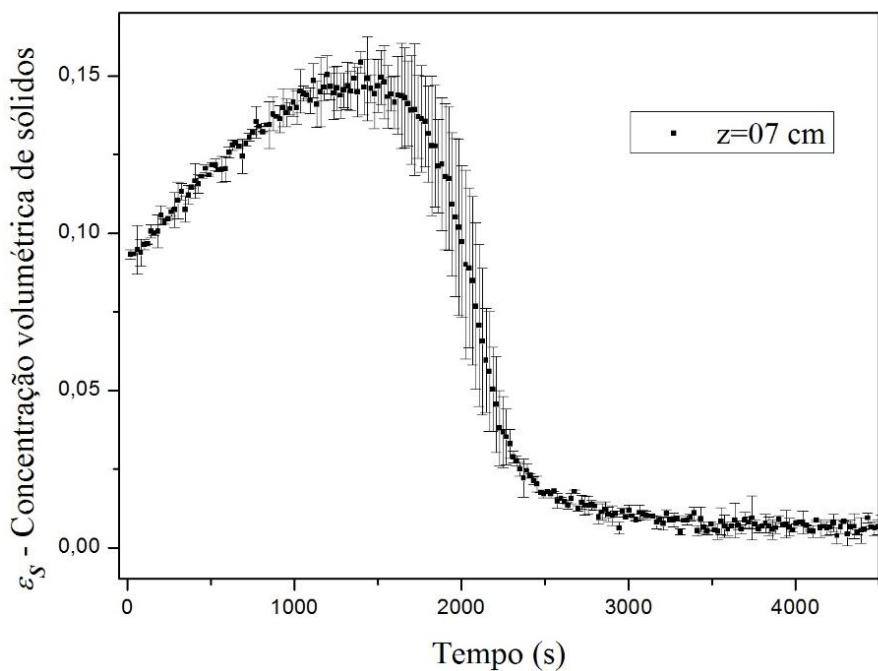


a) CMC 0,6% m/m

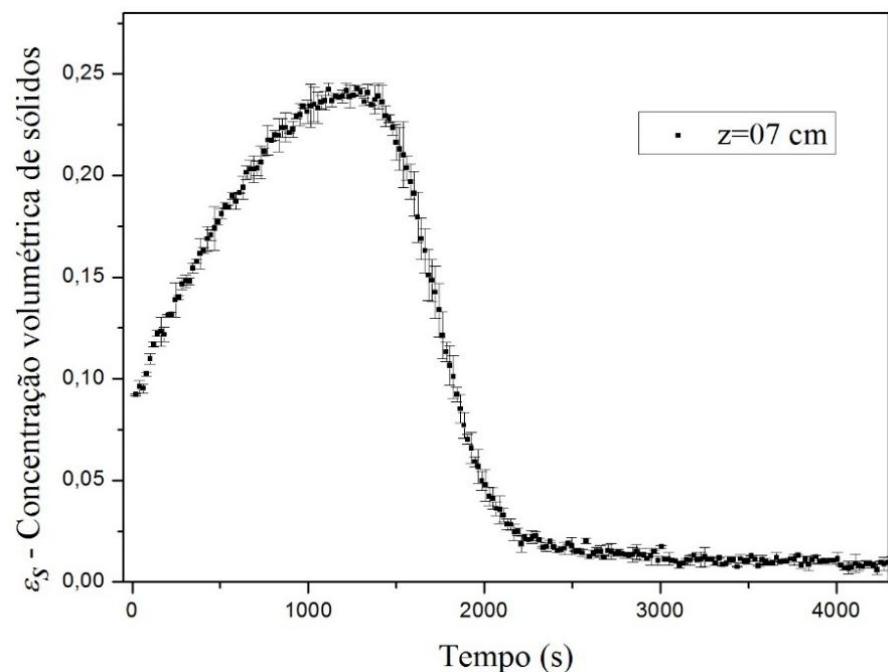


b) GX 0,2 % m/m.

Figura 4.12 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando na região II ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).



a) CMC 0,6% m/m

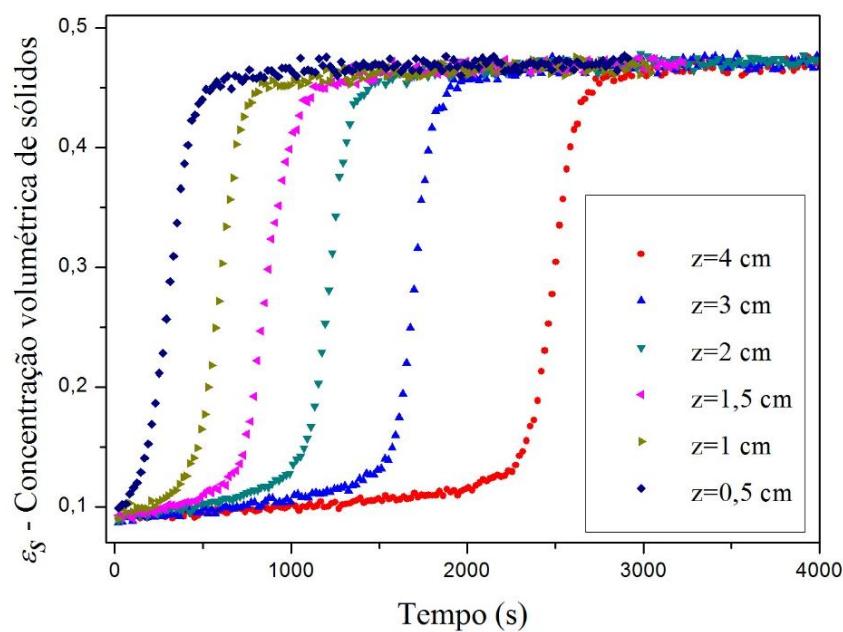


b) GX 0,2% m/m.

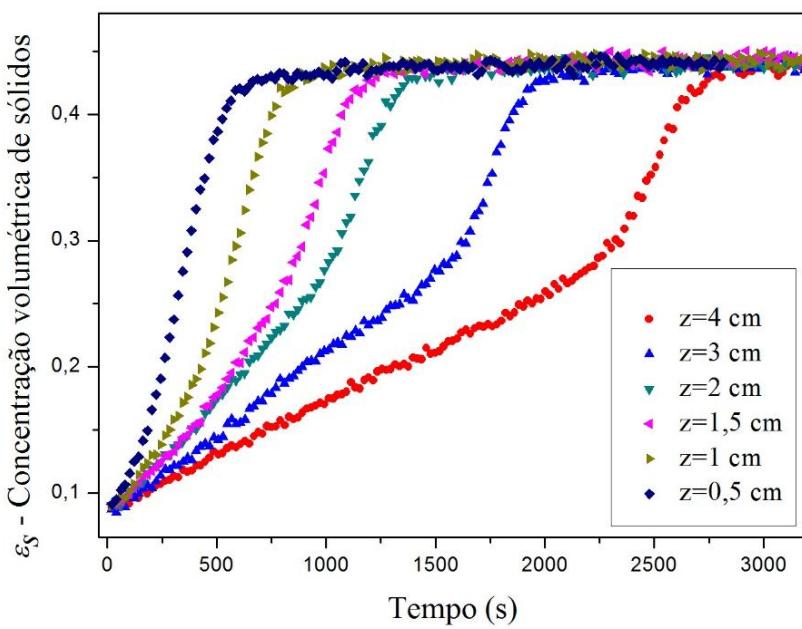
Figura 4.13 - Variação da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando na região II ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).

#### 4.2.1.2 Monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo para a região III

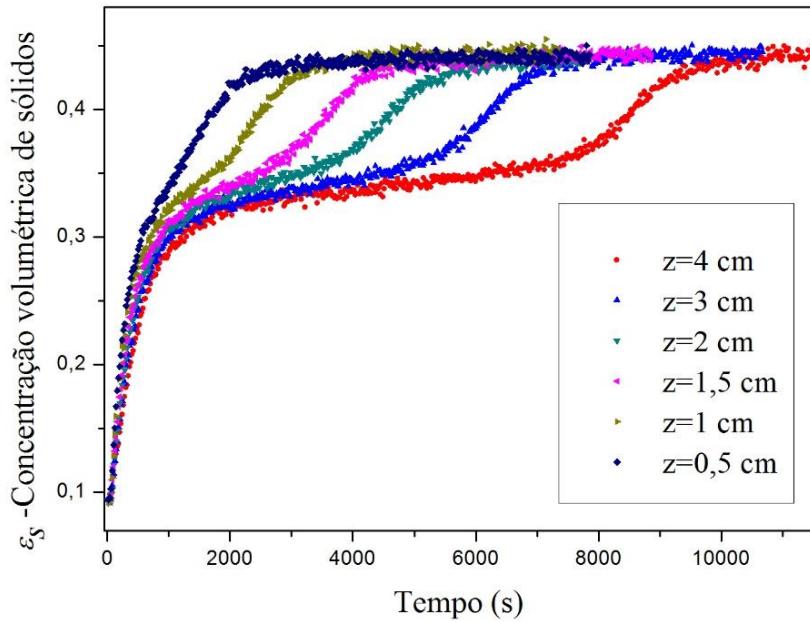
A Figura 4.14 apresenta os resultados do monitoramento da concentração local de sólidos como função da posição e do tempo para suspensões do carbonato de cálcio 15-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em soluções de GL 92% v/v, CMC 0,6% m/m e GX 0,2% m/m para posições próximas à base do tubo de testes (onde estabelecia a formação de sedimento - região III).



a) GL 92% v/v.



b) CMC 0,6 % m/m.



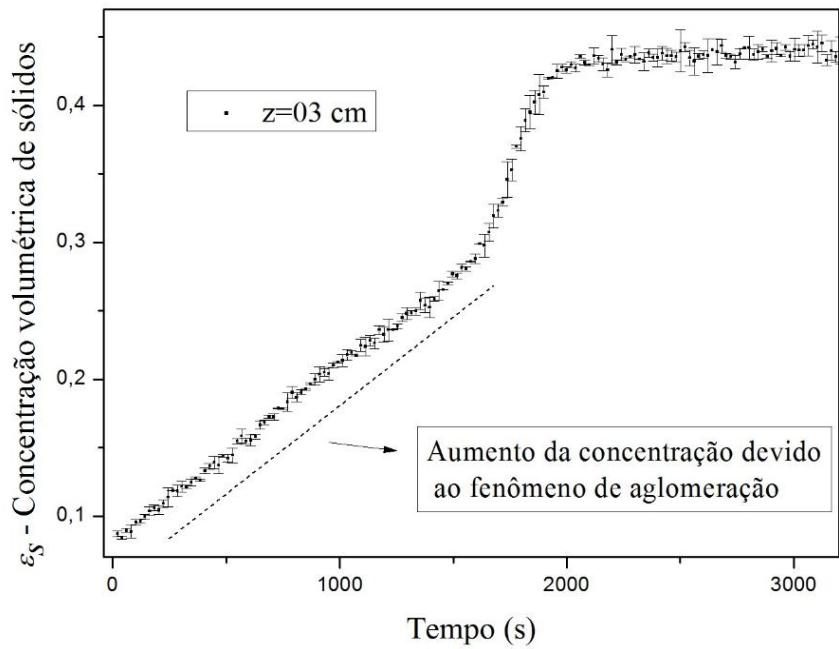
c) GX 0,2% m/m.

Figura 4.14 – Monitoramento da concentração de sólidos como função do tempo para suspensões do carbonato 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em regiões próximas à base do tubo de testes.

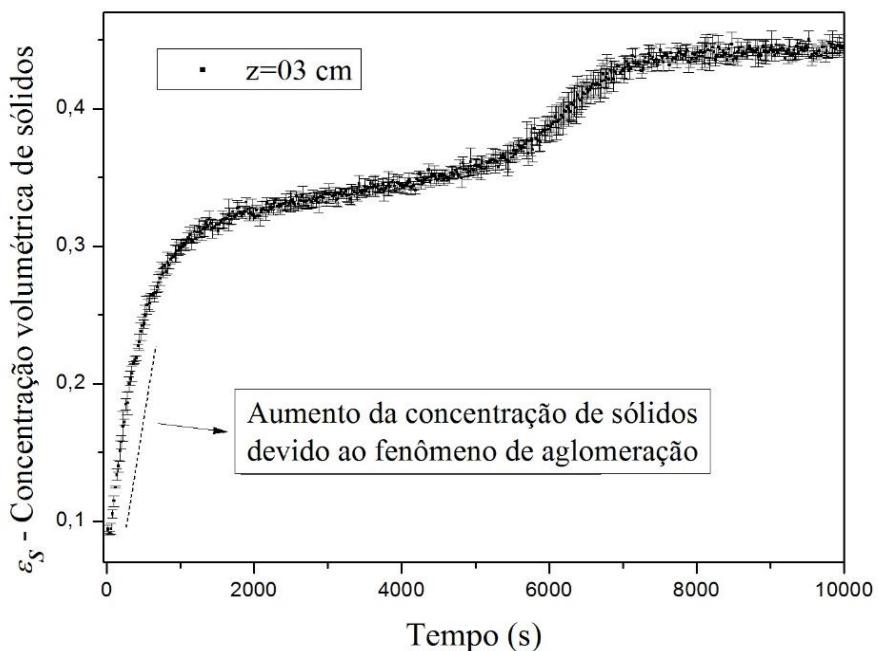
Pode-se observar na Figura 4.14 que a formação do sedimento no fluido newtoniano (GL) e nos fluidos não-newtonianos (GX e CMC) ocorreu de maneira bastante distinta. Para a sedimentação no fluido newtoniano (solução aquosa de glicerina), verificou-se que a concentração de sólidos permaneceu constante por um período de tempo e, posteriormente, ocorreu um rápido aumento ao longo do tempo. Este comportamento demarcou claramente a passagem da interface ascendente, ou seja, a chegada de um sedimento compactado na altura de leitura de pontos.

Na sedimentação envolvendo as soluções de GX e de CMC foi verificada uma região de concentração constante muito estreita (ou mesmo inexistente em algumas posições), ocasionada pelo aumento imediato (ou quase imediato) da concentração de sólidos ao longo do tempo após o processo de homogeneização. Para as suspensões sedimentando em CMC e em GX, tal comportamento pode ser novamente atribuído ao fenômeno de agrupamento das partículas durante a sedimentação.

Como as soluções de GX possuíam efeitos de memória bem mais significativos e ainda características pseudoplásticas mais relevantes, isto ocasionou o aumento da concentração de sólidos ao longo do tempo de forma mais significativa quando comparado com a sedimentação em CMC, conforme está mostrado na Figura 4.15.



a) CMC 0,2% m/m.



b) GX 0,2 % m/m.

Figura 4.15 – Sedimentação de suspensões constituídas pelas amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , indicando o aumento da concentração de sólidos devido ao fenômeno de aglomeração.

Nas soluções de GX, o fenômeno de aglomeração foi tão intenso que ocasionou o aumento quase vertical da concentração de sólidos nos instantes iniciais da sedimentação. Em seguida verificou-se uma região em que a concentração ficou quase constante. Esta região em que a concentração de sólidos passou a aumentar de forma

pouco expressiva, foi verificada, quando as concentrações atingiam cerca de  $\varepsilon_s=32\%$  sendo devidamente mostrada na Figura 4.16. Tal constatação pode ser explicada pela redução na concentração local de sólidos para as posições intermediárias e próximas ao topo da proveta ocasionando um redução expressiva no fenômeno de agrupamento das partículas e a consequente queda nas taxas de sedimentação, tendo como resultado uma chegada de materiais sólidos menos significativa na regiões próximas a base da proveta.

Na sedimentação em CMC, não foi verificada a região de pouca variação na concentração de sólidos. Isto pode ser explicado, novamente pelo fenômeno de agrupamento das partículas ser menos expressivo em tais soluções. Como a chegada de partículas na base não ocorria de forma tão rápida (quando comparado com a sedimentação em GX), o sedimento compactado chegou antes de ocorrer o fim do fenômeno de aglomeração, e, por isso não verificou-se a região de concentração constante identificada na Figura 4.16.

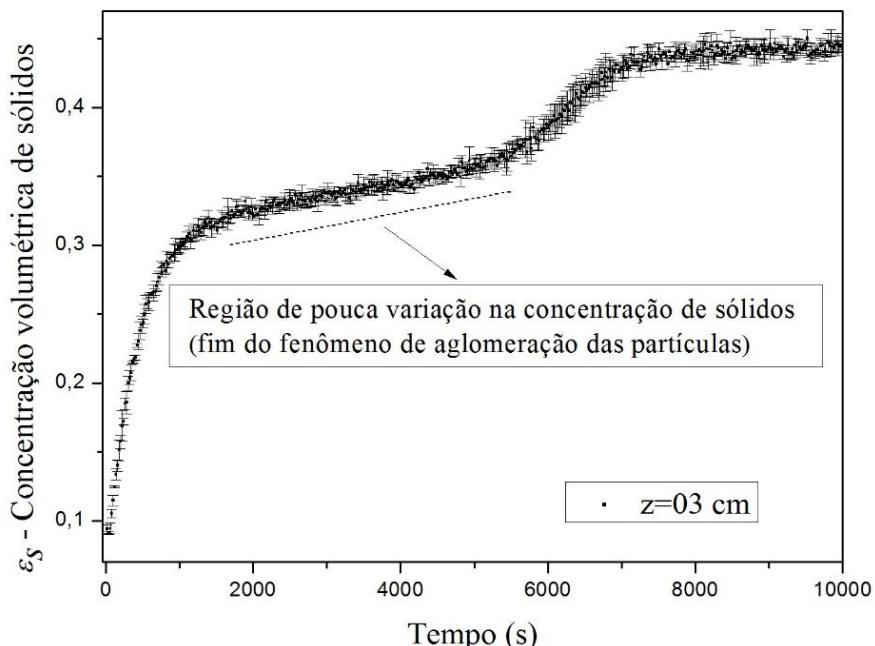
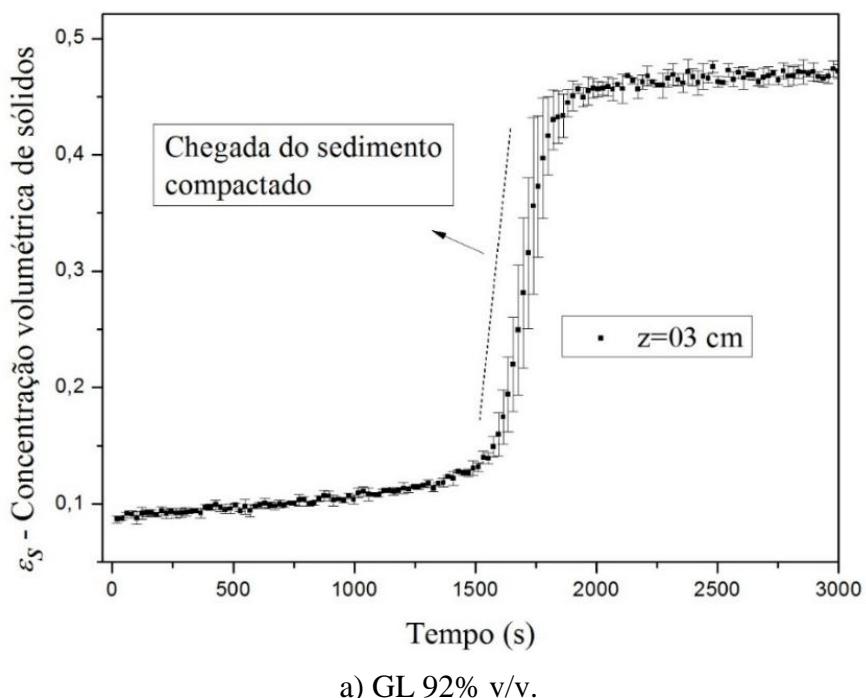


Figura 4.16 - Sedimentação de suspensões constituídas pelas amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , indicando o fim do fenômeno de aglomeração das partículas.

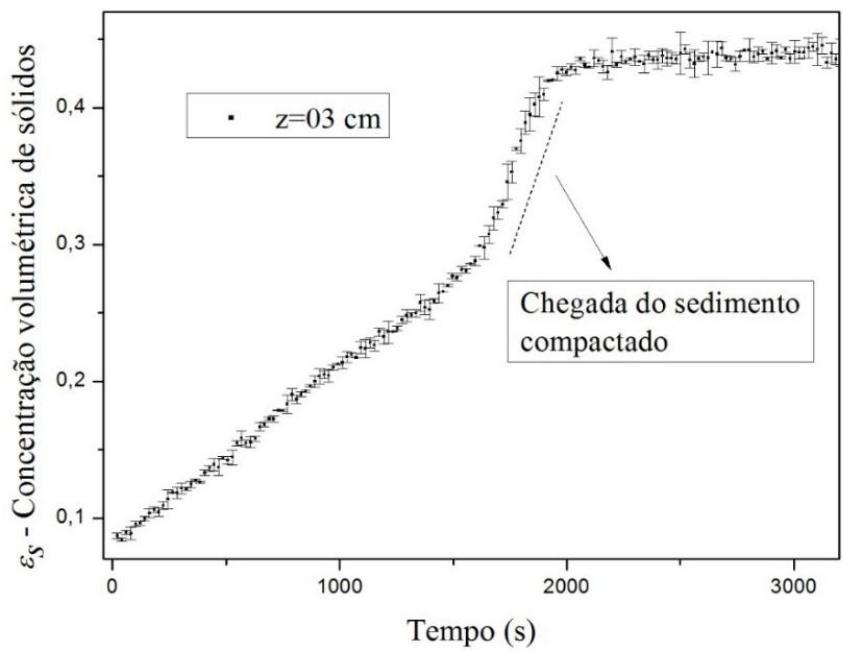
Na sequência, após a fase em que a concentração passou a aumentar de forma pouco expressiva, ocorreu novamente um rápido aumento na concentração de sólidos (inflexão nas curvas de crescimento do sedimento nas suspensões sedimentando em GX). Tal fato pode ser explicado pela chegada de um sedimento compactado na altura de leitura de pontos (Figura 4.17c). Desta forma, concluiu-se que ao mesmo tempo em que se tem o acúmulo de sólidos ao longo do tempo (em virtude do fenômeno de

agrupamento das partículas), têm-se também o crescimento de um sedimento compactado (ou saturado) na direção da base para o topo, formado por sobreposição das partículas. À medida que tal sedimento compactado alcançava a posição de leitura, verifica-se a inflexão na curva.

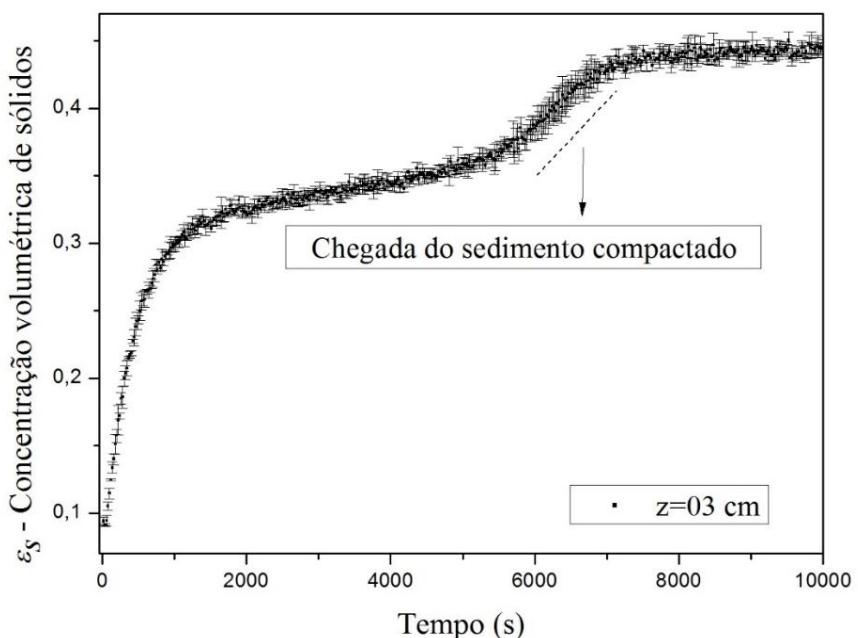
Em uma primeira análise pode-se pensar que a chegada de um sedimento compactado diante do sistema de medidas, ocasionaria um aumento vertical nas curvas de concentração ao longo do tempo. No entanto, conforme mostrado na Figura 4.17, pode-se observar que as inflexões possuíam inclinações maiores que 90°. Tal explicação para este comportamento está relacionada ao orifício colimador de raios- $\gamma$  possuir o diâmetro de 0,5 cm. Desta forma, o sedimento compactado em um primeiro momento, atinge de forma parcial o sistema de medidas, não ocorrendo, por tal motivo, uma mudança do tipo degrau positiva na curvas concentração em função do tempo.



a) GL 92% v/v.



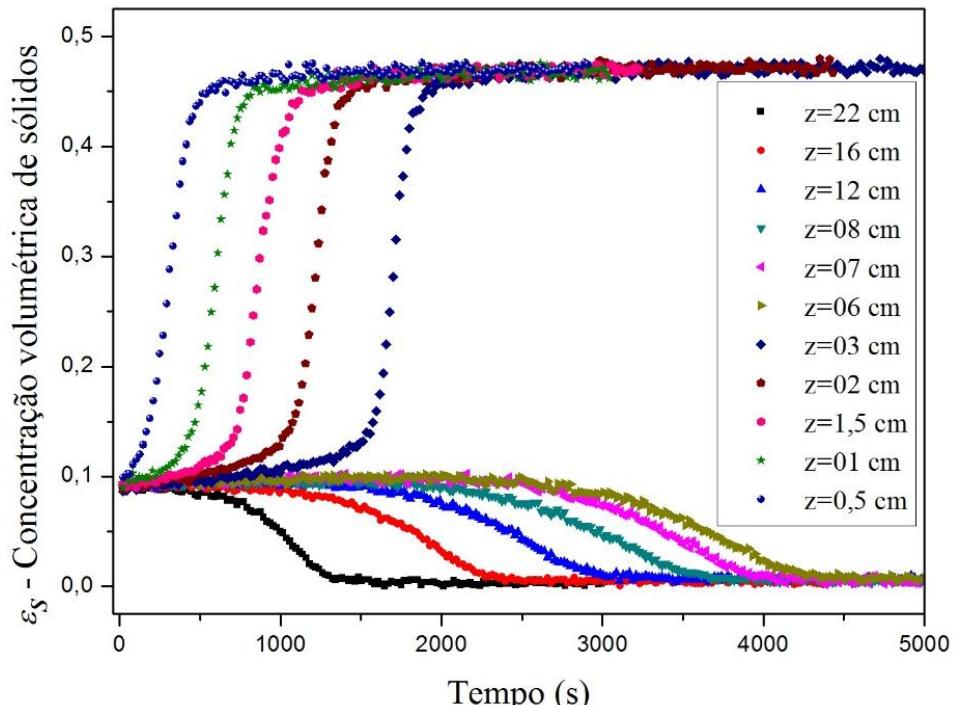
b) CMC 0,2 % m/m.



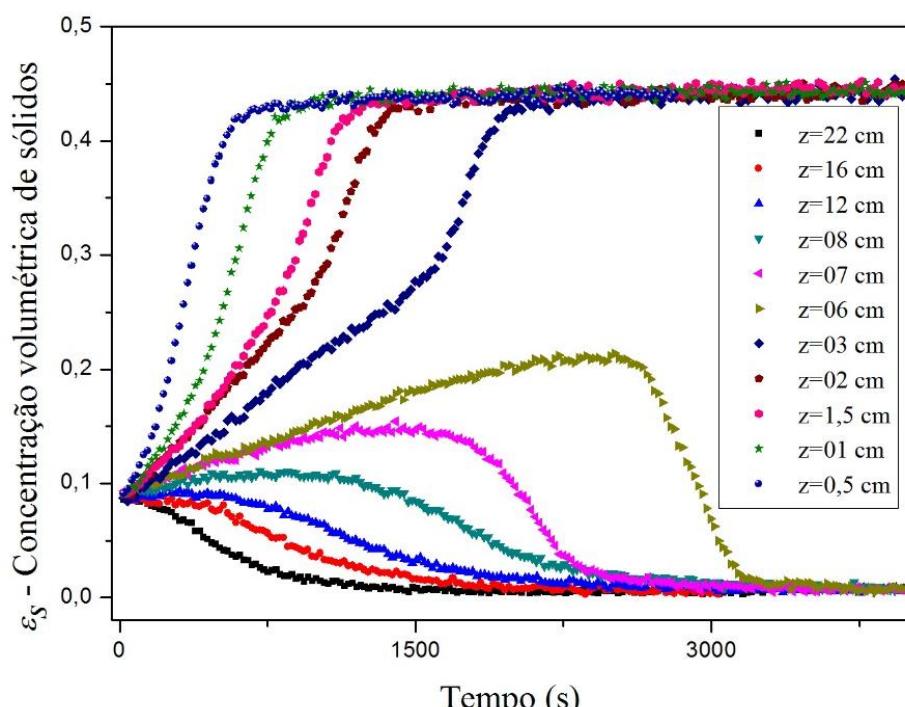
c) GX 0,2% m/m.

Figura 4.17 - Sedimentação de suspensões constituídas pelas amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , indicando a chegada do sedimento compacto.

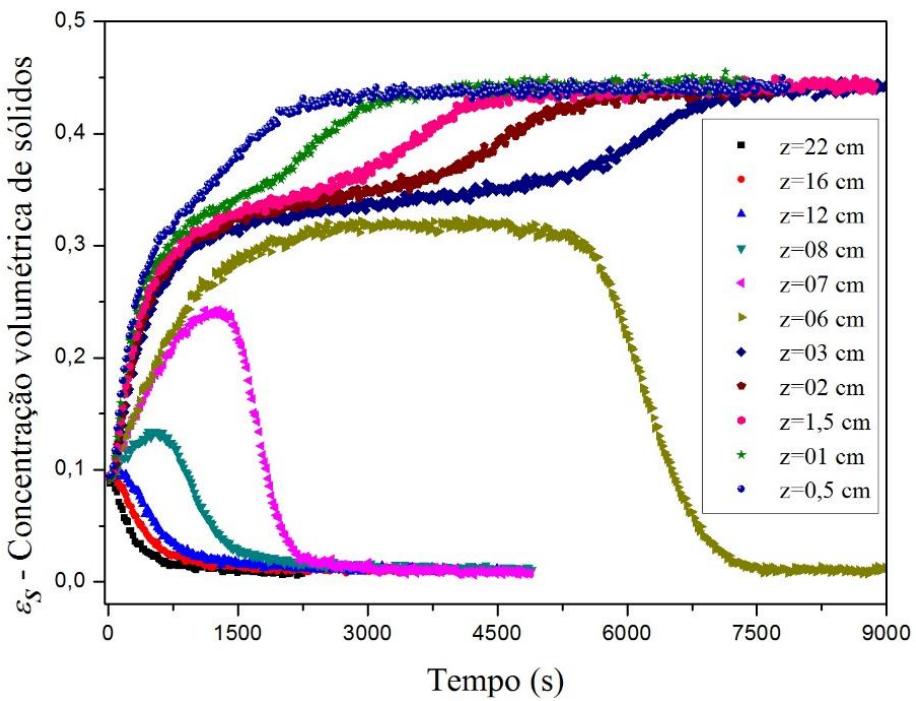
Para uma melhor análise dos resultados de sedimentação com o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , a Figura 4.18 apresenta os resultados da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições da proveta de testes, na concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ .



a) GL 92% v/v.



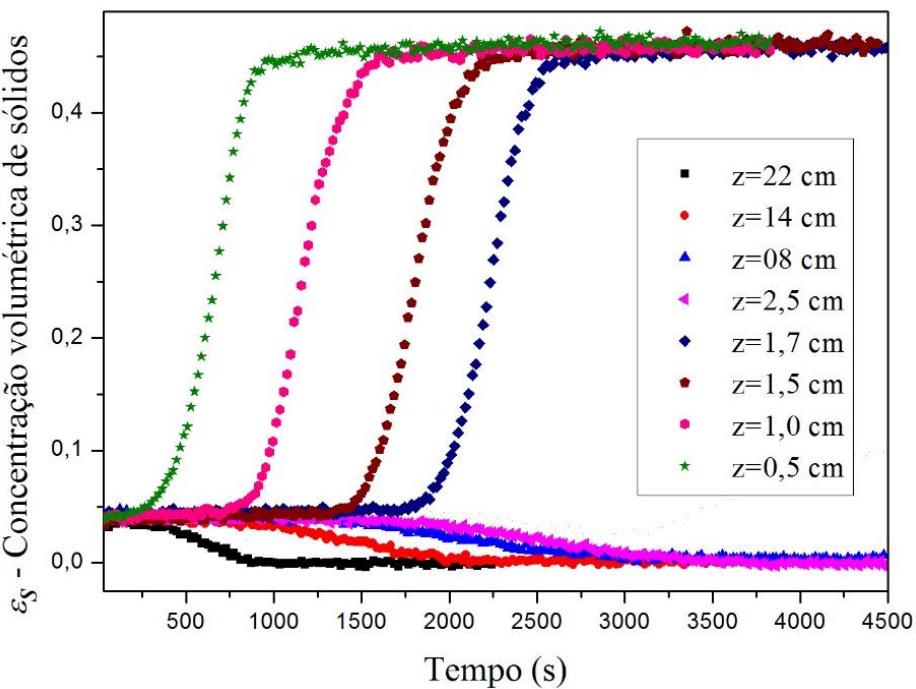
b) CMC 0,6 % m/m.



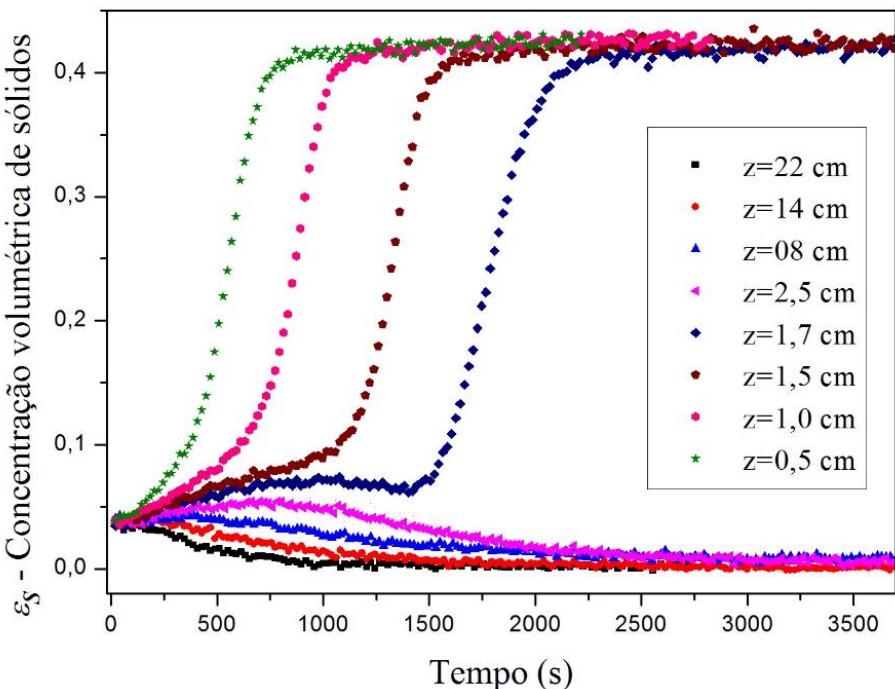
c) GX 0,2% m/m.

Figura 4.18 – Resultados da variação da concentração de sólidos em função do tempo para várias posições da proveta de teses (amostras de carbonato de cálcio sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).

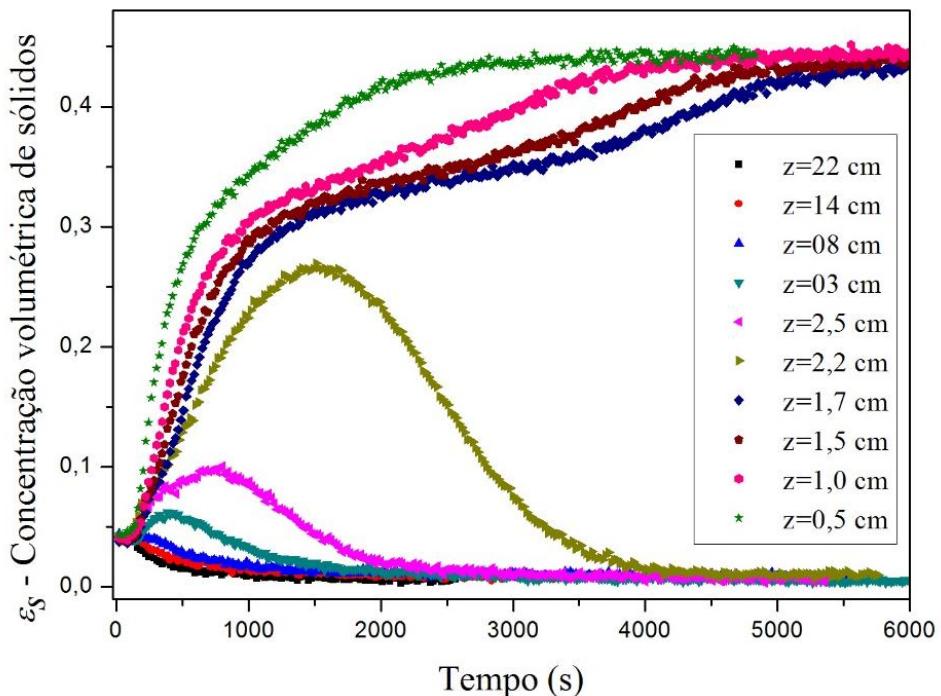
Na Figura 4.19 tem-se a variação da concentração de sólidos ao longo do tempo, para os três fluidos utilizados, abrangendo várias posições da proveta de testes na concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4\%$ .



b) GL 92% v/v.



b) CMC 0,6% m/m.



c) GX 0,2% m/m.

Figura 4.19 – Resultados da concentração de sólidos em função do tempo para várias posições da proveta de teses (amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).

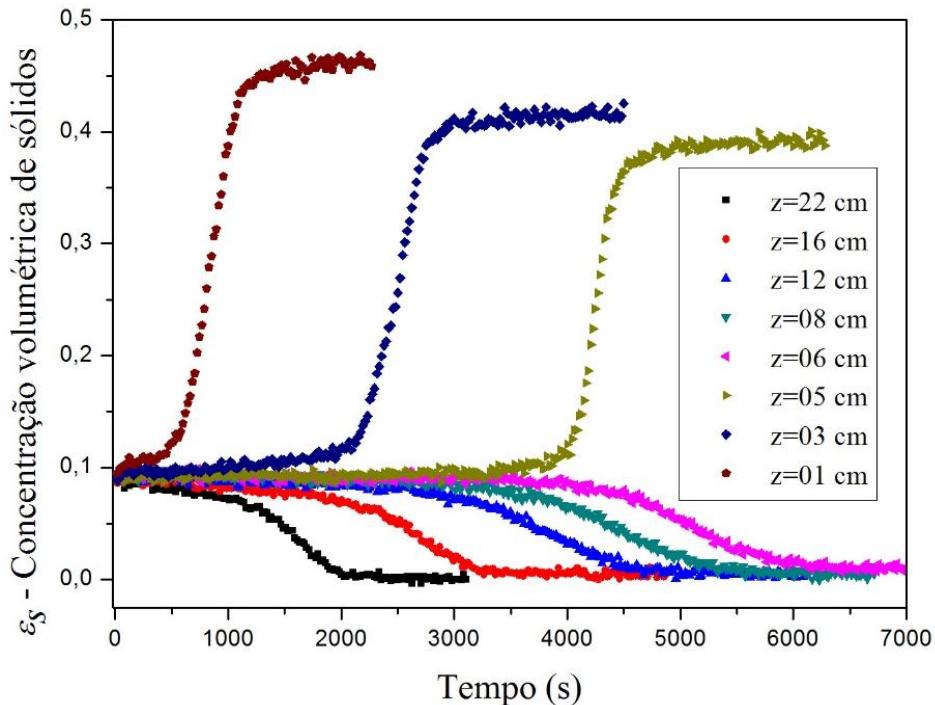
Ao comparar as Figuras 4.18 e 4.19 pode-se verificar que não houve alteração relevante no comportamento entre as suspensões sedimentando com concentração inicial de  $\varepsilon_{s0}=4$  e de 9%. No entanto, dentre as diferenças encontradas, pode-se apontar as alturas finais do sedimento formado ( $L$ ) (para  $\varepsilon_{s0}=4\%$  foi obtido uma altura final de  $L \approx 2$  cm e para  $\varepsilon_{s0}=9\%$ , uma altura de  $L \approx 5$  cm). Em relação às diferenças relacionadas ao efeito de concentração local na velocidade de sedimentação e de formação do sedimento, este tipo de análise, será abordada na seção 4.2.3.

Neste trabalho também estudou-se o comportamento de suspensões constituídas por areia sedimentando em GL, CMC e GX. A utilização de outro sólido (além do carbonato de cálcio) era interessante para avaliar a ocorrência de algum comportamento específico do carbonato de cálcio durante a sedimentação. Além disso, as imagens fotográficas utilizadas neste trabalho (Figuras 4.8 e 4.9) foram obtidas apenas para as suspensões de areia. Imagens fotográficas da frente superior difusa e do fenômeno de aglomeração para a sedimentação em carbonato não foi possível, visto que, o contraste entre o fluido e o material particulado não era nítido o que tornava bastante difícil a obtenção de imagens que mostrassem tais fenômenos acontecendo durante a sedimentação.

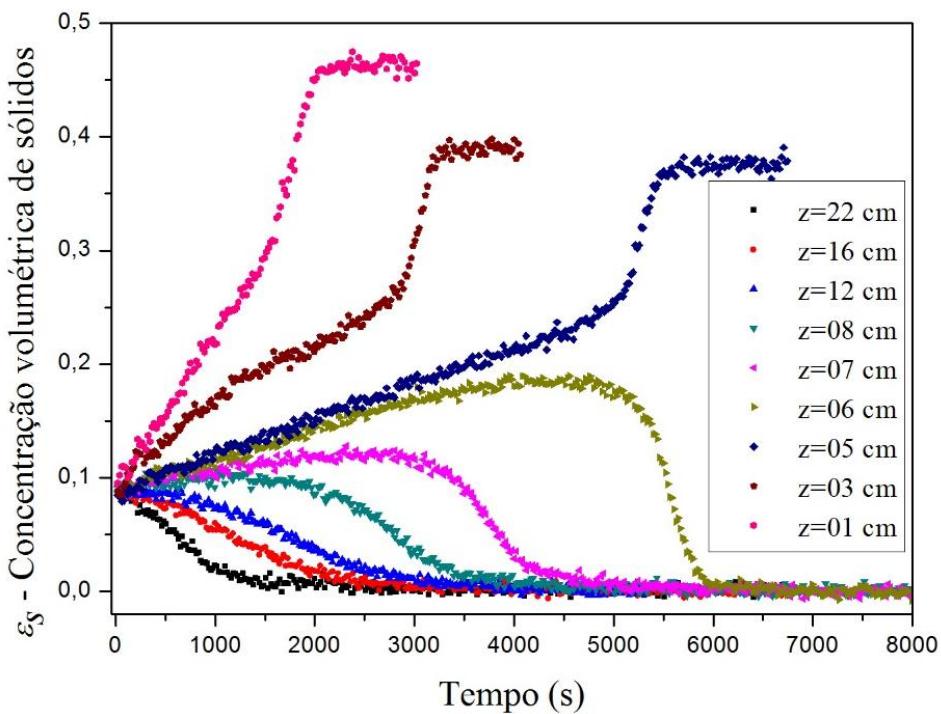
Neste contexto, a Figura 4.20 apresenta a variação de concentração de sólidos ao longo do tempo para a areia 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GL, CMC e GX. As suspensões possuíam concentração volumétrica inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  e os resultados apresentados abrangearam várias posições da proveta de testes.

Na Figura 4.20, pode-se verificar um comportamento bastante similar entre as suspensões sedimentando em carbonato e em areia. No entanto, foi observado para as regiões intermediárias e próximas ao topo do tubo de testes, que o tempo levado para a concentração de sólidos tender a zero era maior para as suspensões de areia. Seguindo a mesma análise, para as regiões próximas a base da proveta de testes (região de formação de sedimento), foi verificado que o tempo para a compactação total do sedimento também era consideravelmente maior para as suspensões sedimentado em areia.

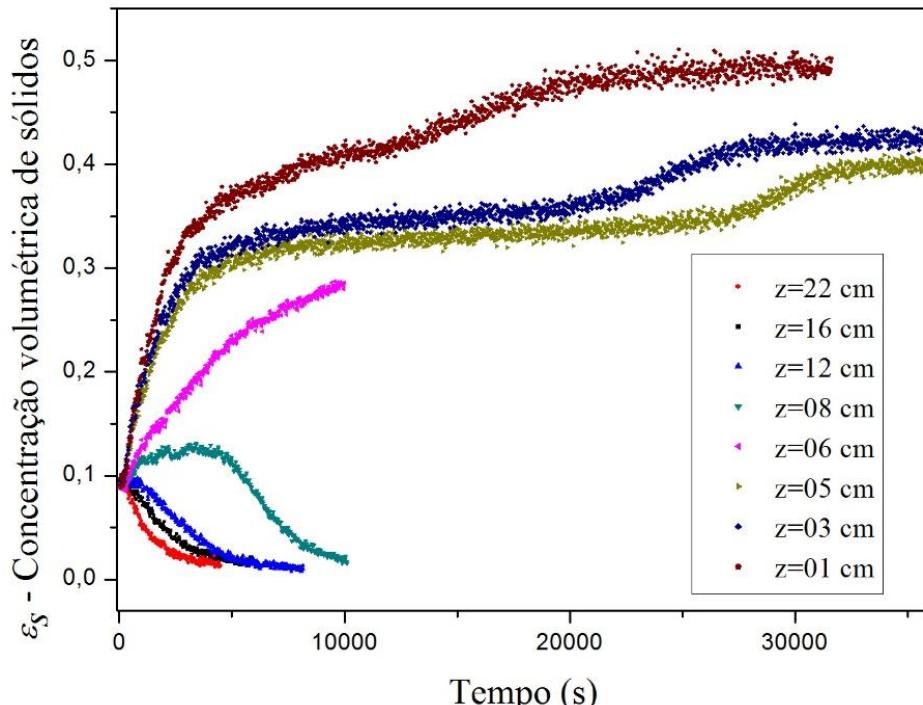
Como a areia 150-212  $\mu\text{m}$  e o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  possuíam a esfericidade e a distribuição granulométrica bastante similar, pode-se atribuir tal diferença à densidade dos sólidos. Esse parâmetro foi o que mais influenciou na diferença entre as velocidades de sedimentação ( $\rho_{\text{areia}}=2,724 \text{ g/cm}^3$  e  $\rho_{\text{carb}}=2,824 \text{ g/cm}^3$ ).



a) GL 92% v/v.



b) CMC 0,6% m/m.



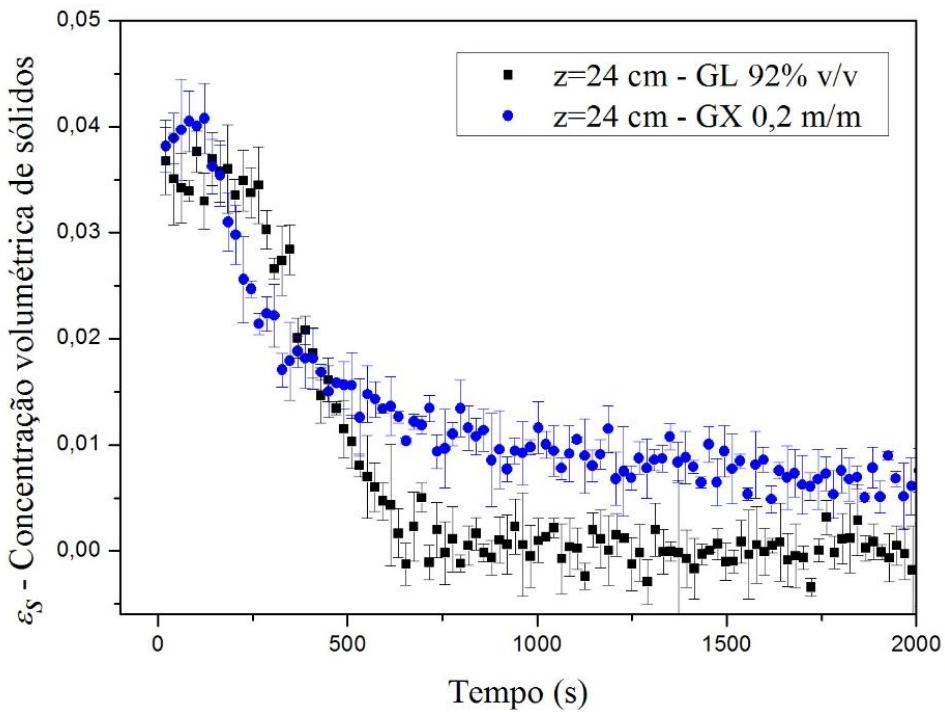
c) GX 0,2% m/m.

Figura 4.20 - Resultados da concentração de sólidos em função do tempo para várias posições da proveta de teses (amostras de areia sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).

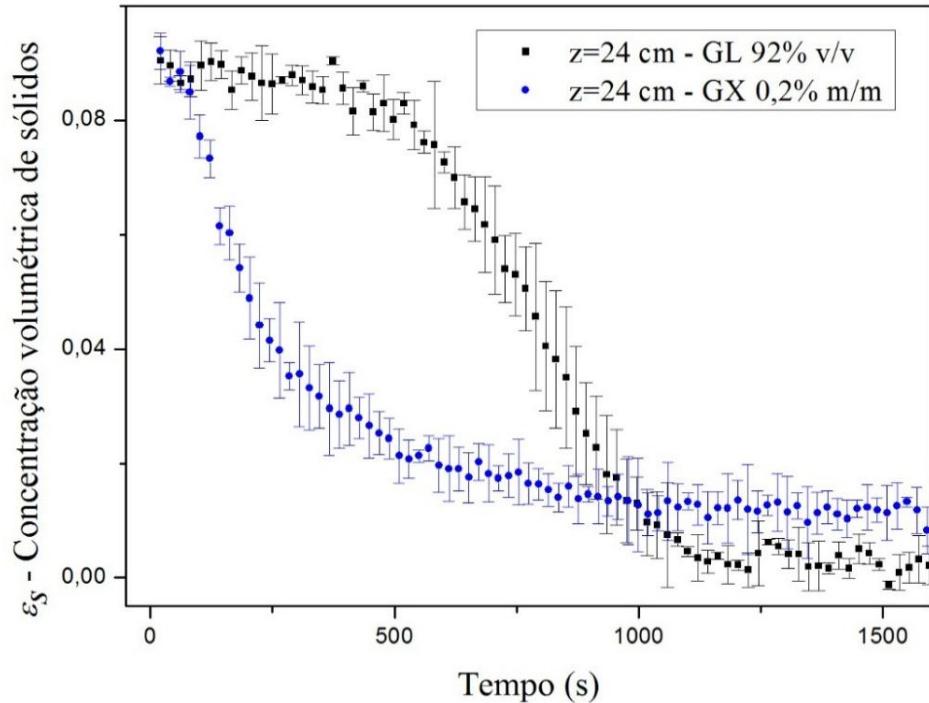
#### 4.2.2 Comparação entre o comportamento das suspensões sedimentando em GL e em GX

Para uma melhor avaliação das diferenças existentes entre a sedimentação nos fluidos estudados, a Figura 4.21 apresenta os resultados plotados em uma mesma escala gráfica para as amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , sedimentando nas soluções de GL e de GX.

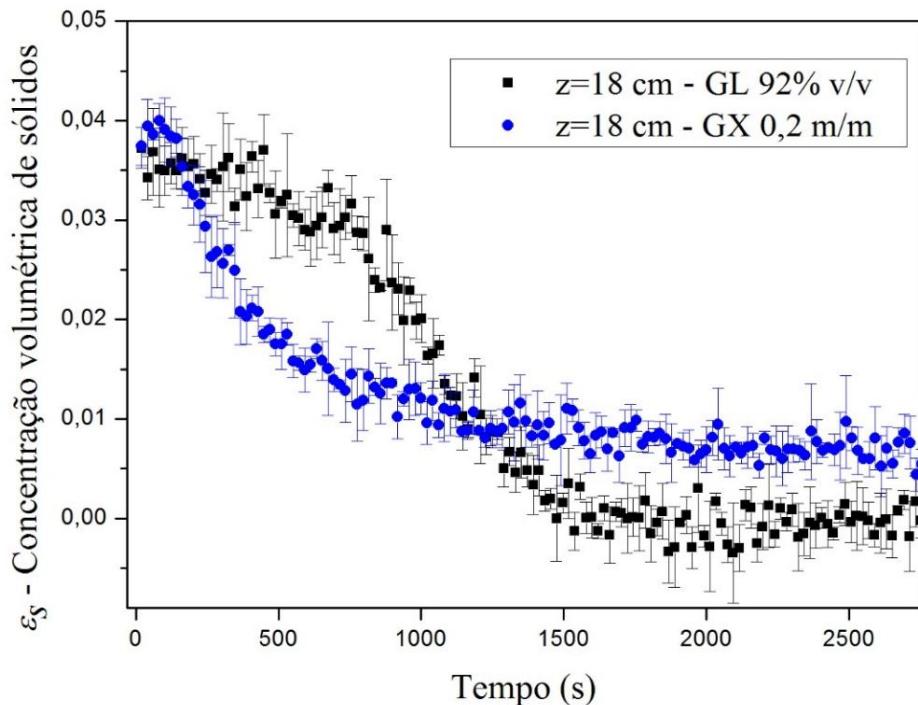
Por observação da Figura 4.21, verifica-se que a separação das partículas no fluido pseudoplástico (GX) ocorreu inicialmente mais rápida (quando comparado com o fluido newtoniano de viscosidade aparente similar). No entanto, este comportamento não é contínuo, pois, o tempo gasto para a sedimentação total dos sólidos ( $\varepsilon_s \approx 0$ ) foi menor para a soluções de GL (fluido newtoniano).



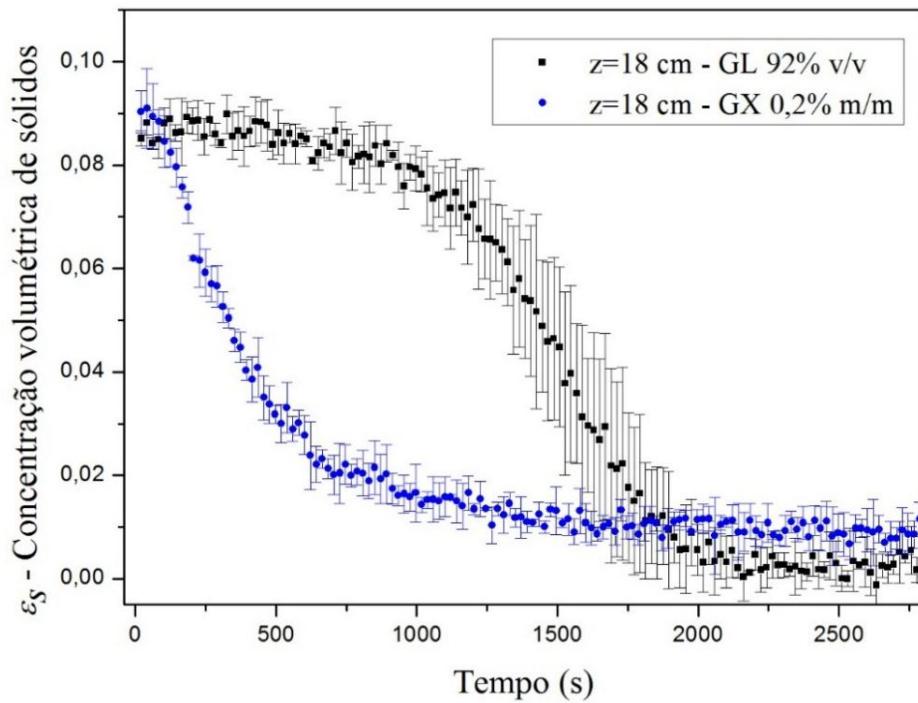
a) Concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  ( $z=24\text{ cm}$ ).



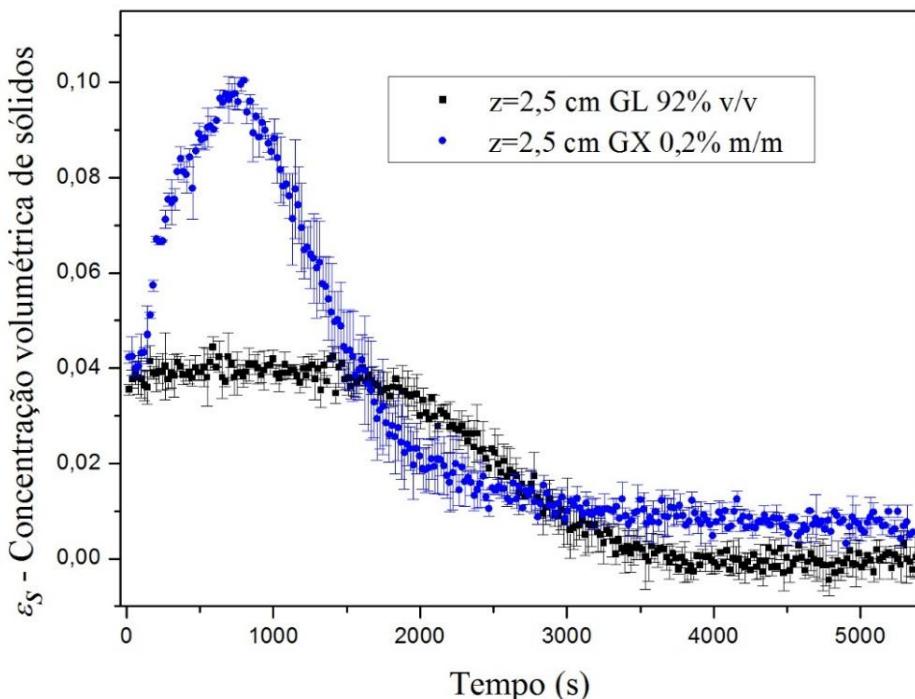
b) Concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  ( $z=24\text{ cm}$ ).



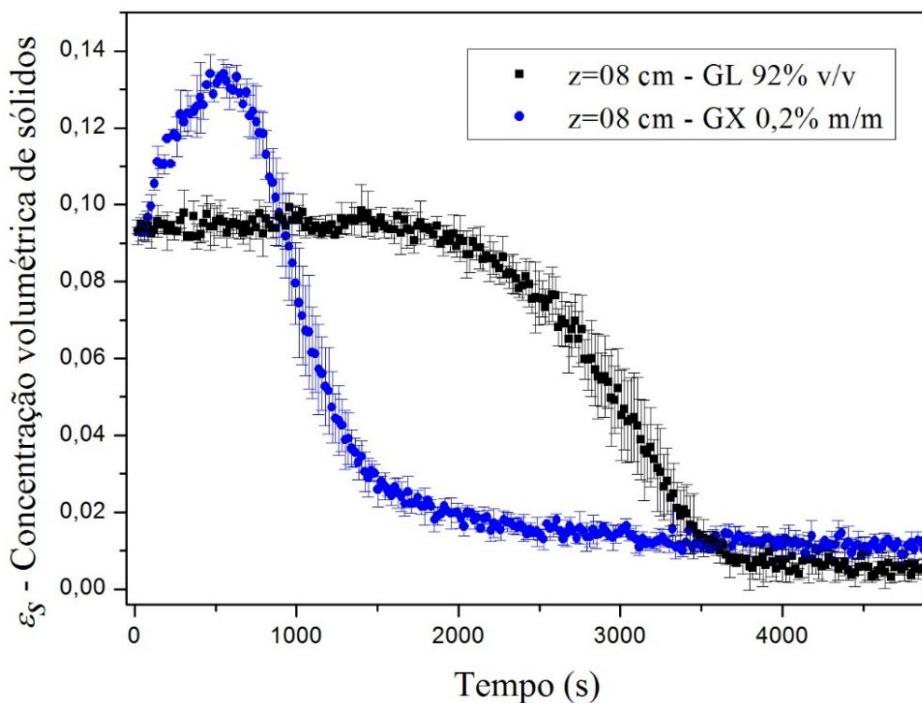
c) Concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  ( $z=18\text{ cm}$ ).



d) Concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  ( $z=18\text{ cm}$ ).



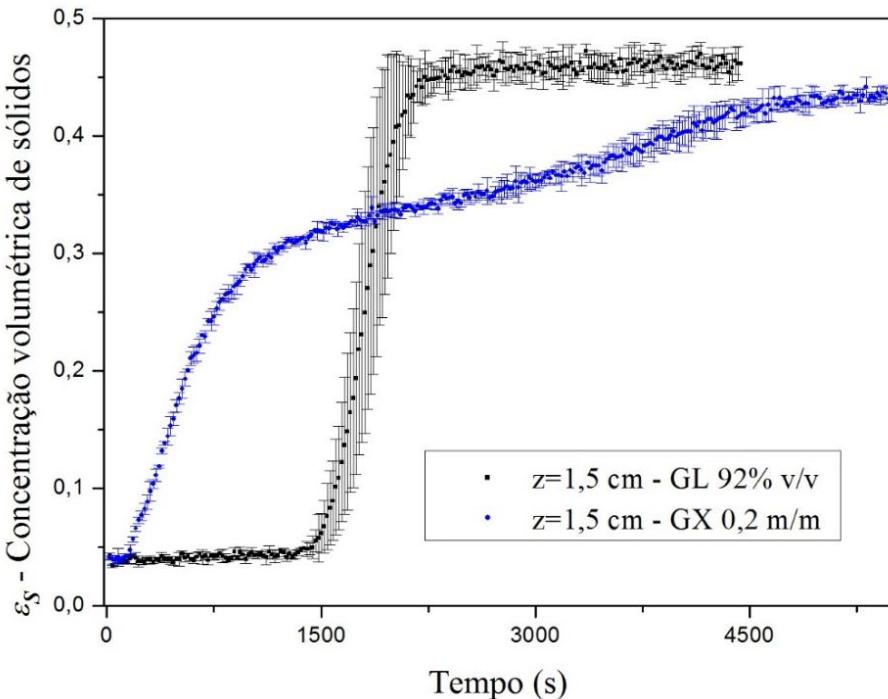
e) Concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  ( $z=2,5$  cm).



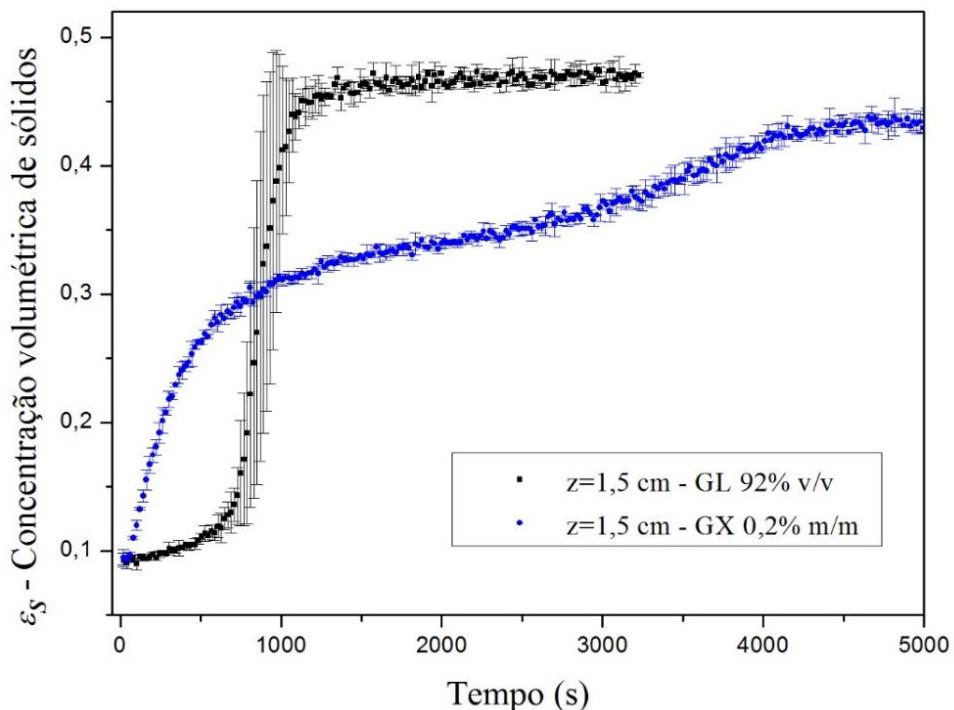
f) Concentração inicial de sólidos  $\varepsilon_{s0}=9\%$  ( $z=08$  cm).

Figura 4.21 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando em GL e em GX para as regiões I e II.

A Figura 4.22 apresenta a comparação entre a sedimentação em GL e em GX para a região de formação de sedimento (região III).



a) Concentração inicial de sólidos da suspensão de  $\varepsilon_{s0}=4\%$ , na posição,  $z=1,5$  cm.



b) Concentração inicial de sólidos da suspensão de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ , na posição,  $z=1,5$  cm.

Figura 4.22 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando em GL e em GX para as regiões III.

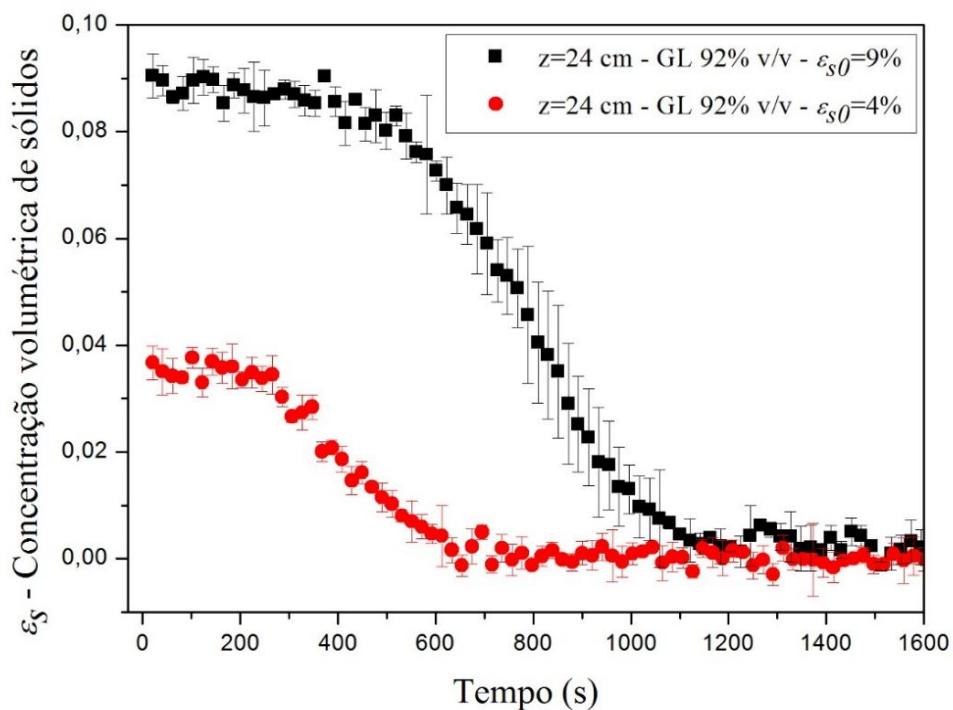
Na Figura 4.22 pode-se observar que a formação do sedimento no fluido pseudoplástico (GX) estabeleceu-se de forma mais rápida no início do ensaio, quando comparado com o fluido newtoniano de viscosidade aparente similar (GL). No entanto,

o tempo gasto para a compactação total do sedimento por sedimentação gravitacional foi consideravelmente menor para o caso do fluido newtoniano.

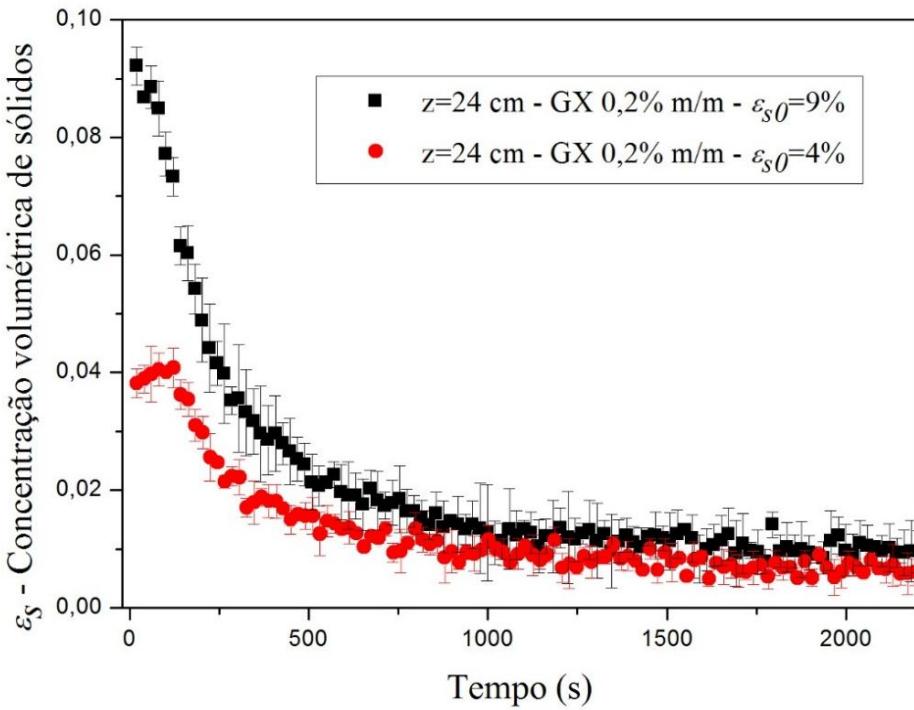
#### **4.2.3 Influência da concentração local de sólidos nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos**

Para avaliar a influência da concentração local de sólidos nas taxas de sedimentação dos materiais particulados, foram realizados neste trabalho ensaios com o monitoramento da concentração de sólidos ao longo da posição e do tempo para suspensões com concentrações iniciais de  $\varepsilon_{s0}= 4$  e 9%.

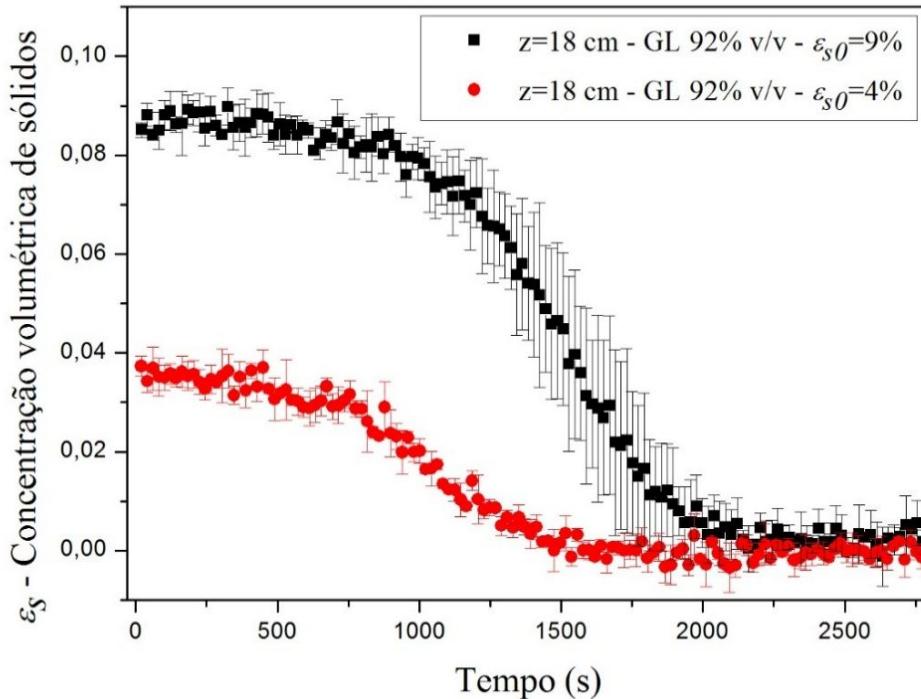
A Figura 4.23 apresenta os resultados plotados em uma mesma escala gráfica para as suspensões do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GL e em GX.



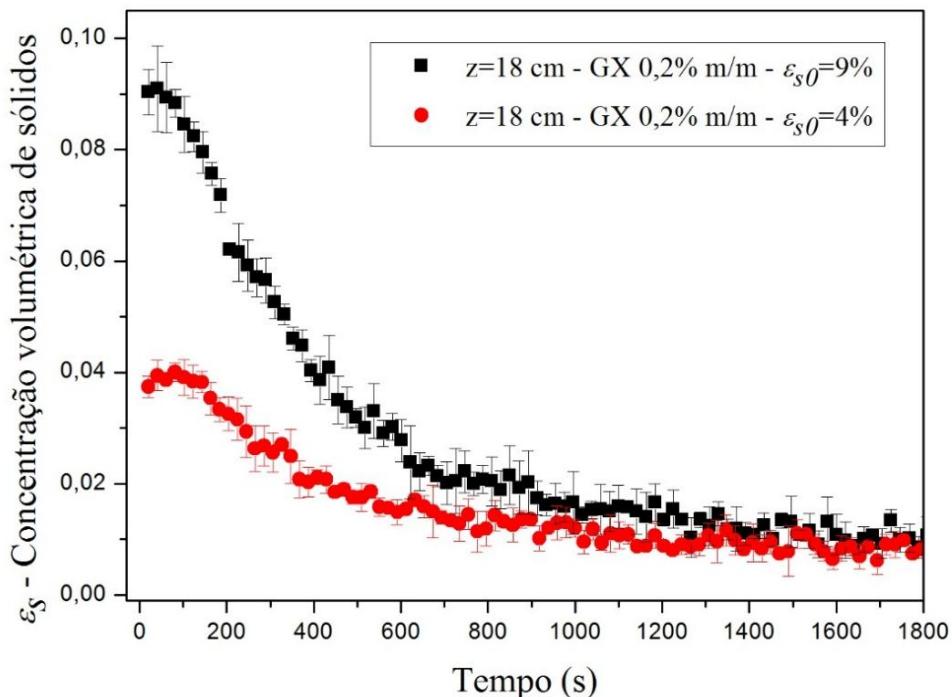
a)  $z=24\text{cm}$ , GL 92% v/v



b)  $z=24\text{ cm}$ , GX 0,2% m/m.



c)  $z=18\text{ cm}$ , GL 92% v/v



d)  $z=18\text{ cm}$ , GX 0,2% m/m

Figura 4.23 – Comparação entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=4$  e 9% para a região I.

Nas Figuras 4.23a e 4.23c (em que as suspensões sedimentam em GL), o aumento na concentração inicial de sólidos (neste caso de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  para 9%) ocasionou o aumento na região de concentração constante, deslocando a passagem da interface descendente para direita. Tal fenômeno está associado à redução da velocidade de sedimentação das partículas que ao sedimentarem de forma mais lenta ocasionam o aumento da região em que a concentração de sólidos permanecia constante e a consequente passagem da interface em um tempo posterior.

A diminuição da velocidade de sedimentação das partículas com o aumento da concentração de sólidos na sedimentação no fluido newtoniano (GL 92% v/v) pode ser atribuída à relação existente entre o fluxo de líquido ascendente e o volume de sólidos que sedimentam. Desta forma, com o aumento da concentração de sólidos, se tem também o aumento do fluxo ascensional de líquido, ocasionando a redução na velocidade de sedimentação das partículas (RICHARDSON e ZAKI, 1954).

No caso da sedimentação de suspensões em GX (fluido pseudoplástico com presença de tixotropia), verificou-se que a redução na concentração local de sólidos ao longo do tempo ocorreu de forma mais pronunciada para as concentrações mais elevadas. Desta forma, à medida que a concentração local de sólidos diminuía, ocorria a

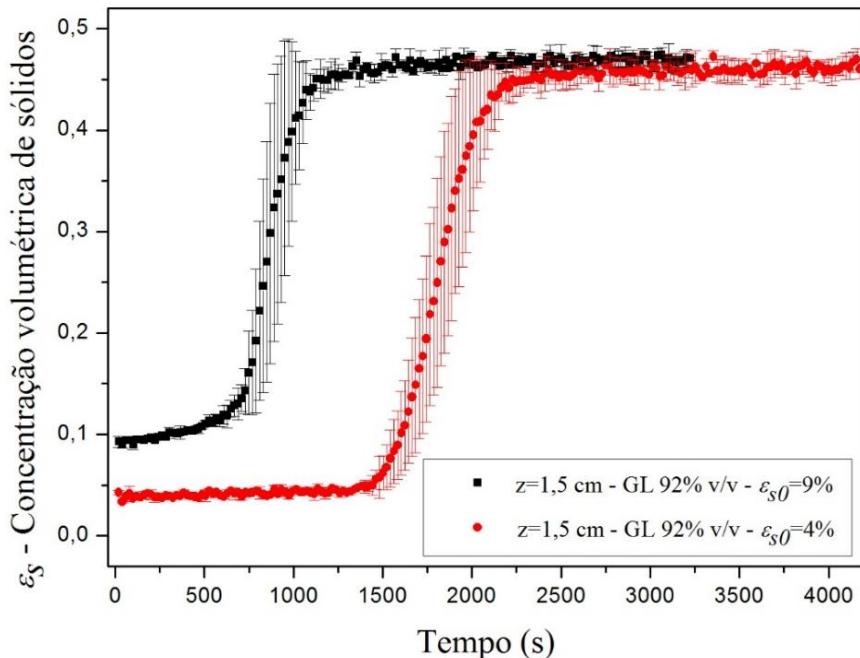
redução na velocidade de sedimentação das partículas, ocasionando uma passagem de interface descendente suavizada (em decaimento exponencial).

Como resultado desta observação, pode-se concluir que a redução na concentração local de sólidos (em GX) ocasionou a diminuição da velocidade de sedimentação das partículas, ou seja, o contrário do que ocorre em fluidos newtonianos. Por tal motivo, pode-se observar que o tempo total para a separação das partículas de ambas as suspensões em GX com  $\varepsilon_{s0}=4\%$  e 9% foi praticamente o mesmo. Mais precisamente, as suspensões avaliadas ( $\varepsilon_{s0}=4$  e 9%) atingiram valores locais de concentração de aproximadamente  $\varepsilon_s \approx 1,5\%$  no mesmo tempo. Assim, para ambas as suspensões sedimentando em GX, quando  $\varepsilon_s \approx 1,5\%$ , as curvas de concentração de sólidos em função do tempo encontravam-se, seguindo a partir deste momento juntas e com a mesma tendência de decaimento. Desta forma, para a sedimentação em GX 0,2% m/m, o tempo transcorrido para a separação total não dependeu da concentração inicial de sólidos.

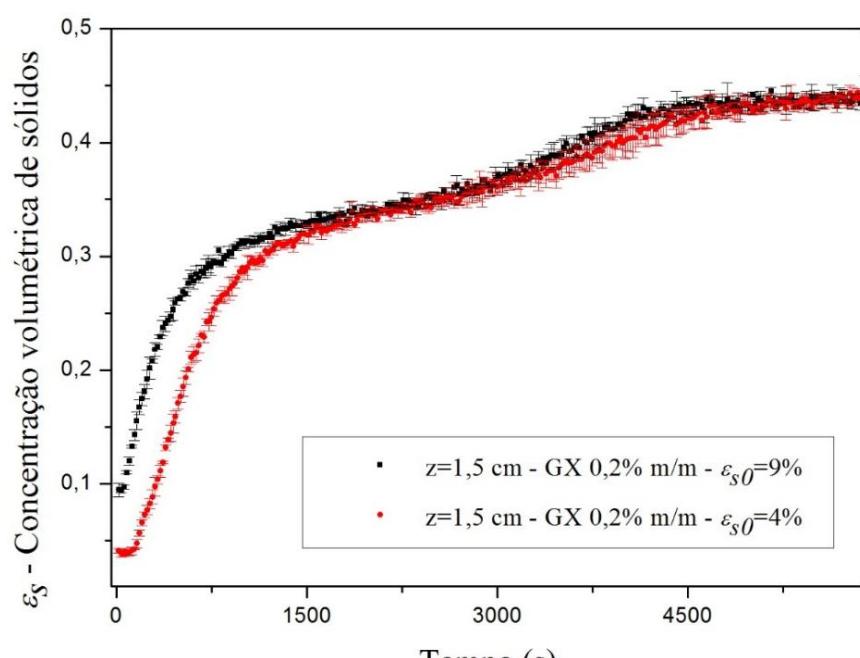
Como justificativa para estes fenômenos mencionados para a sedimentação de suspensões em GX, pode-se citar o fenômeno de aglomeração das partículas. Quando a concentração de sólidos diminui, as partículas tornam-se mais distantes uma das outras, e, com isso, os processos de aglomeração das partículas com formação de canais de sedimentação, se estabelecem em quantidades cada vez menores. Como os aglomerados e os canais de sedimentação possuem velocidades de sedimentação superiores ao restante da suspensão, verifica-se uma redução na velocidade de sedimentação das partículas ao longo do tempo em consequência da diminuição da quantidade de formação dos aglomerados e dos canais.

Outra parâmetro que também pode influenciar nas taxas de sedimentação das partículas em GX é a relação entre o fluxo de líquido ascendente e a concentração de sólidos local. Conforme já mencionado, quando se aumenta a concentração de sólidos ocorre o aumento do fluxo ascendente de líquido durante a sedimentação. No entanto, devido ao comportamento pseudoplástico da GX, o aumento do fluxo ascendente ocasiona a redução na viscosidade aparente do fluido, que por sua vez diminui a força de arraste do fluido sobre os materiais sólidos. Neste contexto, pode-se inferir que o fluxo ascendente de líquido não influenciou de forma tão significativa na redução da velocidade de sedimentação das partículas como aconteceu no fluido newtoniano (GL 92% v/v).

A Figura 4.24 apresenta a influência do efeito populacional no comportamento das suspensões do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , sedimentando na região de formação sedimento (Região III).



a) GL 92% v/v



b) GX 0,2% m/m

Figura 4.24 – Comparaçao entre a sedimentação das suspensões de carbonato de cálcio sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0} = 4$  e 9% para a região III.

Na Figura 4.24a (sedimentação em GL), verifica-se que o aumento da concentração de sólidos (de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  para 9%) antecipou o aumento da concentração de sólidos ao longo do tempo. Desta forma, ocorreu a redução do tempo em que a concentração de sólidos não variava de forma significativa. Este comportamento pode ser facilmente explicado quando se leva em consideração que as suspensões quando possuem uma maior quantidade de sólidos, ao sedimentarem, alcançam a base da proveta de testes em um tempo menor, ocasionando a formação do sedimento de forma mais rápida.

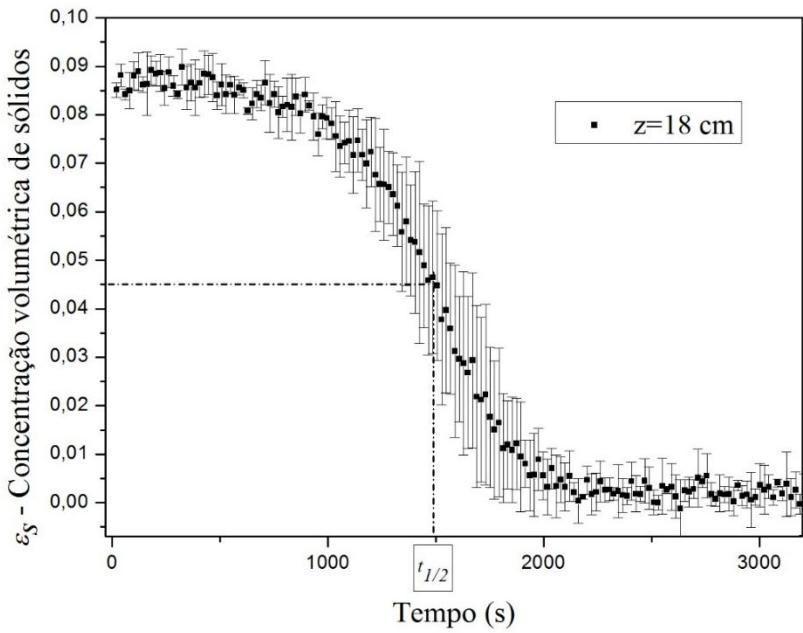
Para as suspensões sedimentando em GX, observa-se para a suspensão que possuía a maior concentração inicial de sólidos ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ), que a mesma iniciava primeiro a formação do sedimento. No entanto, observa-se que o tempo em que a concentração de sólidos aumentou de forma significativa também encerrou-se antes. Como resultado, ambas as suspensões ( $\varepsilon_{s0}=4\%$  e  $\varepsilon_{s0}=9\%$ ) atingiram valores de concentração local de  $\varepsilon_s=33\%$  aproximadamente no mesmo tempo. Assim, a partir deste momento, as curvas de concentração de sólidos em função do tempo seguiam muito próximas e com a mesma tendência de crescimento. Desta forma, para a sedimentação em GX 0,2% m/m, o tempo transcorrido para a compactação total do sedimento foi o mesmo para ambas as suspensões ( $\varepsilon_{s0}=4$  e 9%), não dependendo portanto, da concentração inicial de sólidos.

#### **4.2.4 As curvas de sedimentação**

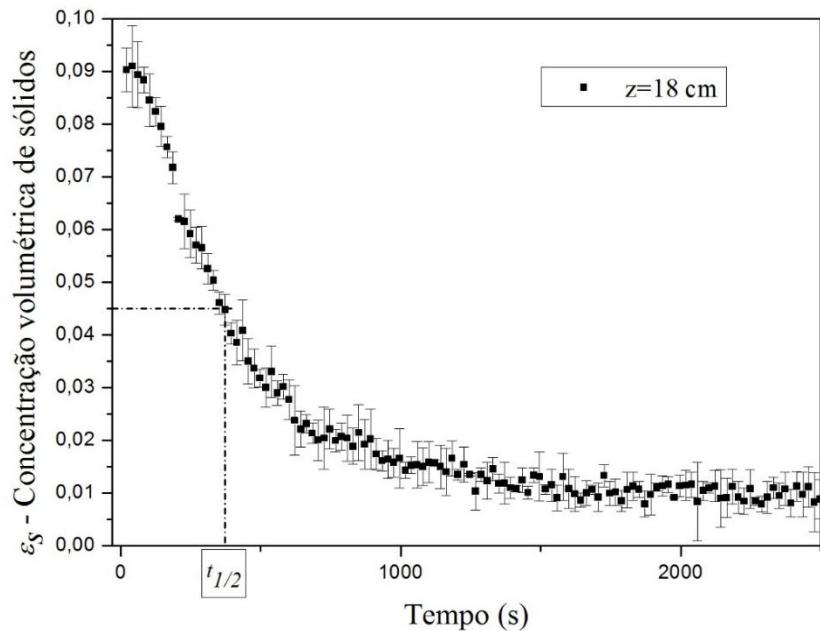
##### **4.2.4.1 As curvas de equi-concentração para as Regiões I e II**

Para avaliar melhor as características dos materiais sólidos sedimentando nos fluidos newtonianos e não-newtonianos, foram determinados os tempos em que as concentrações de sólidos reduziam para 80% do seu valor inicial ( $t_{0,8}$ ), para a metade do seu valor inicial ( $t_{1/2}$ ) e para um terço de seu valor inicial ( $t_{1/3}$ ). Assim, como a concentração inicial de sólidos neste teste era de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ , os parâmetros  $t_{0,8}$ ,  $t_{1/2}$  e  $t_{1/3}$  foram obtidos respectivamente quando a concentração de sólidos atingiam os valores de  $\varepsilon_s=7,2\%$ ,  $\varepsilon_s=4,5\%$  e de  $\varepsilon_s=3\%$ . Nesta seção, foram utilizados os resultados obtidos com o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GL e em GX.

Para um melhor entendimento, a Figura 4.25, exemplifica como foi obtido o parâmetro  $t_{1/2}$  para a posição  $z=18\text{ cm}$ .



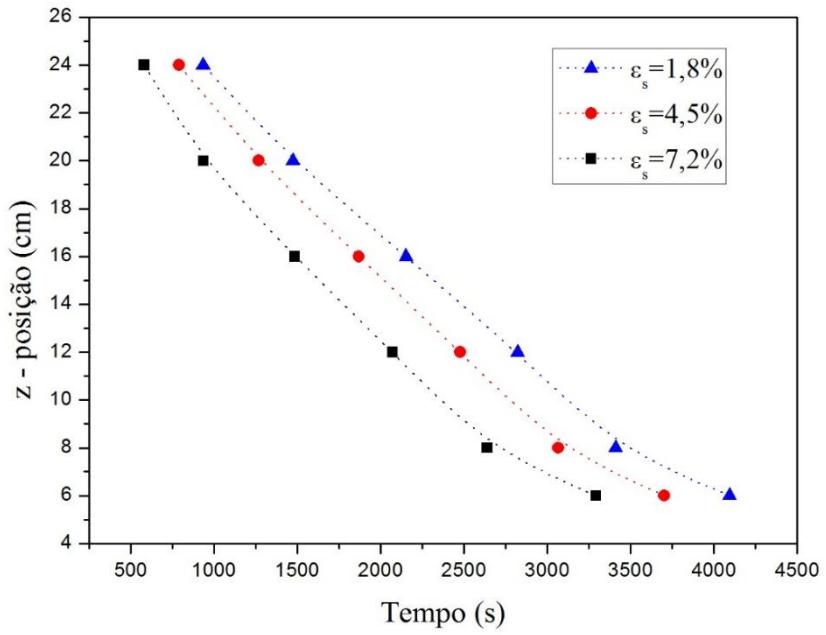
a) GL 92% v/v



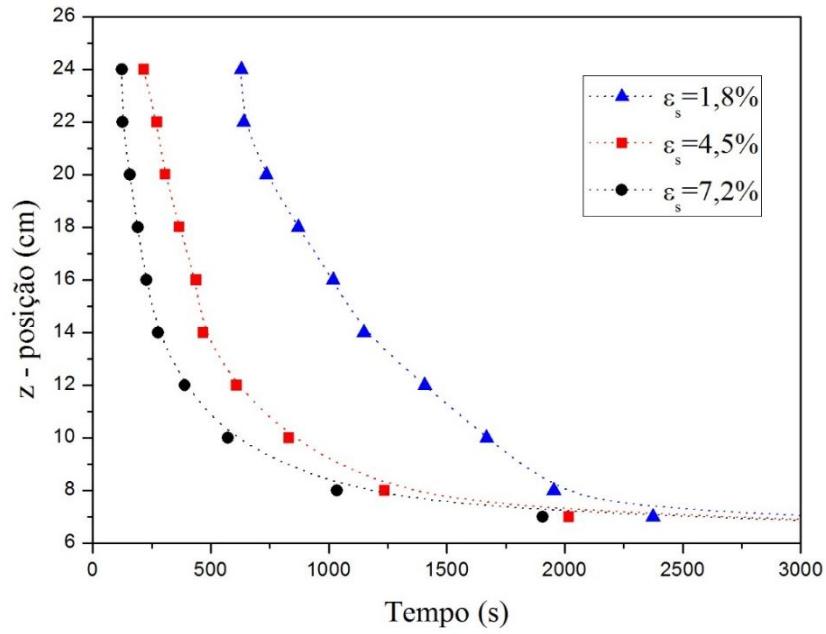
b) GX 0,2% m/m

Figura 4.25 - Ilustração da obtenção do parâmetro  $t_{1/2}$  para a posição  $z=18 \text{ cm}$  acima da base do tubo de testes.

Com a determinação dos parâmetros  $t_{0,8}$ ,  $t_{1/2}$  e  $t_{1/3}$  para diferentes posições ao longo da proveta, foi possível obter as curvas de equi-concentração para as posições intermediárias e próximas ao topo do tubo de testes (região I e II). Tais gráficos estão apresentados na Figura 4.26.



a) GL 92% v/v.



b) GX 0,6% m/m.

Figura 4.26 - Curvas de equi-concentração para o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  (Região I e II).

Na Figura 4.26a verifica-se que as curvas de equi-concentração para o fluido newtoniano seguiram uma tendência de comportamento linear durante toda a sua extensão. Este comportamento indica que a região de concentração variável prevista pela teoria de Kynch (1952) não foi verificada experimentalmente durante a sedimentação com o fluido newtoniano. No entanto, apesar desta observação, acredita-se que tal região exista durante o processo de sedimentação, sendo que, sua ocorrência

não foi verificada devido ao seu estabelecimento ocorrer em uma pequena região na proveta de testes, não sendo portanto verificado pela técnica de atenuação de raios- $\gamma$ .

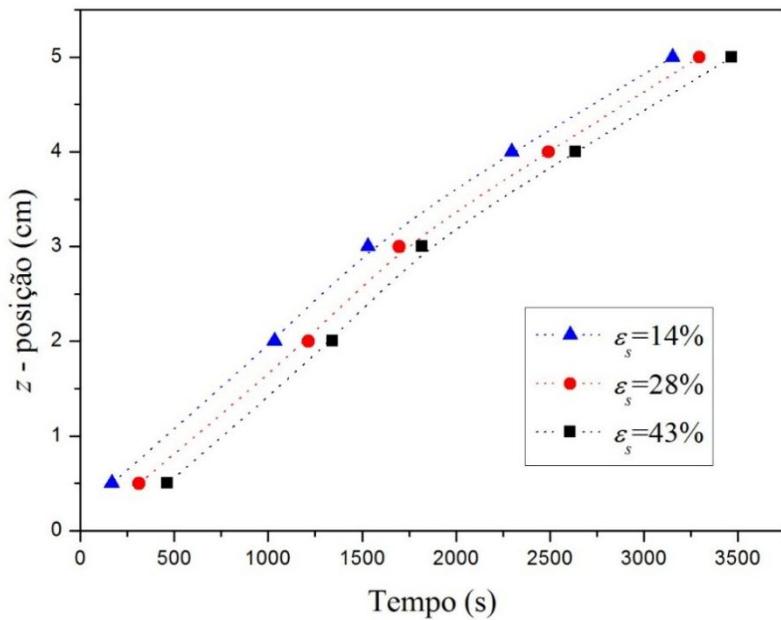
No caso das curvas de equi-concentração para o fluido não-newtoniano (GX), esta apresentou uma tendência não linear bastante relevante, indicando a presença de uma região de concentração variável. A presença da região de concentração variável nas soluções de GX (fluido pseudoplástico) pode ser justificada pela ocorrência do fenômeno de agrupamento das partículas que acontece em tais fluidos (devidamente comentado nas seções anteriores).

As distâncias horizontais entre as equi-concentrações de  $\varepsilon_s=7,2\%$ ,  $\varepsilon_s=4,5\%$  e  $\varepsilon_s=3\%$  nos três fluidos estudados também fornecem algumas informações relevantes sobre a sedimentação das suspensões. No caso da glicerina, a distância horizontal entre a curva de  $\varepsilon_s=7,2\%$  e de  $\varepsilon_s=4,5\%$  era levemente maior do que a distância entre a curva de  $\varepsilon_s=4,5\%$  e de  $\varepsilon_s=3\%$ . Tal constatação indicava que a concentração da suspensão reduziu de  $\varepsilon_s=7,2\%$  para  $\varepsilon_s=4,5\%$  em um tempo maior do que de  $\varepsilon_s=4,5\%$  para  $\varepsilon_s=3\%$ , ou seja, a diminuição na concentração de sólidos aumentou a velocidade de sedimentação das partículas.

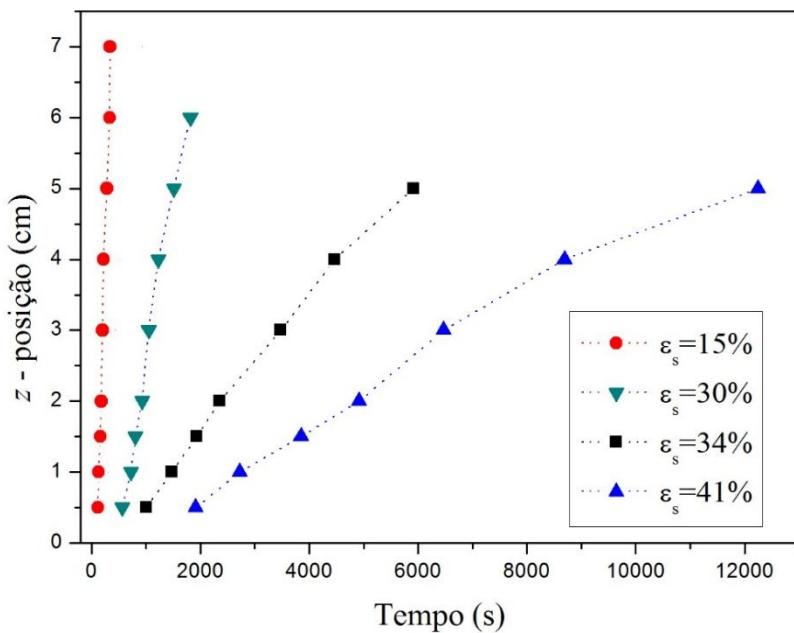
No caso da sedimentação em GX a distância horizontal entre as curvas de  $\varepsilon_s=7,2\%$  e de  $\varepsilon_s=4,5\%$  era menor do que a distância entre a curva de  $\varepsilon_s=4,5\%$  e de  $\varepsilon_s=3\%$ . Tal constatação indica que a concentração da suspensão reduziu de  $\varepsilon_s=7,2\%$  para  $\varepsilon_s=4,5\%$  em um tempo menor do que de  $\varepsilon_s=4,5\%$  para  $\varepsilon_s=3\%$ , ou seja, a diminuição na concentração de sólidos reduziu a velocidade de sedimentação das partículas.

#### **4.2.4.2 As curvas de equi-concentração para a Região III**

Para as posições próximas à base (região III), foram determinados para as soluções de GL os tempos em que as concentrações de sólidos atingiam o valor de  $\varepsilon_s=14\%$ ,  $\varepsilon_s=28\%$  e  $\varepsilon_s=43\%$ . Para as soluções de GX foram determinados os tempos em que as concentrações de sólidos atingiam o valor de  $\varepsilon_s=15\%$ ,  $\varepsilon_s=30\%$ ,  $\varepsilon_s=34\%$  e  $\varepsilon_s=41\%$ . Com tais tempos, foi possível plotar os resultados de  $z$  versus  $t$  (Figura 4.27).



a) GL 92% v/v



b) GX 0,2% m/m

Figura 4.27 - Curvas de equi-concentração para suspensões do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando com concentração inicial de sólidos de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  (Região III).

Na Figura 4.27a (fluído newtoniano) observa-se que as linhas equi-concentração associadas à formação do sedimento possuem inclinações bastante próximas. Este comportamento indicou que a taxa de aumento da concentração de sólidos ao longo do tempo para uma determinada posição ocorreu de forma relativamente constante.

Outra constatação verificada na Figura 4.27a foi uma leve tendência não-linear para as posições próximas ao topo do sedimento ( $z>4$  cm). Tal comportamento pode ser justificado pela formação de sedimentos com baixa compressibilidade.

Para a sedimentação em GX (Figura 4.27b), verificou-se inclinações bastante distintas entre as equi-concentrações, indicando para este fluido que a compactação do sedimento ao longo do tempo não ocorreu a uma taxa relativamente constante.

Nas Figuras 4.27a e 4.27b também observa-se que os tempos em que as linhas de equi-concentração surgem estão associados a suas respectivas concentrações, ou seja, quanto maior for a concentração de sólidos, maior será o tempo para a curva de equi-concentração surgir.

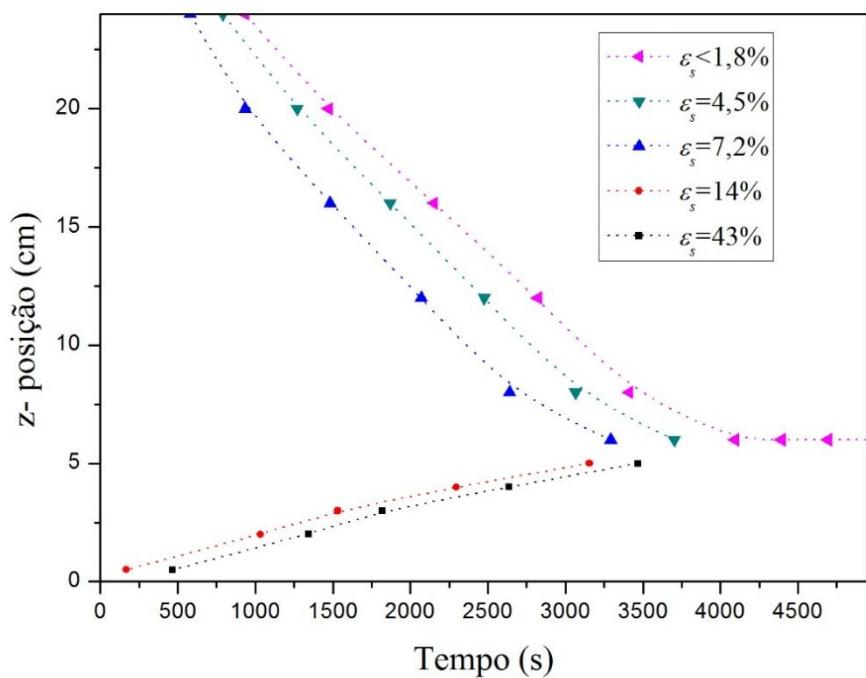
Ao comparar as Figuras 4.27a e 4.27b observou-se para as concentrações mais elevadas, que o tempo em que as curvas de equi-concentração se estabeleceram no fluido não-newtoniano foi consideravelmente maior do que no fluido newtoniano.

Segundo Kynch (1952), a sedimentação foi descrita como um fenômeno de ondas de mesma concentração que propagavam-se ao longo do recipiente no sentido da base do recipiente até a interface clarificada. Tais “ondas” podem ser representadas graficamente por meio das linhas de equi-concentração, que são retas e partem da origem.

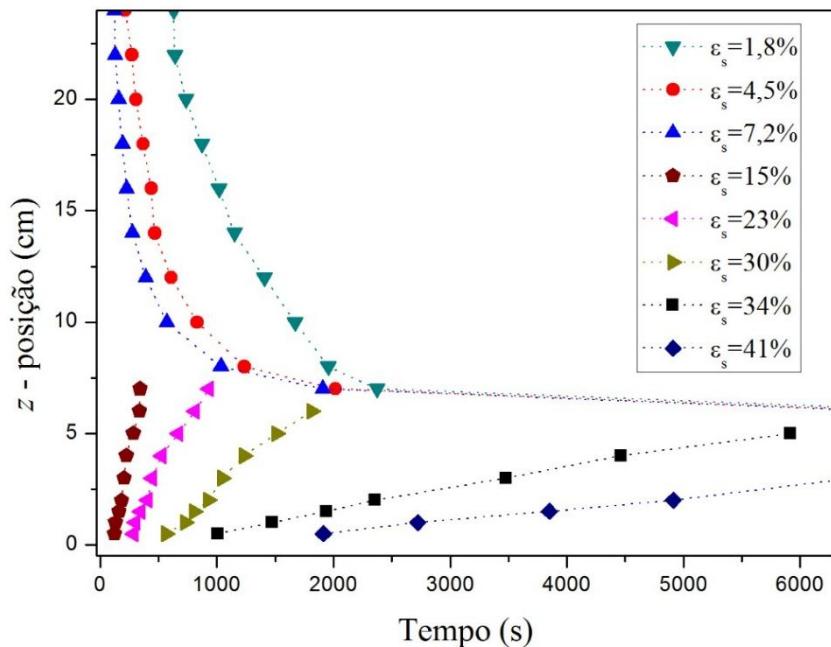
No entanto, nos trabalhos de Concha e Bustos (1987) e de Arouca et al. (2006) foi mostrado que as equi-concentrações não são retas e não partem da origem. Segundo tais autores a compressão do sedimento ocasionada pelas camadas de sólidos superiores além de alterarem a condição linear das equi-concentrações, também, ocasionaram o surgimento delas em tempos posteriores.

Resultados semelhantes foram obtidos no presente trabalho. Além disso, verificou-se para o fluido pseudoplástico (GX), que além da compressibilidade do sedimento, as características reológicas do fluido é um dos fatores que interferem nas inclinações e no tempo de surgimento das equi-concentrações.

Para uma melhor visualização das curvas de equi-concentração, foram plotados os resultados mostrados nas Figuras 4.26 e 4.27 em uma mesma escala gráfica, chegando desta forma na Figura 4.28.



a) GL 92% v/v.



b) GX 0,2% m/m.

Figura 4.28 - Curvas de equi-concentração para o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  na concentração volumétrica inicial de  $\varepsilon_{so}=9\%$  para as regiões I, II e II.

#### **4.2.5 Análise da estimativa da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos**

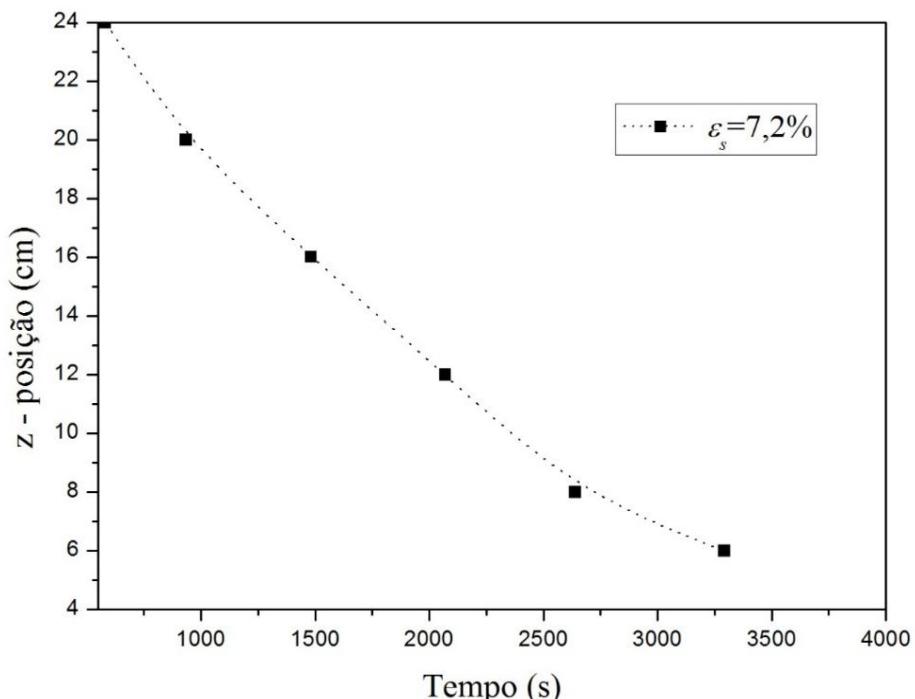
Neste trabalho, foi avaliada uma formulação para estimativa da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos para a região de sedimentação livre. Tal formulação foi desenvolvida a partir da equação do movimento para o constituinte sólido. O equacionamento foi apresentado na seção 3.2.1.4.1 e possuía como principal característica, a extensão da lei de Darcy para fluidos não-newtonianos.

Neste contexto, para a determinação experimental da velocidade de sedimentação nos fluidos newtonianos e não-newtonianos, primeiramente era necessário a obtenção do tempo em que ocorria o fim da região de concentração constante e o início da chegada da frente superior difusa para uma determinada posição ( $t_{fd}$ ). O tempo,  $t_{fd}$ , foi determinado com o auxílio dos resultados do monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo obtidos com a técnica de atenuação de raios- $\gamma$ .

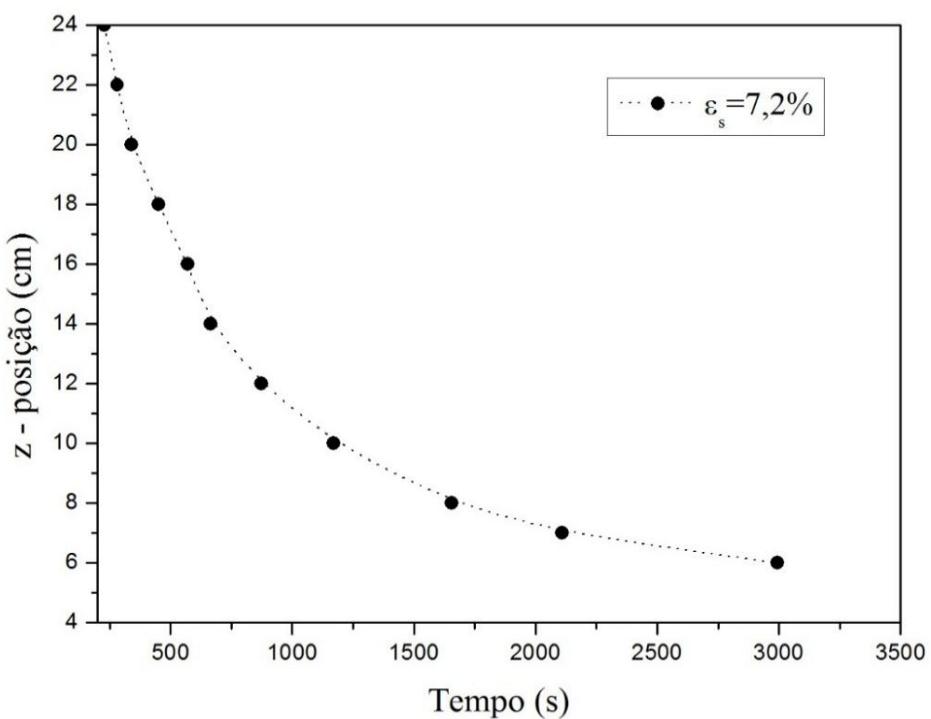
Desta forma, foram utilizados os resultados do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em soluções de GL e CMC. O tempo para a chegada da frente difusa para uma determinada posição ( $t_{fd}$ ) era obtido quando a concentração de sólidos reduzia de  $\varepsilon_{s0}=4\%$  para  $\varepsilon_s=2,5\%$  e de  $\varepsilon_{s0}=9\%$  para  $\varepsilon_s=7,2\%$ . Tais valores ( $\varepsilon_s=2,5\%$  e  $\varepsilon_s=7,2\%$ ) foram escolhidos, pois, quando a suspensão atingia estas concentrações, era observado graficamente o início de uma brusca redução na concentração de sólidos, ou seja, o término da região de concentração constante e o início da chegada da frente difusa.

Com a determinação do parâmetro “ $t_{fd}$ ” para diferentes posições ao longo da proveta, foi possível obter a curva de descida da frente superior difusa em função do tempo, conforme mostrado na Figura 4.29.

Na Figura 4.29, a velocidade de sedimentação das partículas em suspensão (para uma determinada concentração de sólidos inicial) era determinada por meio da inclinação da reta na região linear do gráfico. Os valores de  $v_s$  estão mostrados na Tabela 4.4.



a) GL 92% v/v -  $\varepsilon_{so}=9\%$



b) CMC 0,6% m/m -  $\varepsilon_{so}=9\%$

Figura 4.29 – Curva de descida da frente superior difusa para as suspensões constituídas pelo carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GL e em CMC.

Tabela 4.4 – Velocidade de sedimentação das partículas obtidas experimentalmente para suspensões do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ , decantando em GL 92% v/v e CMC 0,6% m/m.

	<b>GL 92% v/v</b>	<b>CMC 0,6% m/m</b>
	$v_s$ (m/s)	$v_s$ (m/s)
$\varepsilon_{s0}=4\%$	$7,40 \times 10^{-5}$	$3,23 \times 10^{-4}$
$\varepsilon_{s0}=9\%$	$9,70 \times 10^{-5}$	$2,26 \times 10^{-4}$

Com os resultados de  $v_s$  para o fluido newtoniano (GL 92% v/v), foi possível calcular a permeabilidade do meio poroso por meio da Equação (3.12). Os resultados estão mostrado na Tabela 4.5.

$$k = \frac{\mu v_s}{(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.12)$$

Tabela 4.5 – Valores calculados para permeabilidade nas concentrações de  $\varepsilon_s=4\%$  e  $\varepsilon_s=9\%$  para as suspensões do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$ .

	$k$ ( $\text{m}^2$ )
$\varepsilon_s=4\%$	$4,68 \times 10^{-8}$
$\varepsilon_s=9\%$	$1,59 \times 10^{-8}$

A utilização de correlações da literatura para a determinação da taxa de deformação de fluidos pseudoplásticos escoando em meios porosos ( $\gamma$ ) (Tabela 2.2), juntamente com os valores de experimentais de  $k$ , permitiu a estimativa teórica da velocidade de sedimentação (por meio da Equação 3.14). Os resultados estão mostrados na Tabela 4.6.

$$v_s = \frac{k(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g}{m \gamma^{n-1}} \quad (3.14)$$

Tabela 4.6 - Velocidade de sedimentação teórica para as suspensões de carbonatos decantando em soluções de CMC 0,6% m/m.

	$\varepsilon_s=4\%$	$\varepsilon_s=9\%$
	$v_s$ (m/s)	$v_s$ (m/s)
Silva Telles e Massarani (1979)	$1,44 \times 10^{-5}$	$1,22 \times 10^{-5}$
Teeuw e HASSELINK (1980)	$1,92 \times 10^{-5}$	$1,63 \times 10^{-5}$
Willhite e Uhl (1988)	$1,71 \times 10^{-5}$	$1,45 \times 10^{-5}$

As diferenças entre os resultados da velocidade de sedimentação experimental (Tabela 4.4) e teórica (Tabela 4.6) em CMC podem ser melhor avaliadas pelo desvio relativo experimental, conforme mostrado na Figura 4.30.

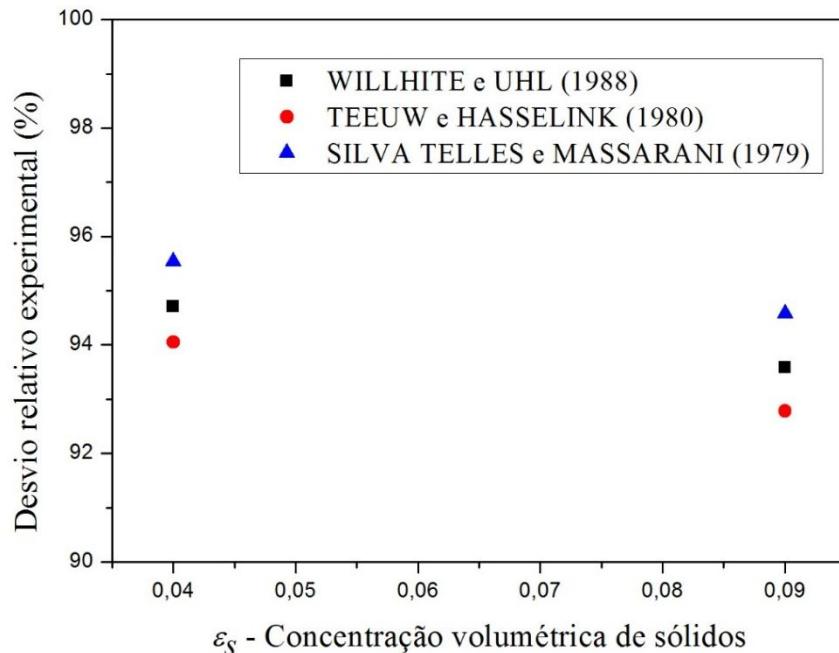


Figura 4.30 – Desvio relativo experimental entre os resultados teóricos e os experimentais para a velocidade de sedimentação de suspensões de carbonato de cálcio decantando em soluções de CMC 0,6% m/m para as posições próximas ao topo da proveta de testes (região de sedimentação livre).

Por observação da Figura 4.30, verifica-se que os valores preditos pela formulação apresentada subestimaram os resultados experimentais. Como justificativa para as diferenças constatadas, pode-se apontar a presença dos fracos efeitos de dependência com o tempo presentes nas soluções de CMC. Tais efeitos apesar de não serem relevantes, foram suficientes para ocasionar a formação de canais/colunas de sedimentação que aumentaram as taxas de sedimentação (conforme mostrado nas imagens das Figuras 4.9c e 4.9d).

Desta forma, a simples extensão da lei de Darcy para fluidos Power-law não foi satisfatória para descrever a velocidade de sedimentação de materiais sólidos nas soluções de CMC. Neste contexto, indica-se a alteração do equacionamento utilizado de forma a contemplar a instabilidade causada pelo fenômeno de aglomeração das partículas durante os testes de sedimentação.

#### **4.3 Ensaios de sedimentação com recolhimento de amostras (testes destrutivos)**

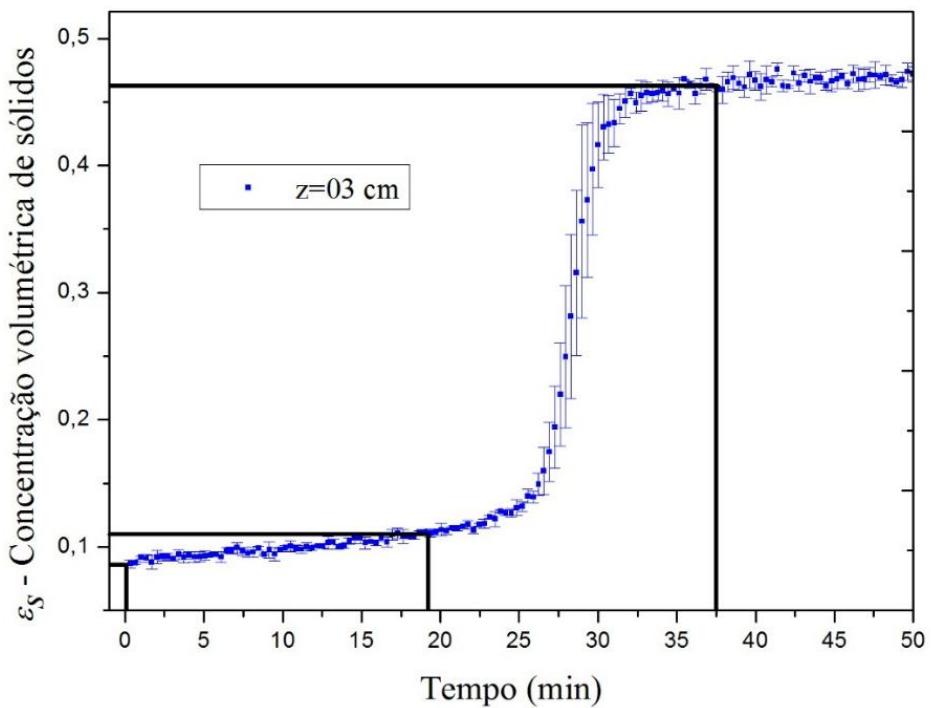
A utilização de fluidos com características reológicas pseudoplásticas pode favorecer a separação entre as partículas com dimensões diferentes durante a sedimentação. Tal argumento está baseado ao avaliar que as partículas utilizadas apesar de terem sido peneiradas, não alcançaram a condição de partículas monodispersas. Desta maneira, os materiais sólidos por possuírem tamanhos diferentes, aplicam diferentes taxas de cisalhamento ao fluido. Assim, os sólidos que possuem dimensões menores estão submetidos a um fluido com viscosidade aparente maior quando comparado com as maiores partículas. Desta forma, certas partículas com tamanho menor podem não conseguir acompanhar o fluxo de sedimentação permanecendo em velocidades de sedimentação menores.

Neste contexto, este trabalho procurou compreender melhor a dinâmica e a interação das partículas nos fluidos estudados, fornecendo, assim, informações sobre os mecanismos de segregação de tamanhos dos materiais sólidos que ocorrem durante o processo de sedimentação. Assim, foram realizados ensaios de sedimentação com recolhimento de amostras, para as mesmas serem conduzidas a um analisador de tamanhos de partículas (MasterSizer).

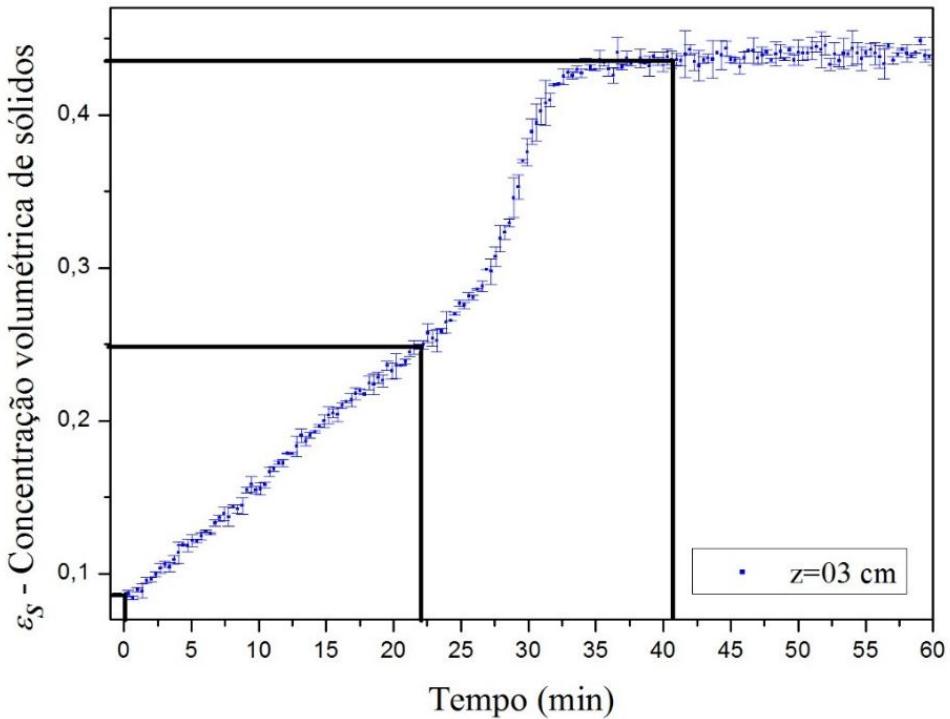
Os experimentos foram realizados para os três fluidos estudados (GL, CMC e GX) e utilizando o carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  na concentração volumétrica inicial de sólidos de 9% e na posição  $z=3\text{cm}$ .

Para a sedimentação em GL, as amostras foram recolhidas nos tempos de 0, 19, 37 minutos. Em GX as amostras foram recolhidas nos tempos de 0, 76 e 145 minutos e em CMC as amostras foram recolhidas nos tempos de 0, 22, 41 minutos.

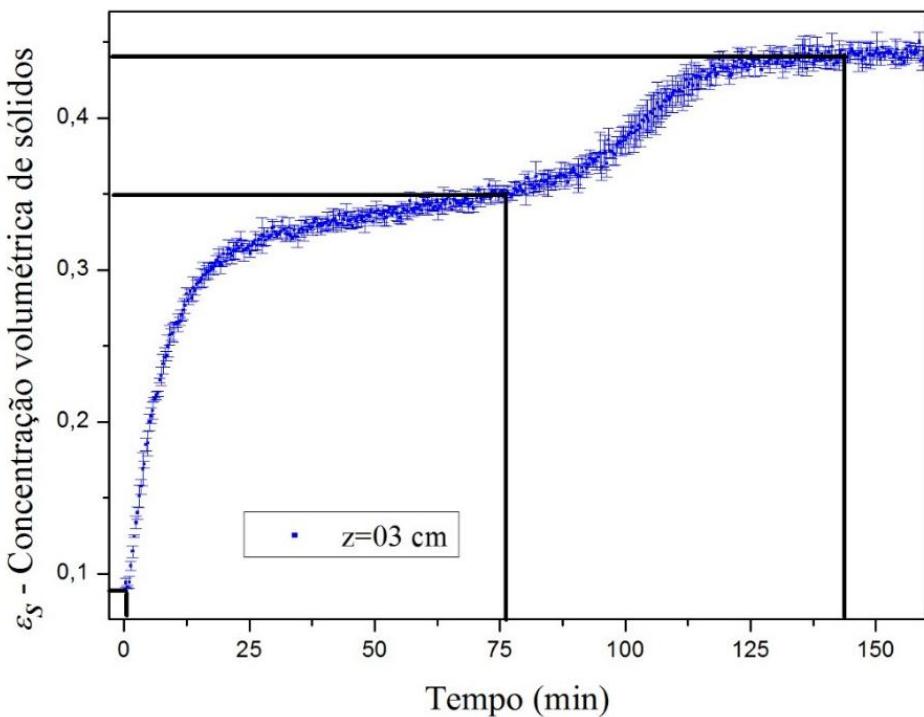
Os tempos de recolhimento das amostras estão devidamente mostrados na Figura 4.31 por meio das linhas de cor preta.



a) GL 92% v/v



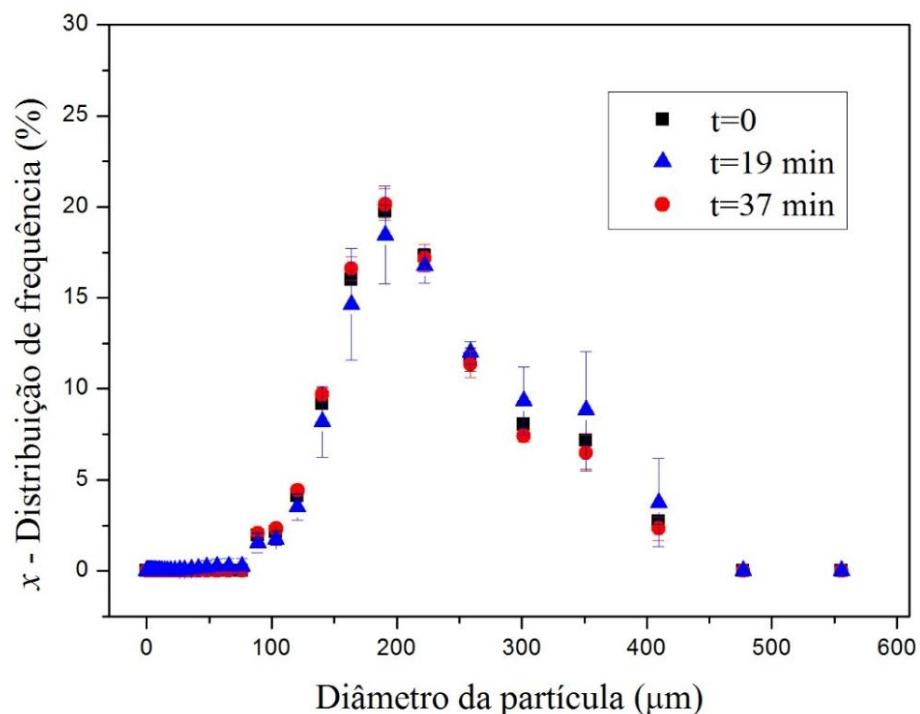
b) CMC 0,6 % m/m



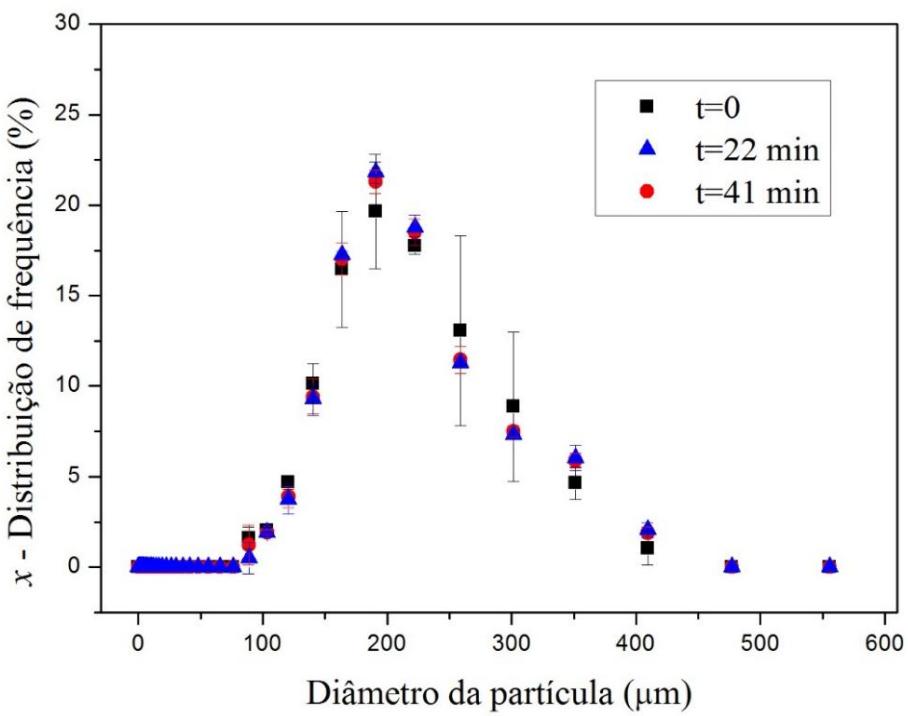
c) GX 0,2% m/m.

Figura 4.31 – Indicação do tempos em que as amostras foram recolhidas para suspensões do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando nas soluções de GL, CMC e GX.

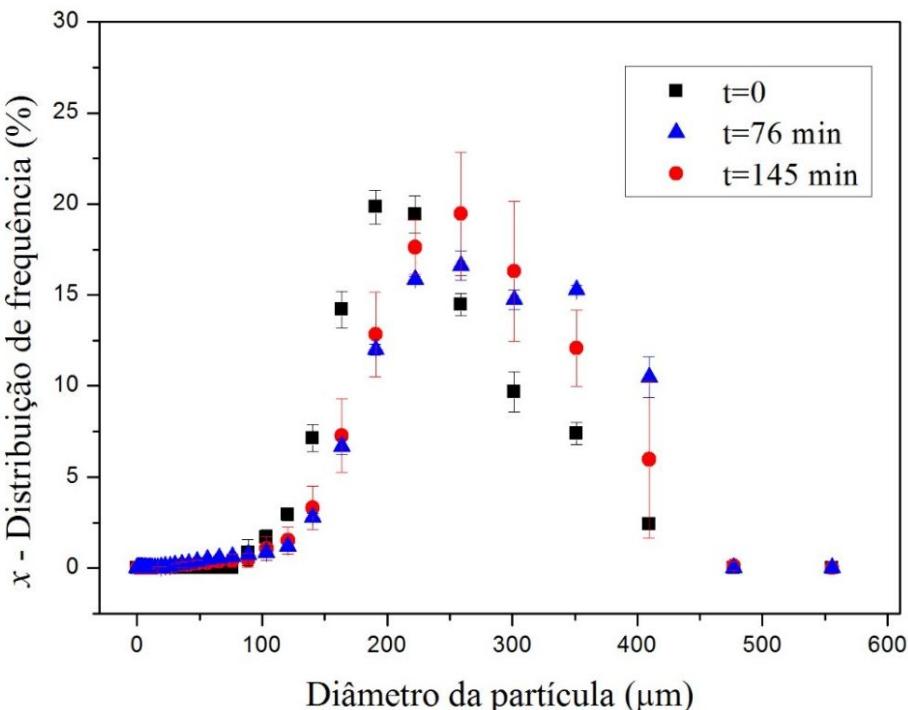
Os resultados da distribuição de frequência para cada amostra recolhida em função do diâmetro da partícula estão apresentados na Figura 4.32



a) GL 92% v/v.



b) CMC 0,6% m/m.



c) GX 0,2% m/m.

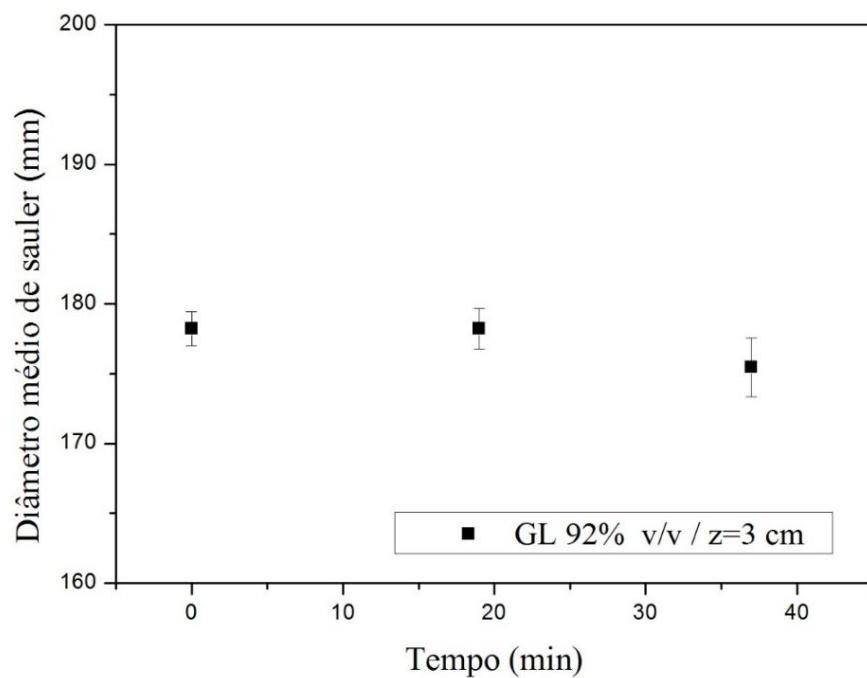
Figura 4.32 - Distribuição de frequências em função do diâmetro volumétrico das partículas para as amostras recolhidas nos ensaios de sedimentação do carbonato de cálcio 150-212 µm para z=3 cm.

Nas Figuras 4.32a e 4.32b (sedimentação em GL e CMC), pode-se observar que não houve separação entre as partículas com dimensões diferentes. Para as suspensões

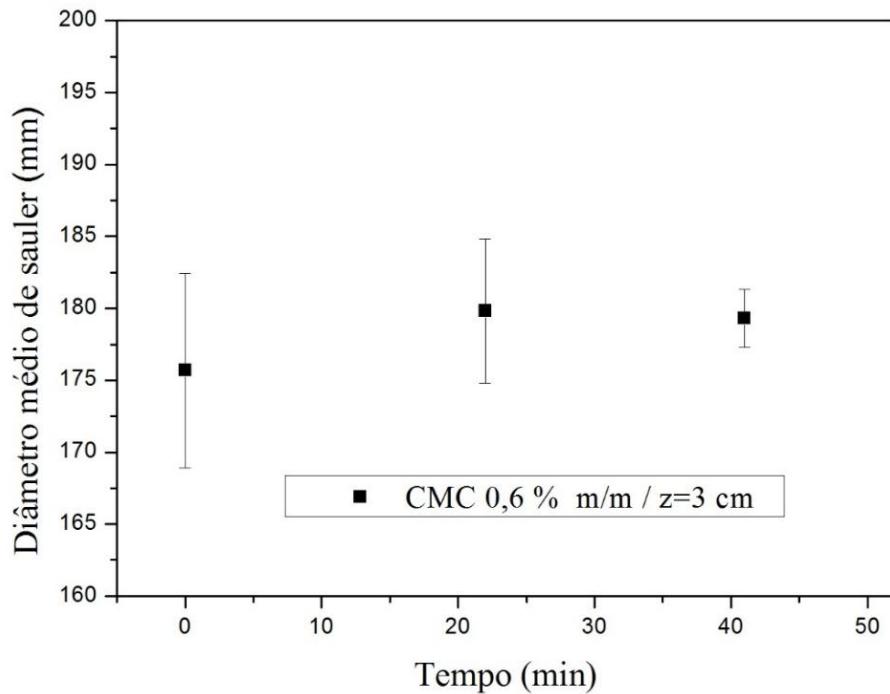
sedimentando em GX, verificou-se um pequeno deslocamento para a direita da curva de distribuição de frequências para as amostras recolhidas no tempo 0 e no tempo 76 min (Figura 4.32c). Desta forma, pode-se concluir que algumas partículas maiores chegaram primeiramente à base da proveta, ocorrendo certa segregação de tamanho das partículas para esta solução. No entanto, tal aumento não foi contínuo, conforme pode ser verificado nos recolhimentos de amostras nos tempos de  $t=76$  min e  $t=145$  min (Figura 4.32c) em que verifica-se que as distribuições de tamanhos das partículas permaneceram muito próximas umas das outras.

Na seção 4.2, abordada anteriormente, não se justificou qualquer comportamento das suspensões sedimentando nas soluções de CMC e GX pela ocorrência da segregação de tamanhos dos materiais sólidos. A justificativa para isto, é que, a segregação de tamanhos mostrou-se inexpressiva em CMC e pouco expressiva em GX. Por este motivo, acredita-se que este fenômeno não alterou significativamente a variação da concentração local de sólidos ao longo do tempo para as suspensões sedimentando nos fluidos não-newtonianos.

Com a distribuição de frequência em função do diâmetro também foi possível estimar o diâmetro médio de Sauter. Desta forma, para uma melhor avaliação dos resultados, plotou-se o diâmetro médio de Sauter ( $D_{3,2}$ ) em função do tempo em que as amostras eram recolhidas (Figura 4.33).



a) GL 92% v/v



b) CMC 0,6 % m/m

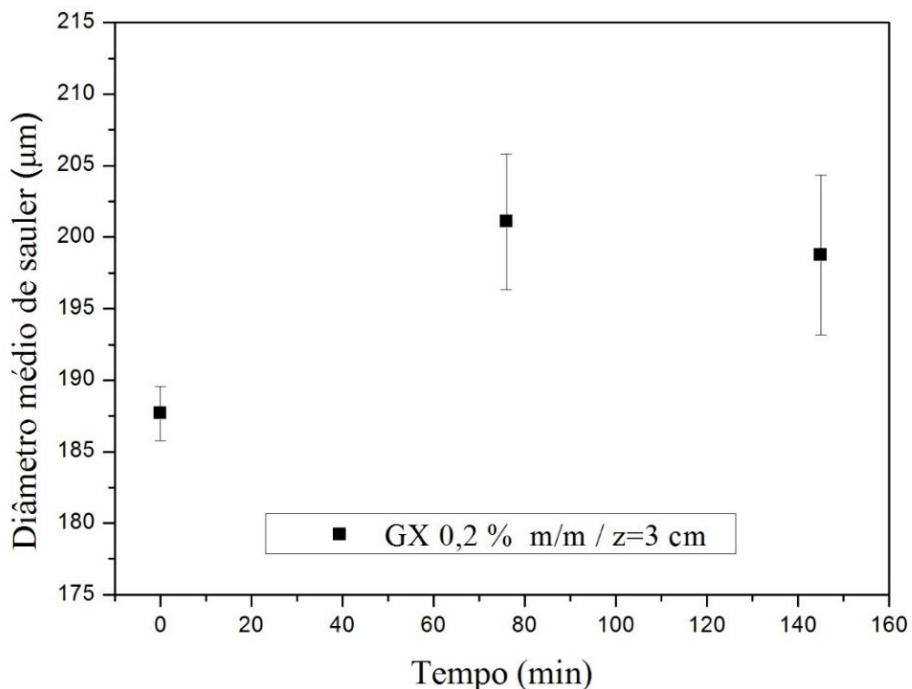


Figura 4.33 – Diâmetro médio de Sauter obtido pelo MasterSizer para as amostras recolhidas em diferentes tempos durante um ensaio de sedimentação em batelada.

#### **4.4 Distribuição de porosidade em sedimentos formados em fluidos newtonianos e não-newtonianos (testes estáticos)**

Neste estudo, a influência das características físicas e reológicas da fase contínua na compactação final de sedimentos formados por sedimentação gravitacional foram avaliadas. Para isso, foram obtidas as distribuições de porosidade em sedimentos formados na base de proveta de testes em fluidos newtonianos e não-newtonianos.

Os resultados apresentados nesta seção foram obtidos utilizando como materiais sólidos, as microesferas de vidro 150-212  $\mu\text{m}$ . Os fluidos utilizados foram água destilada (AD), GL 92% v/v e GX 0,2% m/m. Os resultados da distribuição de concentração de sólidos ao longo da estrutura vertical de sedimentos completamente estabelecidos nos fluidos newtonianos (AD e GL) e no fluido não-newtoniano (GX) são mostrados na Figura 4.34.

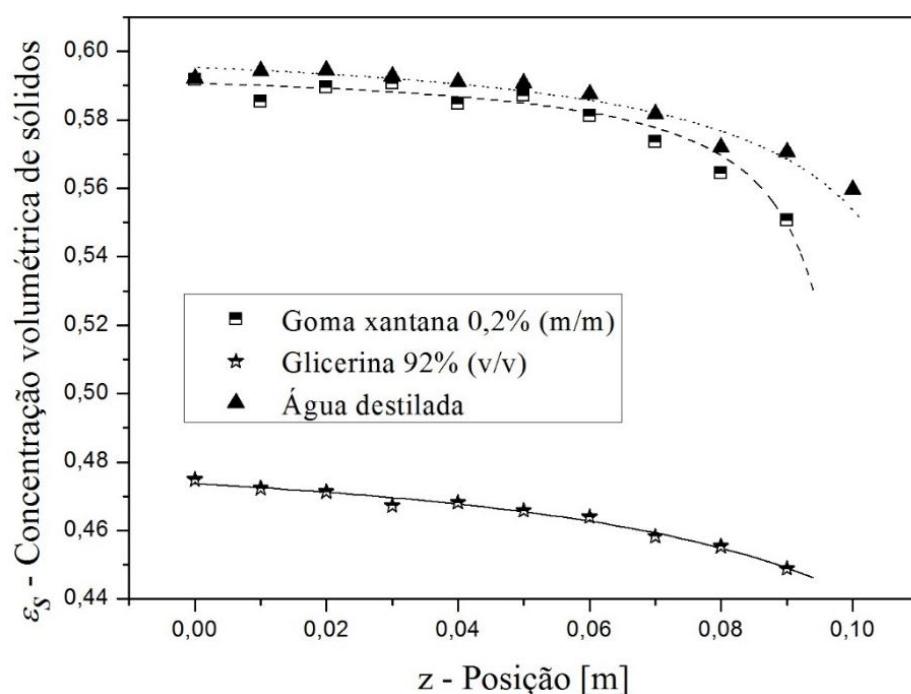


Figura 4.34 - Variação da concentração de sólidos ao longo de sedimentos constituídos pelas microesferas de vidro 150-212  $\mu\text{m}$ .

Analizando a Figura 4.34, observa-se que as matrizes porosas formadas em água destilada e em goma xantana apresentaram variação concentração de sólidos bastante similar ao longo de sua estrutura. Como estes fluidos possuíam densidades próximas, pode-se inferir que as diferentes características reológicas existentes entre os fluidos, não alteraram a formação da estrutura final do meio poroso, ocasionando desta forma, sedimentos bastante similares.

Para o caso do sedimento formado nas soluções de glicerina, verificou-se um meio poroso menos compactado quando comparado com os demais fluidos. Tal comportamento pode ser explicado ao avaliar que a força de empuxo atuante no sedimento na condição de meio poroso estático está relacionada com a densidade do fluido. Como as soluções de glicerina possuem um valor de densidade maior que os demais fluidos, verifica-se que as partículas que compõem o sedimento estão também sob uma força de empuxo maior, ocasionando assim um matriz porosa menos compactada.

#### **4.5 Análise das relações existentes entre permeabilidade, pressão sobre os sólidos e porosidade para carbonatos**

Nesta seção, serão apresentados os resultados obtidos para as relações existentes entre permeabilidade, pressão nos sólidos e porosidade para carbonatos comumente adicionados como aditivos obturantes em fluidos de perfuração (carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$  e o carbonato de cálcio 2-44/44-194  $\mu\text{m}$ ). Na abordagem desta seção as suspensões de carbonato foram estudadas em meio aquoso.

##### **4.5.1 Pressão nos sólidos como função da concentração**

Com a obtenção da distribuição de concentração de sólidos no sedimento antes a percolação de líquido e utilizando a Equação (3.16), foi possível determinar a pressão nos sólidos como função da concentração volumétrica (Figura 4.35).

Conforme pode ser observado na Figura 4.35, os resultados mostraram que o carbonato de cálcio 2-44/44-194  $\mu\text{m}$  mostrou-se mais compressível quando comparado com o carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$ . Tal fato pode ser explicado, pois materiais particulados com maior grau de polidispersão quando submetidos a uma determinada pressão deformam-se mais facilmente devido às partículas menores acomodarem-se nos interstícios das maiores.

Na Figura 4.35, a curva que representou a função  $P(\varepsilon_s)$  foi ajustada pela estimativa dos parâmetros do modelo de Arouca (2007):

$$P(\varepsilon_s) = a\varepsilon_s^b \quad (2.28)$$

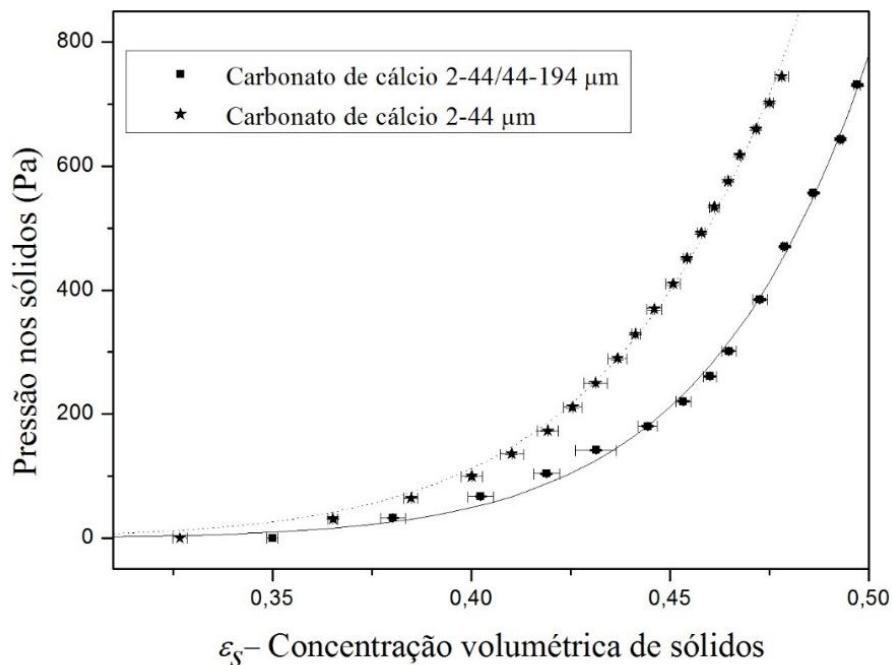


Figura 4.35 - Pressão nos sólidos como função da concentração no sedimento.

Os parâmetros estimados do modelo ( $a$ ,  $b$ ), juntamente com o coeficiente de correlação ( $r$ ) são mostrados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 - Parâmetros do modelo de Arouca (2007).

Sólido	$a$ (Pa)	$b$	$r$
Carbonato de cálcio 2-44 $\mu\text{m}$	$2,20 \cdot 10^6$	10,79	0,999
Carbonato de cálcio 2-44/44-194 $\mu\text{m}$	$4,12 \cdot 10^6$	12,37	0,999

#### 4.5.2 Determinação da equação constitutiva para permeabilidade do meio poroso

Com a obtenção da distribuição de concentração de sólidos no sedimento antes e após a percolação de líquido e utilizando a Equação (3.17), foi possível determinar a permeabilidade do meio poroso como função da concentração volumétrica de sólidos (Figura 4.36).

Os resultados da Figura 4.36 mostraram que o carbonato de cálcio 2-44  $\mu\text{m}$  apresentou uma relação permeabilidade-porosidade menor que o carbonato de cálcio 2-44/44-194  $\mu\text{m}$ . Isso pode ser explicado pelo fato de meios porosos constituídos por partículas menores serem menos permeáveis.

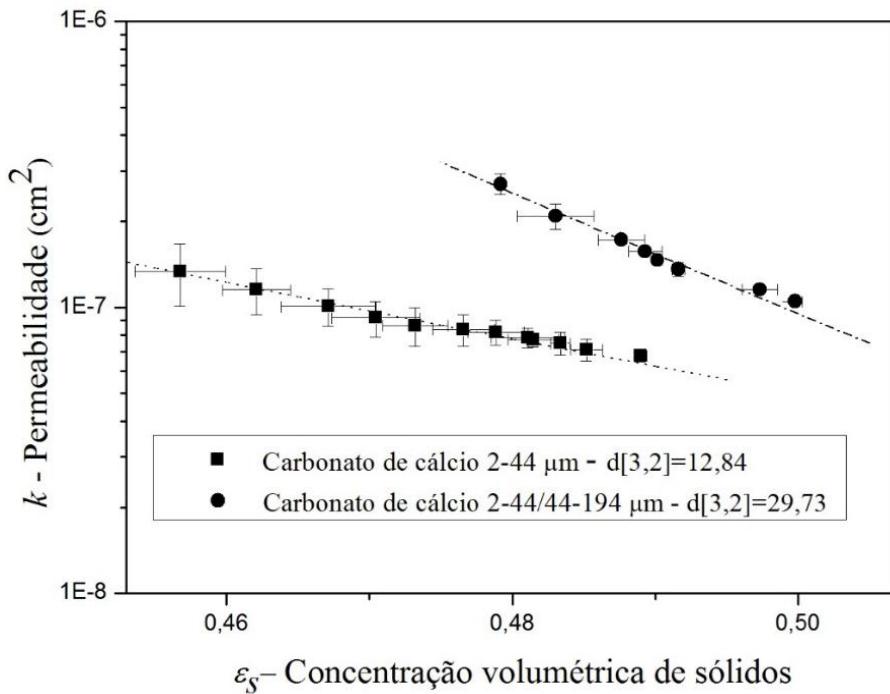


Figura 4.36 - Permeabilidade como função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento para os carbonatos comumente utilizados como aditivos obturantes em fluidos de perfuração.

Na Figura 4.36, a curva que representou a função  $k(\varepsilon_s)$  foi ajustada pelo clássico modelo proposto por Tiller e Leu (1972):

$$k(\varepsilon_s) = k_0 \left( \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{-\eta} \quad (2.30)$$

Os parâmetros estimados para o modelo ( $k_0$ ,  $\varepsilon_{sc}$  e  $\eta$ ) juntamente com o coeficiente de correlação linear  $r$  são mostrados na Tabela 4.8:

Tabela 4.8 - Parâmetros do modelo de TILLER e LEU (1972).

Sólido	$k_0$ (cm <sup>2</sup> )	$\varepsilon_s$	$\eta$	$r$
Carbonato de cálcio 2-44μm	$7,28 \cdot 10^{-9}$	0,08	0,5	0,991
Carbonato de cálcio 2-44/44-194 μm	$8,50 \cdot 10^{-9}$	0,09	0,5	0,999

Os resultados obtidos experimentalmente mostrados na Figura 4.36 foram comparados com os valores estimados pela correlação de Kozeny-Carman, para a situação em que o parâmetro estrutural  $\beta$  era igual a 5 (Figura 4.37).

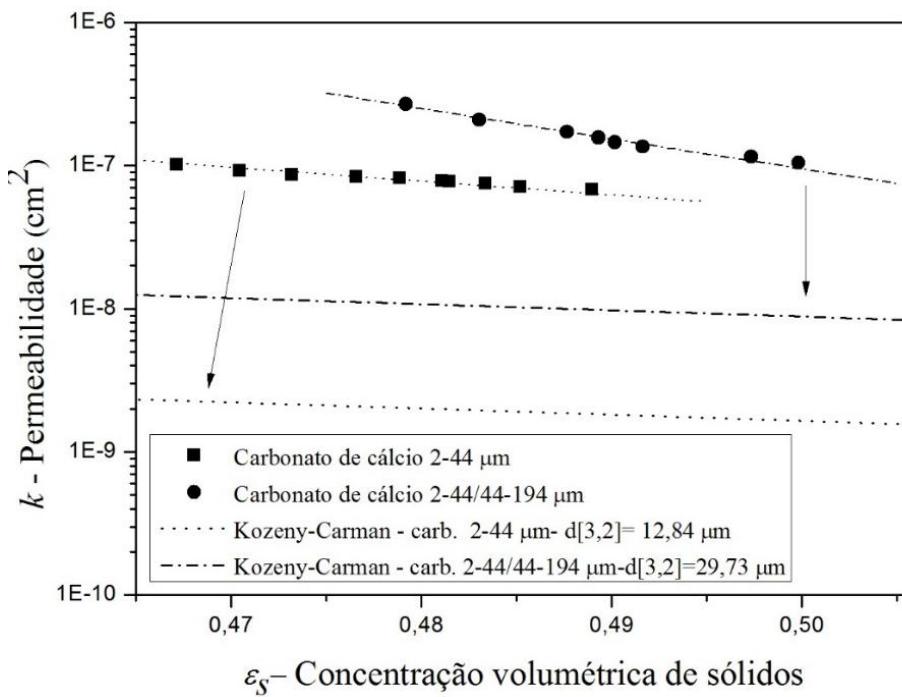


Figura 4.37 - Comparação entre os valores obtidos experimentalmente com os valores estimados pela correlação de Kozeny-Carman.

Por observação da Figura 4.37, verifica-se uma concordância entre os valores experimentais e os estimados pela correlação de Kozeny-Carman com relação ao parâmetro dimensão característica. Os resultados empíricos e os estimados pela correlação mostraram que a diminuição da dimensão das partículas reduziu a permeabilidade do meio poroso.

Na Figura 4.37 verifica-se também que os resultados teóricos preditos pela correlação de Kozeny-Carman subestimaram os valores experimentais. Esta diferença pode ser justificada pelo efeito de polidispersão dos carbonatos. Neste contexto, como a correlação de Kozeny-Carman não contempla os efeitos de polidispersão dos materiais particulados, pode-se considerar que este fator aumentou os valores experimentais da relação permeabilidade-porosidade ocasionando os desvios verificados.

Neste capítulo foram apresentados e discutidos os principais resultados relacionados a caracterização reológica dos fluido utilizados, bem como sobre o fenômeno de sedimentação de suspensões em fluidos newtonianos e fluidos pseudoplásticos.

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

- Os resultados quantitativos e qualitativos relacionados a sedimentação de suspensões mostraram que os efeitos de memória quando presentes nos fluidos pseudoplásticos influenciam de forma significativa nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos. Por este motivo, o uso da equação Power-law (sem contemplar os efeitos de memória na modelagem da sedimentação) pode ocasionar desvios consideráveis dos valores reais.
- O monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo permitiu avaliar de forma quantitativa o comportamento das suspensões sedimentando em fluidos pseudoplásticos e fluidos newtonianos. Nas situações em que o fluido pseudoplástico era utilizado, verificou-se para as posições próximas ao topo e próximas a base da proveta, que as curvas obtidas seguiam respectivamente, tendências de decaimento exponencial e de crescimento logarítmico. Tais comportamentos foram bastante diferentes dos verificados nos fluidos newtonianos em que tais curvas caracterizaram-se por mudanças do tipo degrau na concentração volumétrica de sólidos.
- A obtenção de imagens das suspensões permitiu avaliar de forma qualitativa alguns fenômenos que ocorreram durante a sedimentação dos materiais sólidos. As imagens indicaram que as partículas se agrupam no fluido pseudoplástico, formando aglomerados. O fenômeno de aglomeração ocasionou um grande impacto nas taxas de sedimentação, sendo que, sua ocorrência foi justificada pelos efeitos de memória presentes no fluido pseudoplástico.
- Na análise da segregação de tamanhos das partículas durante o fenômeno de sedimentação, verificou-se que a chegada de partículas maiores mostrou-se inexpressiva no fluido newtoniano e pouco expressiva no fluido pseudoplástico. Desta forma, foi possível atribuir ao fenômeno de aglomeração das partículas como o principal fator que contribuiu para as diferenças existentes entre a sedimentação no fluido newtoniano e no fluido pseudoplástico.

- A influência da concentração local de sólidos nas taxas de sedimentação, indicaram que o tempo necessário para a separação total dos sólidos no fluido pseudoplástico não dependeu da concentração inicial de sólidos. Para a região de formação de sedimento, observou-se, um comportamento similar, ou seja, o tempo necessário para a compactação total do sedimento também não dependeu da concentração inicial de sólidos.
- As curvas de equi-concentração obtidas experimentalmente indicaram que a região de concentração variável não está relacionada apenas com as características da fase particulada (conforme mencionado por trabalhos anteriormente), mas também pode-se verificar uma forte ligação com as características reológicas da fase contínua.
- As curvas de equi-concentração associadas a formação do sedimento também mostraram que as características reológicas do fluido influenciam significativamente na inclinação e no tempo de surgimento das equi-concentrações, não sendo apenas a compressibilidade da fase particulada.
- A estimativa da velocidade de sedimentação em fluidos pseudoplásticos (CMC) por meio de um equacionamento baseado na extensão da lei de Darcy para fluidos power-law, mostrou que os valores teóricos subestimaram os resultados experimentais. Tal diferença foi justificada pela presença de fracos efeitos de dependência com o tempo presentes nas soluções não-newtonianas. Desta forma, sugeriu a alteração do equacionamento utilizado de forma a contemplar a instabilidade causada pela fenômeno de aglomeração das partículas durante os testes de sedimentação.
- Na análise da distribuição de porosidade em sedimentos totalmente estabelecidos em fluidos newtonianos e não-newtonianos observou-se que o comportamento reológico do fluido não interferiu na compactação final do sedimento. No entanto, a densidade da fase contínua mostrou ser um parâmetro que deve ser considerado.
- Equações constitutivas para pressão nos sólidos  $P(\varepsilon_s)$  e permeabilidade do meio poroso  $k(\varepsilon_s)$  para carbonatos comumente adicionados aos fluidos de perfuração foram propostas neste trabalho. As relações constitutivas propostas visam auxiliar na modelagem e simulação dos processos de filtração com formação de reboco para as condições de estática.

- Os valores teóricos preditos pela correlação de Kozeny-Carman para as relações existentes entre permeabilidade e porosidade de carbonatos subestimaram os valores experimentais. Desta forma, não indica-se o uso de tal correlação na modelagem de sistemas baseados na Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo.
- O aumento da faixa de distribuição de tamanho dos carbonatos ocasionou o aumento da compressibilidade do meio poroso, indicando desta forma, uma relação entre a polidispersão do material particulado e a compressibilidade das matrizes porosas formadas.

### ***Sugestões para trabalhos futuros***

- Estudar a sedimentação em suspensões de fluidos com características reológicas dilatantes.
- Estudar a deposição gravitacional de partículas que constituem fluidos de perfuração reais (por exemplo, o fluido de perfuração BRMUL).
- Avaliar a sedimentação em suspensões constituídas por soluções de goma xantana e carboximetilcelulose utilizando concentrações volumétricas iniciais de sólidos diferente das utilizadas neste estudo.
- Avaliar a sedimentação em suspensões constituídas por soluções de goma xantana e carboximetilcelulose com concentrações do polímero diferentes das utilizadas neste estudo.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ACOSTA, C. D.; BÜRGER, R; MEJÍA, C. E. A stability and sensitivity analysis of parametric functions in a sedimentation model. DYNA (Colombia), vol. 81, p. 22-30, 2014.
- ALLEN, E.; UHLHERR, P. H. T. Nonhomogeneous sedimentation in viscoelastic fluids. Journal of Rheology, vol. 22, p. 627-638, 1989.
- ALMEIDA, O. P. Estudo do efeito de fronteiras rígidas sobre a velocidade terminal de partículas isométricas. Dissertação de mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro-RJ, Brasil, 1995
- ARAÚJO, C. A. O. Estudo da filtração cruzada em geometria cilíndrica. Dissertação de Mestrado, UFRRJ, Rio de Janeiro-RJ, Brasil, 2010.
- AROUCA, F. O. Obtenção experimental das equações constitutivas para o espessamento e filtração utilizando técnica de atenuação de radiações de altas energias. Dissertação de mestrado, FEQ/UFU, Uberlândia-MG, Brasil, 2003.
- AROUCA, F. O. Uma contribuição ao estudo da sedimentação gravitacional em batelada. Tese de doutorado, FEQ/UFU, Uberlândia-MG, Brasil, 2007.
- AROUCA, F. O.; LOPES, L.C.O. , DAMASCENO, J. J. R. Concentration Profiles and Iso-Concentration Curves for Batch Settling Using the Gamma Rays Attenuation Technique. Materials Science Forum, vol. 29, p. 530-531, 2006.
- AZEVEDO, C. G. Simulação de sedimentadores contínuos. Dissertação de mestrado, FEQ/UFU, Uberlândia-MG, Brasil, 2009.
- BASSON, D. K.; BERRES, S.; BÜRGER, R. On models of polydisperse sedimentation with particle-size-specific hindered-settling factors. Applied Mathematics and Computation, vol. 22, p. 1815-1835, 2009.
- BERRES, S.; BÜRGER, R. On the settling of a bidisperse suspension with particles having different sizes and densities. Acta Mechanica, vol. 201, p. 47-62, 2008.
- BIRD, R. B.; ARMSTRONG, R. C.; HASSAGER, O. Dynamics of polymeric liquids. 2 ed. Volume 1- Fluid Mechanics. Wiley Interscience, New York, 1987.
- BIRD, R. B.; MARSH, B. D. Viscoelastic hysteresis. Part I. Model predictions. Transaction of the Society of Rheology, vol. 12, p. 479-488, 1968.
- BOBROFF, S.; PHILLIPS, R. J. Nuclear magnetic resonance imaging investigation of sedimentation of concentrated suspensions in non-newtonian fluids. Journal of Rheology, vol. 42, p. 1419-1436, 1998.
- BORN, K.; LANGENDORFF, V.; BOULENGUER, P. Xanthan. In: STEINBÜCHEL, A.; VANDAMME, E. J.; DE BAETS, S. Weinheim, editors. Biopolymers. Wiley-VCH, vol. 5, p. 259-291, 2002.

BÜRGER, R.; CONCHA, F. Mathematical model and numerical simulation of settling of flocculated suspensions. International Journal of Multiphase Flow, vol. 24, p. 1005-1023, 1998.

BÜRGER, R.; CONCHA, F.; TILLER, F. M. Applications of the phenomenological theory to several published experimental cases of sedimentation processes. Chemical Engineering Journal, vol. 80, p. 105-117, 2000.

BÜRGER, R; DONAT, R.; MULET, P; VEJA, C. A. On the implementation of WENO schemes for a class of polydisperse sedimentation models. Journal of Computational Physics, vol. 230, p. 2322-2344, 2011.

BÜRGER, R; TORY, E. M. On upper rarefaction waves in batch settling. Powder Technology. vol. 108, p. 74-87, 2000.

BUSTOS, M. C.; CONCHA, F.; BÜRGER, R.; TORY, E. M. Sedimentation and thickening – Phenomenological foundation and mathematical theory, Kluwer Academic Publishers, 1999.

CHHABRA, R. P. N. Bubbles, drops and particles in non-newtonian fluids. 2 ed. Taylor & Francis Group, 2007.

CHHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. Non-newtonian flow and applied rheology. 2 ed. Butterworth Heinemann, 2008.

COE, H. S.; CLEVENGER, G. H. Methods of determining the capacities of slime-settling tanks. Transactions of the American Institute of Mining Engineers, vol. 55, p. 356-384, 1916.

COMINGS, E. W. Thickening calcium carbonate slurries. Ind. Eng. Chem. vol. 32 (5), p. 663-667, 1940.

CREMASCO, M. A. Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos. 1<sup>a</sup> ed. Blucher, São Paulo: 2012.

CHRISTOPHER, R. H.; MIDDLEMAN, S. Power-law flow through a packed tube. . Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals, vol. 4 p. 422-426, 1965.

CONCHA, F.; BUSTOS, M. C. Modification of the kynch theory of sedimentation. AICHE Journal, p. 312-315, 1987.

d'ÁVILA, J. S.; SAMPAIO, R. Equações de estado para a pressão no sólido. II Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 1977.

d'Ávila, J. S. Um modelo matemático para a sedimentação. Tese de doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro-RJ, 1978.

DAMASCENO, J. J. R. Uma contribuição ao estudo do espessamento contínuo. Tese de Doutorado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro-RJ, Brasil, 1992.

DAUGAN, S.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; ALLAIN, C. Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids. Part 1. Two-particle aggregation. The European Physical Journal E, vol. 7, p. 73-81, 2002.

DAUGAN, S.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; ALLAIN, C. Aggregation of particles settling in shear thinning fluids. Part 2. Three particle aggregation. The European Physical Journal E, vol. 9, p. 55-62, 2002.

DAUGAN, S; TALINI, L; HERZHAFT, B; PEYSSON, Y; ALLAIN, C. Sedimentation of suspensions in shear-thinning fluids. Oil & Gas Science and Technology, vol. 59, p. 71-80, 2004.

DULLAERT, K; MEWIS, J. Stress jumps on weakly flocculated dispersions: Steady state and transient results. Journal of Colloid and Interface Science, vol. 287, p. 542-551, 2005.

EISENBERG, D. A.; KLINK, M.; PHILIPS, R. J. Axisymmetric sedimentation of spherical particles in a viscoelastic fluid: Sphere-wall and sphere-sphere interactions. Journal of Rheology, vol. 57, Nº3, p. 857-880, 2013.

ENDO, Y; CHEN, D; PUI, D. Y. H. Effects of particle polydispersity and shape factor during dust cake loading on air filters, Powder Technology, vol. 98, p. 241-249, 1998.

ENDO, Y; ALONSO, M. Physical meaning of specific cake resistance and effects of cake properties in compressible cake filtration. Filtration and Separation, vol. 38 (7), p. 42-46, 2001.

FRANÇA, S. C. A.; BISCAIA-JR, E. C.; MASSARANI, G. Estimação de parâmetros em equações constitutivas de sedimentos. XXVII Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados, 1995.

FRANCIS, A. W. Wall effect in falling ball method for viscosity. Physics, vol. 4, 403-406, 1933.

GANDELMAN, R. A.; PINTO, G. H. V. P. Desenvolvimento de metodologia e correlações para previsão de perfil de concentração de sólidos durante a perfuração de poços de petróleo em períodos de estática. Boletim técnico da Produção de Petróleo, vol. 4 (2), 2009.

GARCÍA-OCHOA, F.; SANTOS, V. E.; CASAS, J. A.; GÓMEZ, E. Xanthan gum: Production, recovery, and properties. Biotechnology Advances, vol. 18, p. 549-579, 2000.

GARDNER, R. P.; ELY JR, R. L. Radioisotope measurement applications in engineering. Reinhold Publishing Corporation, New York, EUA, 1967.

GHEISSARY, G.; van den BRULE, B. H. A. A. Unexpected phenomena observed in particle settling in non-Newtonian media. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 67, 1996.

- GREEN H, WELTMANN, R. N. Analysis of thixotropy of pigment-vehicle suspensions - Basic principles of the hysteresis loop. Industrial and Engineering Chemistry, Analytical Edition, vol. 15, p. 201-206, 1943.
- GUESLIN, B.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; PEYSSON, Y.; ALLAIN, C. Aggregation behavior of two spheres falling through an aging fluid. Physical Review, vol. 74, 042501, 2006.
- HAMACHER, M. E. Um estudo da sedimentação utilizando o método da atenuação de raios gama. Dissertação de mestrado. COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro-RJ, Brasil, 1978.
- JOSEPH, D.; LIU, Y.; POLETTO, M.; FENG, J. Aggregation and dispersion of spheres falling in viscoelastic liquids. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 4, p. 45-86, 1994.
- KYNCH, G. J. A theory of sedimentation. Transactions of the Faraday Society, p. 166-176, 1952.
- LARUCCIA, M. B. Velocidade de sedimentação em fluidos não-newtonianos: efeito da forma e da concentração de partículas. Tese de doutorado, Unicamp, Campinas-SP, Brasil, 1990.
- LUVIELMO, M. M.; SCAMPARINI, A. R. P. Goma xantana: produção, recuperação, propriedades e aplicação. Estudos Tecnológicos, vol. 5 (1), p. 50-67, 2009.
- MALKIN, A. Ya. Rheology Fundamentals. ChemTec Publishing, Toronto-Scarborough, 1994.
- MASSARANI, G. Fluidodinâmica em Sistemas Particulados, 2 ed. Rio de Janeiro: E-Papers Serviços Editoriais, 2002.
- MASSARANI, G.; SILVA TELLES, A. Escoamento de fluidos não-newtonianos na vizinhança de partículas sólidas. Revista Brasileira de Física, vol. 8 (3), p. 550-561, 1978.
- MENDES, D. B.; SERRA, J. C. V. Glicerina: uma abordagem sobre a produção e o tratamento. Revista Liberato, vol. 13 (20), p. 59-67, 2012.
- MENDES, P. R. S. Diretrizes para o programa de comparação interlaboratorial de caracterização reológica de um fluido de perfuração. Apostila do Grupo de Reologia (GReo) da PUC-RIO, 2013.
- MEWIS, J.; WAGNER, N. J. Tixotropy. Advances in colloid and interface science, vol. 147-178, p. 214-227, 2009.
- MORA, S.; TALINI, L.; ALLAIN, C. Structuring sedimentation in a shear-thinning fluid. Physical Review Letters, v. 95 nº 088301, p. 1-4, 2005.
- PEREIRA, F. A. R. Escoamento laminar de líquidos Não-Newtonianos em seções anulares: Estudos de CFD e abordagem experimental. Tese de doutorado, FEQUI/UFU, Uberlândia-MG, Brasil, 2006.

PHILIPS, R. J.; TALINI, L. Chaining of weakly interacting particles suspended in viscoelastic fluids. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 147, p. 175-188, 2007.

PHILIPS, R. J. Structural instability in the sedimentation of particulate suspensions through viscoelastic fluids. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 165, p. 479-488, 2010.

QUEIROZ NETO, J. C. Q.; BISCAIA, C. E.; PETRI D. F. S. Estudo sobre a adsorção do fluido de perfuração salgado contendo polímeros sobre SiO<sub>2</sub>. Química Nova, vol. 30, n. 4, p. 909-915, 2007.

RICHARDSON, J. F.; ZAKI, W. N. Sedimentation and fluidization: Part 1. Transactions Institute of Chemical Engineers, vol. 32, p. 35-53, 1954.

RITTENHOUSE, G. A. A visual method of estimating two-dimensional sphericity. Journal of Sedimentary Petrology, vol. 13 (2) p. 79-81, 1943.

RUIZ, M. I. Estudo da sedimentação em batelada com o auxílio da técnica de atenuação de raios gama. Dissertação de mestrado, FEQ/UFU, Uberlândia-MG, Brasil, 2000.

SCHEID, C. M.; MASSARANI, G. Sedimentação de partículas sólidas em fluidos não-newtoniano. Revista Universidade Rural, Série Ciências Exatas e da Terra, vol. 21 (1), p. 219-223, 2002.

SILVA, T. A. Estudo teórico-experimental da operação de sedimentadores divergentes. Dissertação de mestrado, FEQ/UFU, Uberlândia-MG, Brasil, 2004.

SILVA TELLES, A. e MASSARANI, G. Escoamento de fluidos não-newtonianos em sistemas particulados. Revista Brasileira de Física, vol. 9 (2), p. 535-550 ,1979.

SHAH, S. N.; FADILI, Y. E.; CHHABRA, R. P. New model for single spherical particle settling velocity in power-law (visco-inelastic) fluid. International Journal of Multiphase Flow, vol. 33, p. 51-66, 2007.

SOCHI, T. Flow of non-newtonian fluids in porous media. Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, vol. 48, p. 2437-2467, 2010.

SUETSUGU, Y.; WHITE, J. L. A theory of thixotropic plastic viscoelastic fluids with a time-dependent yield surface and its comparison to transient and steady state experiments on small particle filled polymer melts. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 14, 121-140, 1984.

TILLER, F. M.; HAYNES, S; LU, W. The Role of Porosity in Filtration VII - Effect of side-wall friction in compression - permeability cells. AIChE Journal, vol. 18, p. 13-20, 1972.

TILLER, F.M.; LEU, W. Basic data fitting in filtration. Journal of the Chinese Institute of Engineers, vol. 1, p. 61-70, 1980.

VISHNAMPET, R.; SAINTILAN, D. Concentration instability of sedimenting spheres in a second-order fluid. Physics of Fluids, vol. 24, p. 0733021-17, 2012.

VOSSOUGHI, S. Flow of non-newtonian fluids in porous media. In: CHHABRA R. P.; DEKEE D., editors. *Advances in the Flow and Rheology of Non-Newtonian Fluids*, Editors: D.A. Siginer, Vol. 2, Elsevier Science Publishing Company, p. 1183-1236, 1999.

WALDMANN, A. T. A. Mecanismos que governam a efetividade de agentes obturantes no controle da invasão de fluidos de perfuração na rocha reservatório de petróleo. Dissertação de Mestrado, PUC-RIO, Rio de Janeiro-RJ, Brasil, 2005.

YU, Z.; WACHS, A.; PEYSSON, Y. Numerical Simulation of particle sedimentation in shear-thinning fluids with a fictitious domain method. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 136, p. 126-139, 2006.

## ANEXO A

Neste anexo está apresentada a figura proposta por Rittenhouse (1943) para a estimativa aproximada da esfericidade dos materiais sólidos utilizados.

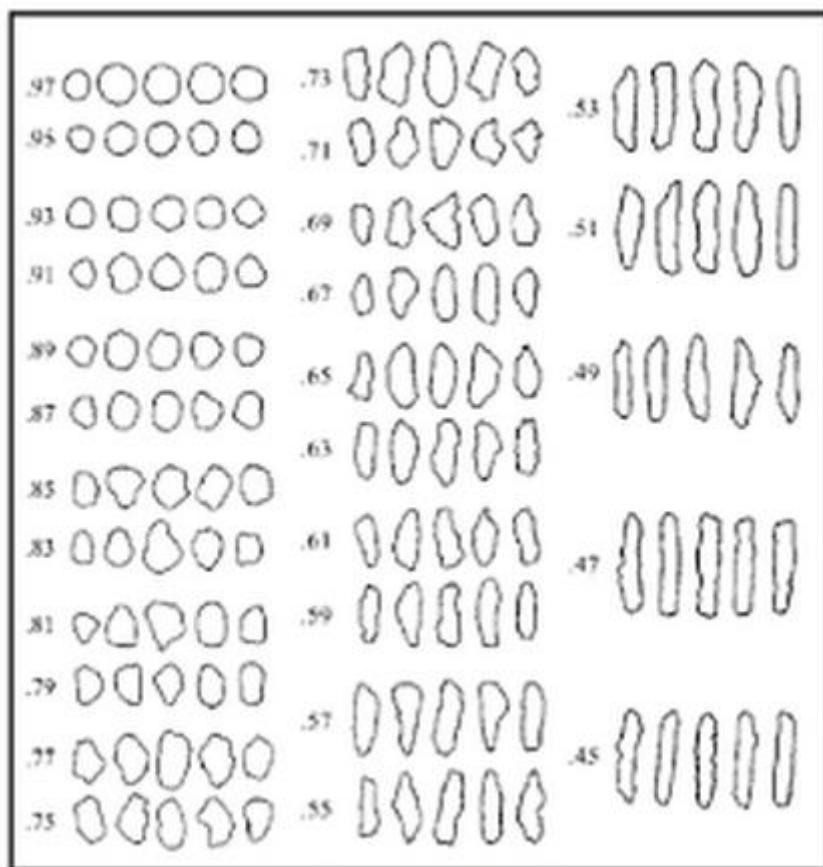
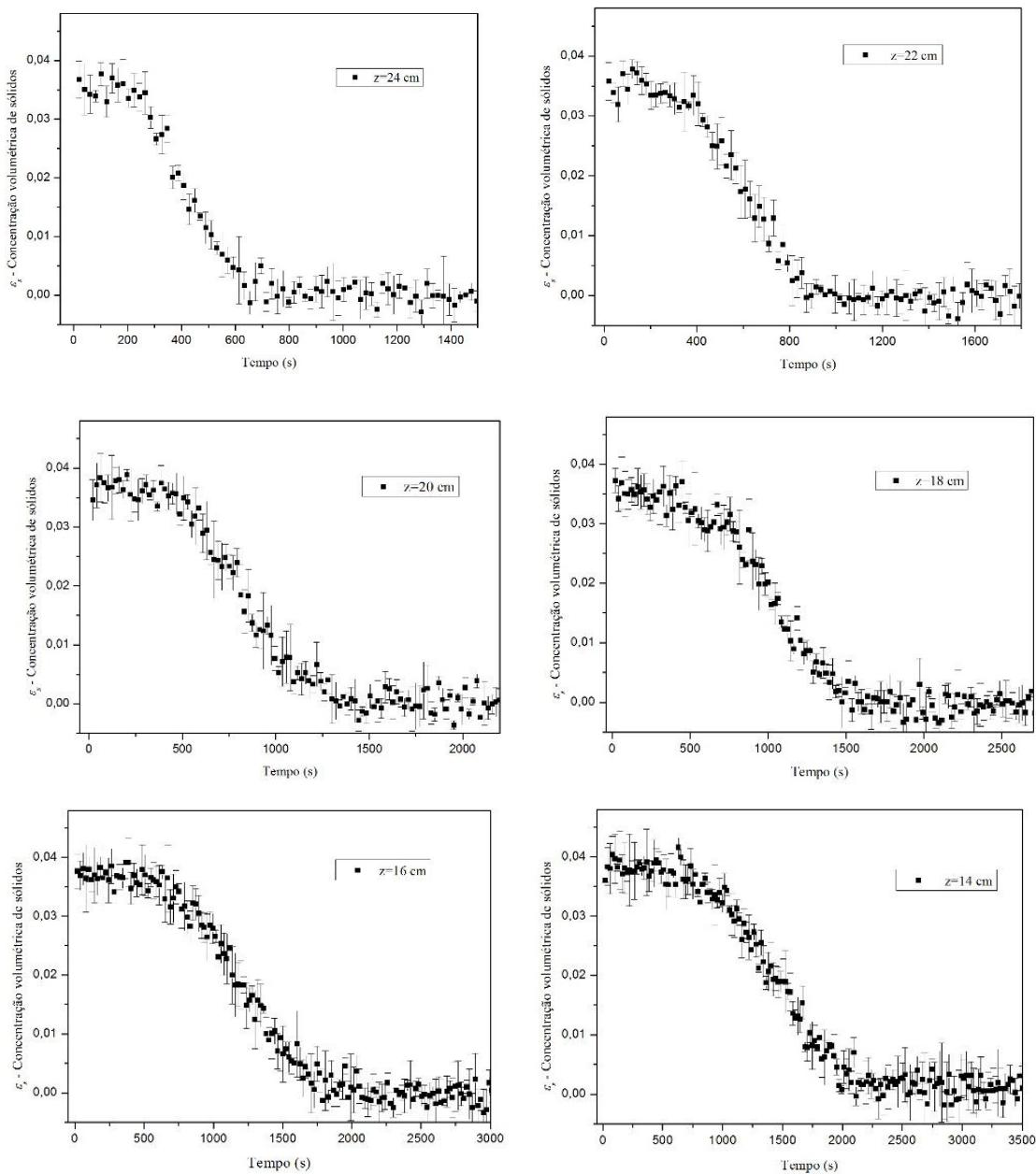
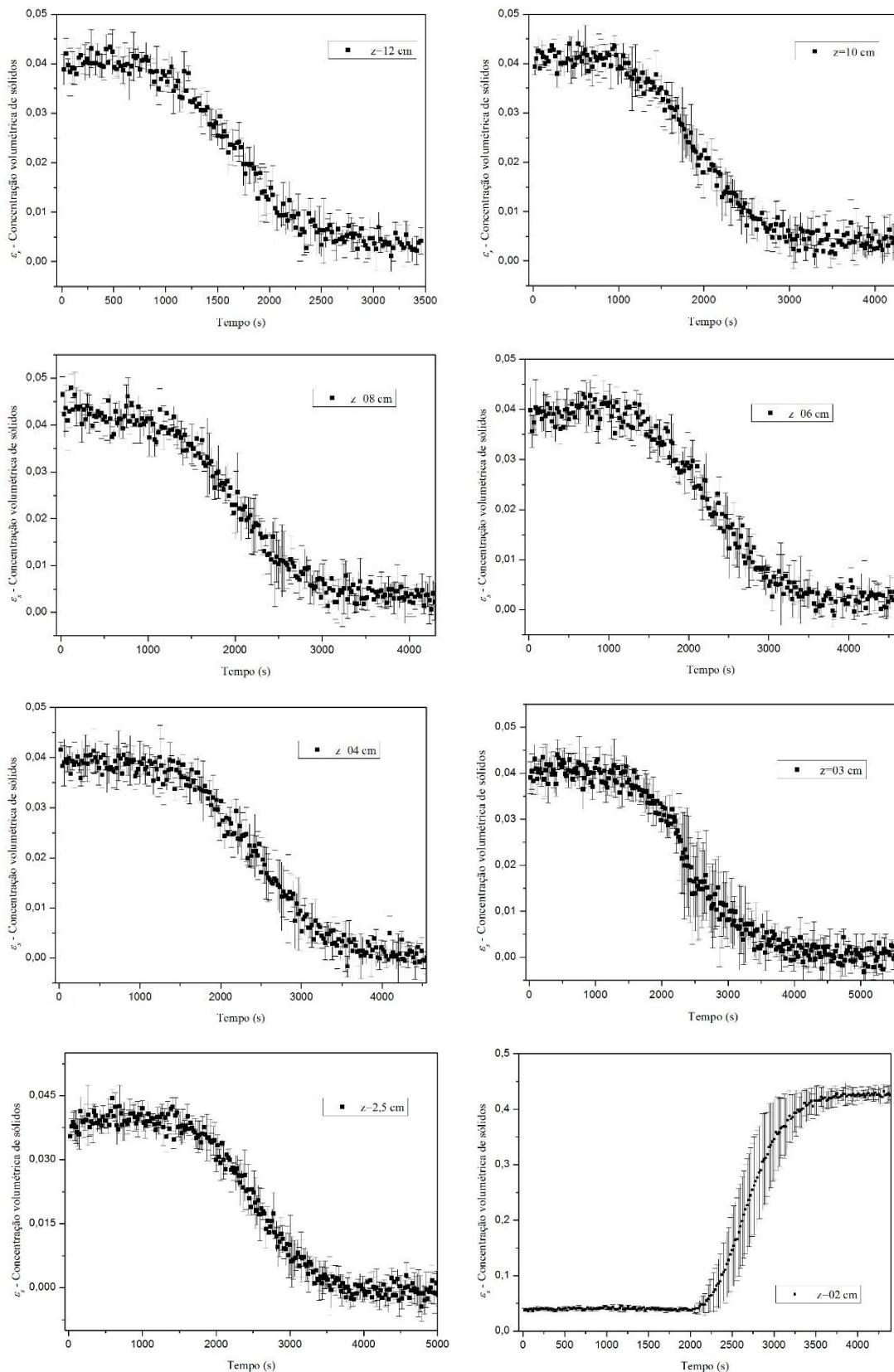


Figura A0 – Tabela comparativa proposta por Rittenhouse (1943).

## APÊNDICE A

Este apêndice apresenta o resultados do monitoramento da variação da concentração de sólidos obtidos experimentalmente para amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em glicerina a 92% v/v (Figura A.1), goma xantana a 0,2% m/m (Figura A.2) e carboximetilcelulose a 0,6% m/m (Figura A.3). A concentração volumétrica de sólidos das suspensões no início dos testes era de  $\varepsilon_{s0}=4\%$ .





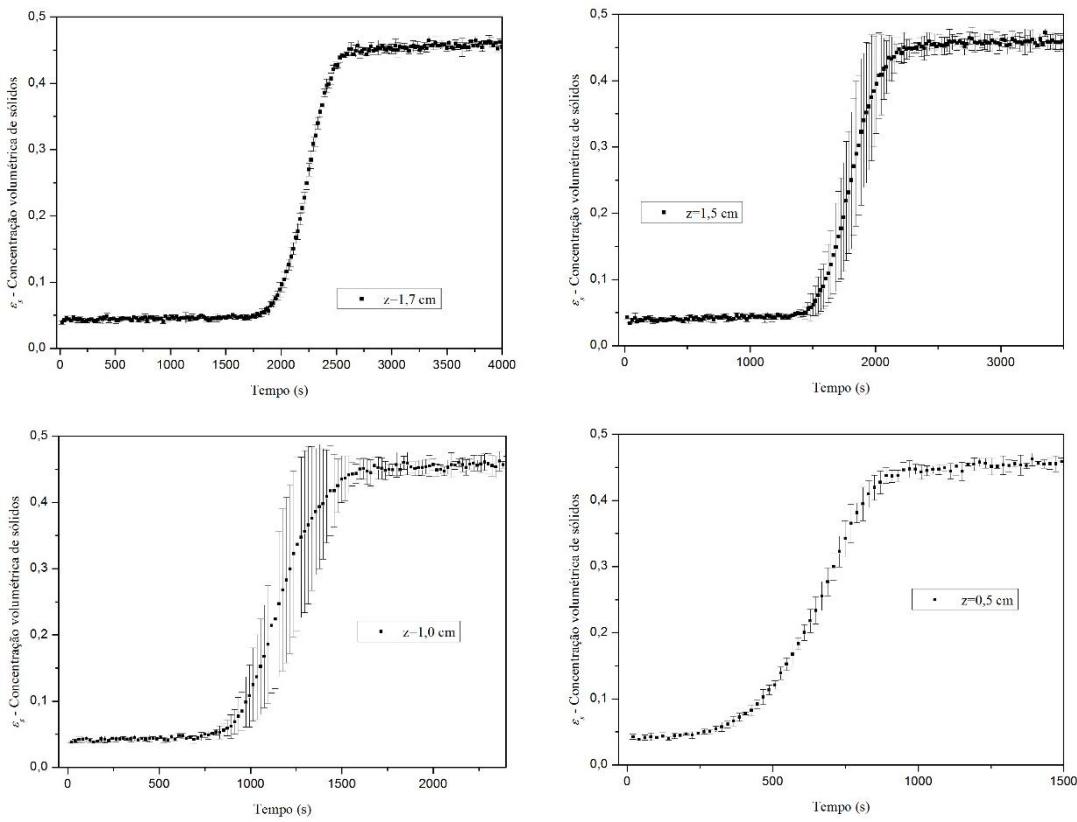
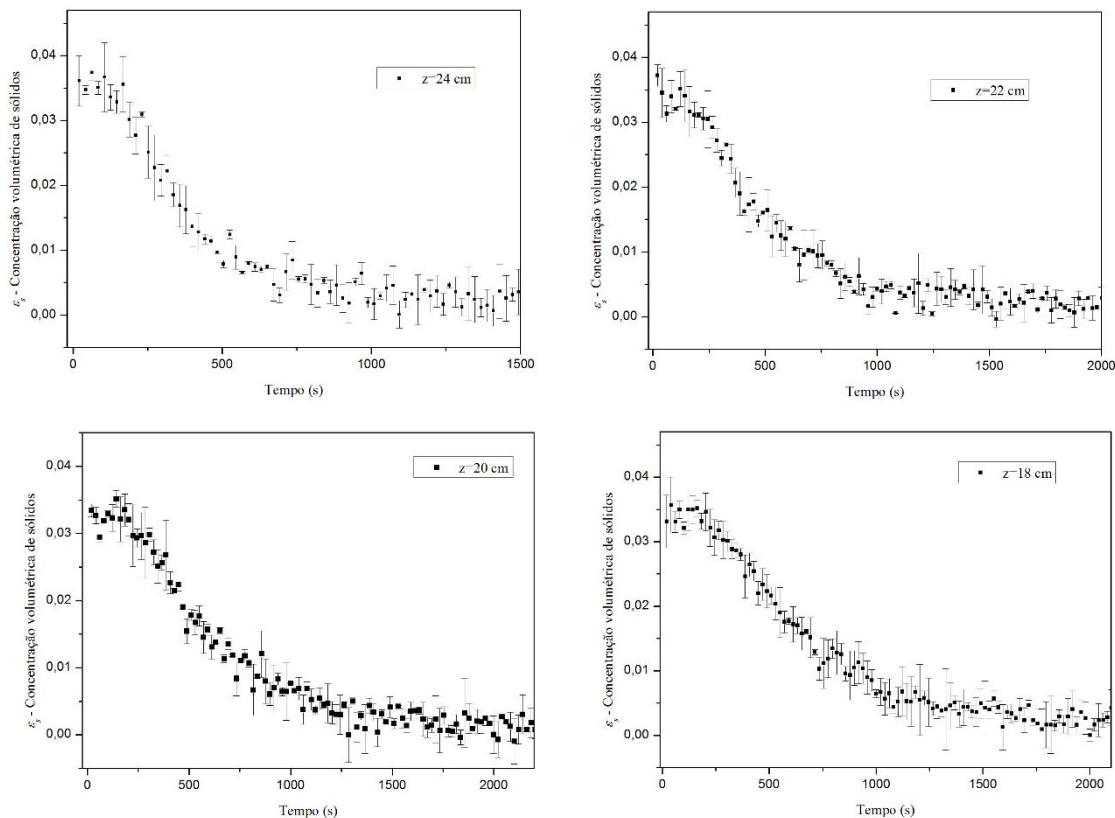
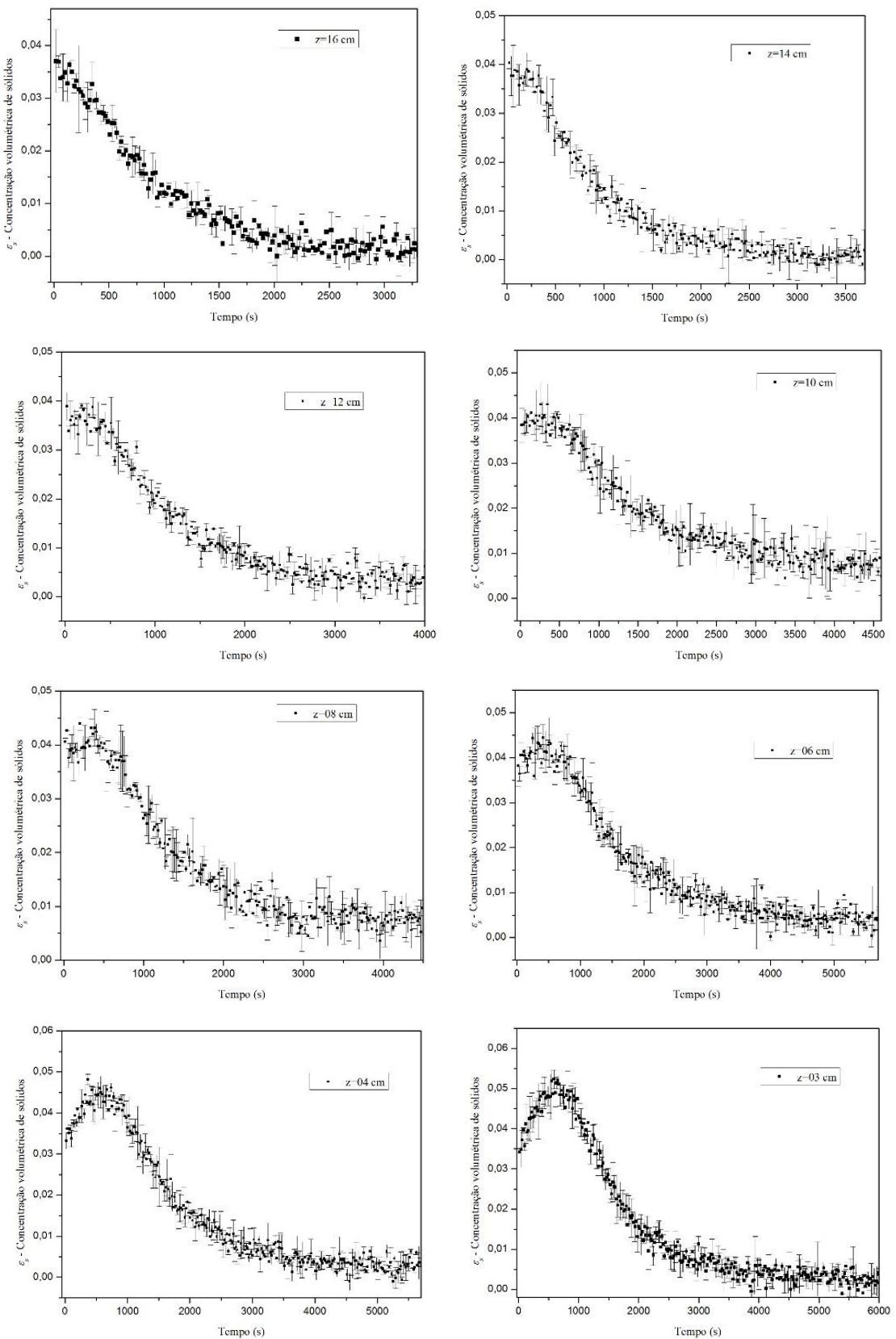


Figura A.1 – Concentração de sólidos em função do tempo para as amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em glicerina 92% v/v ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).





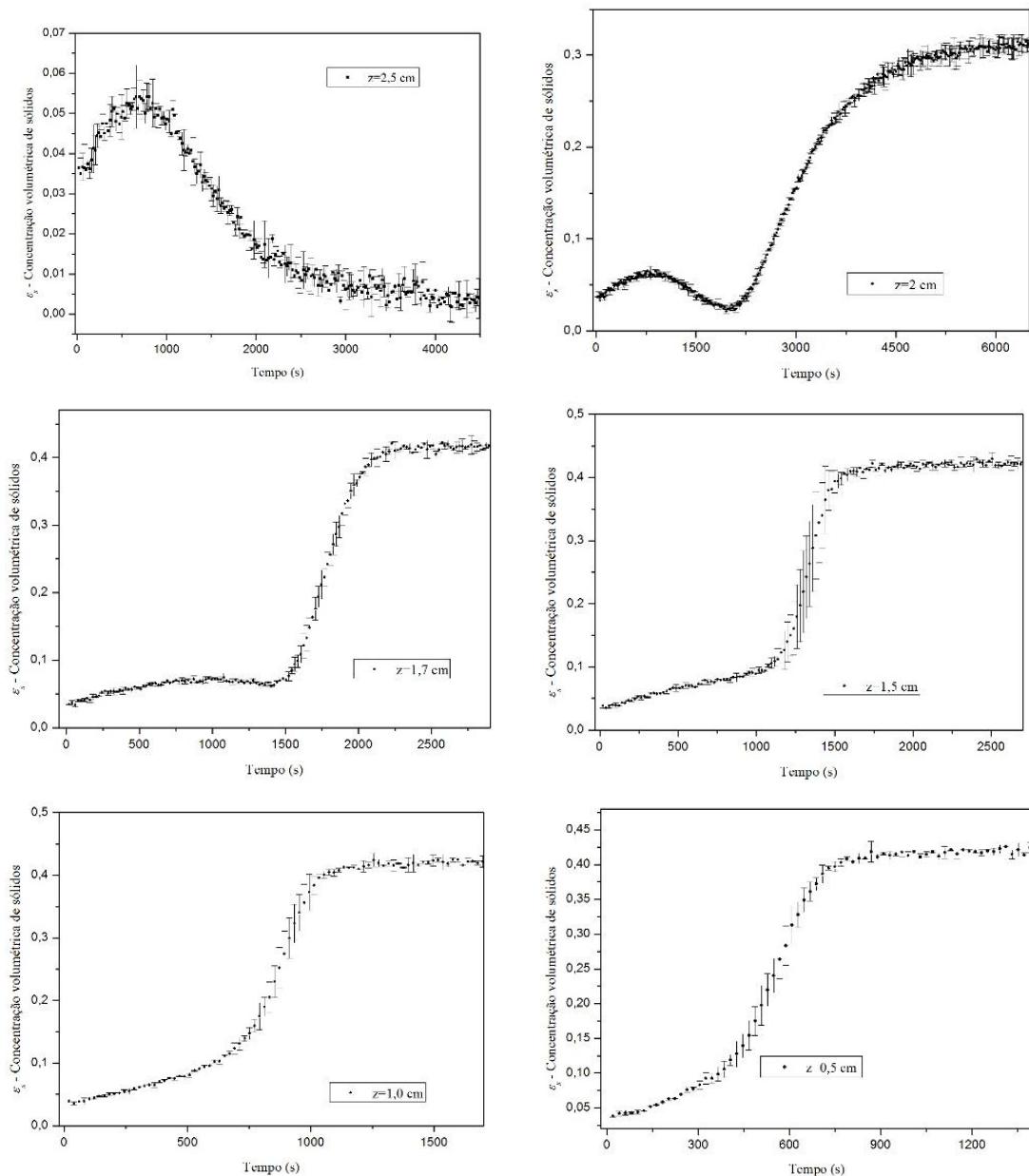
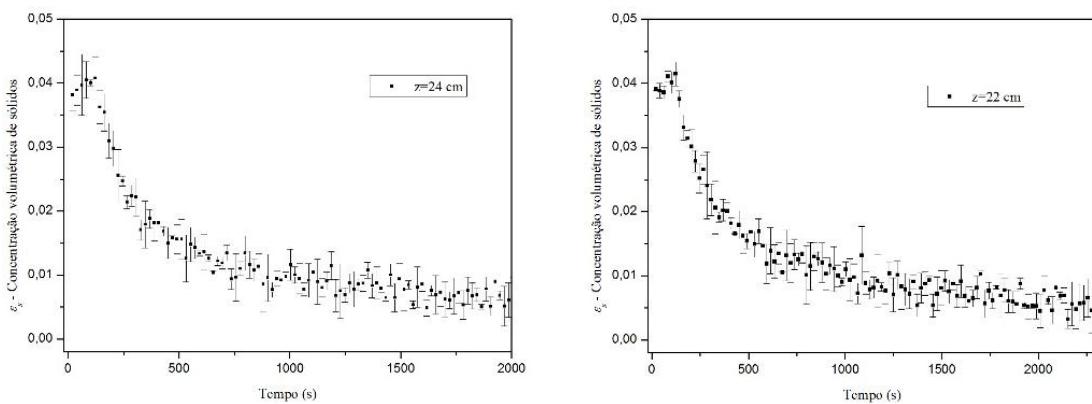
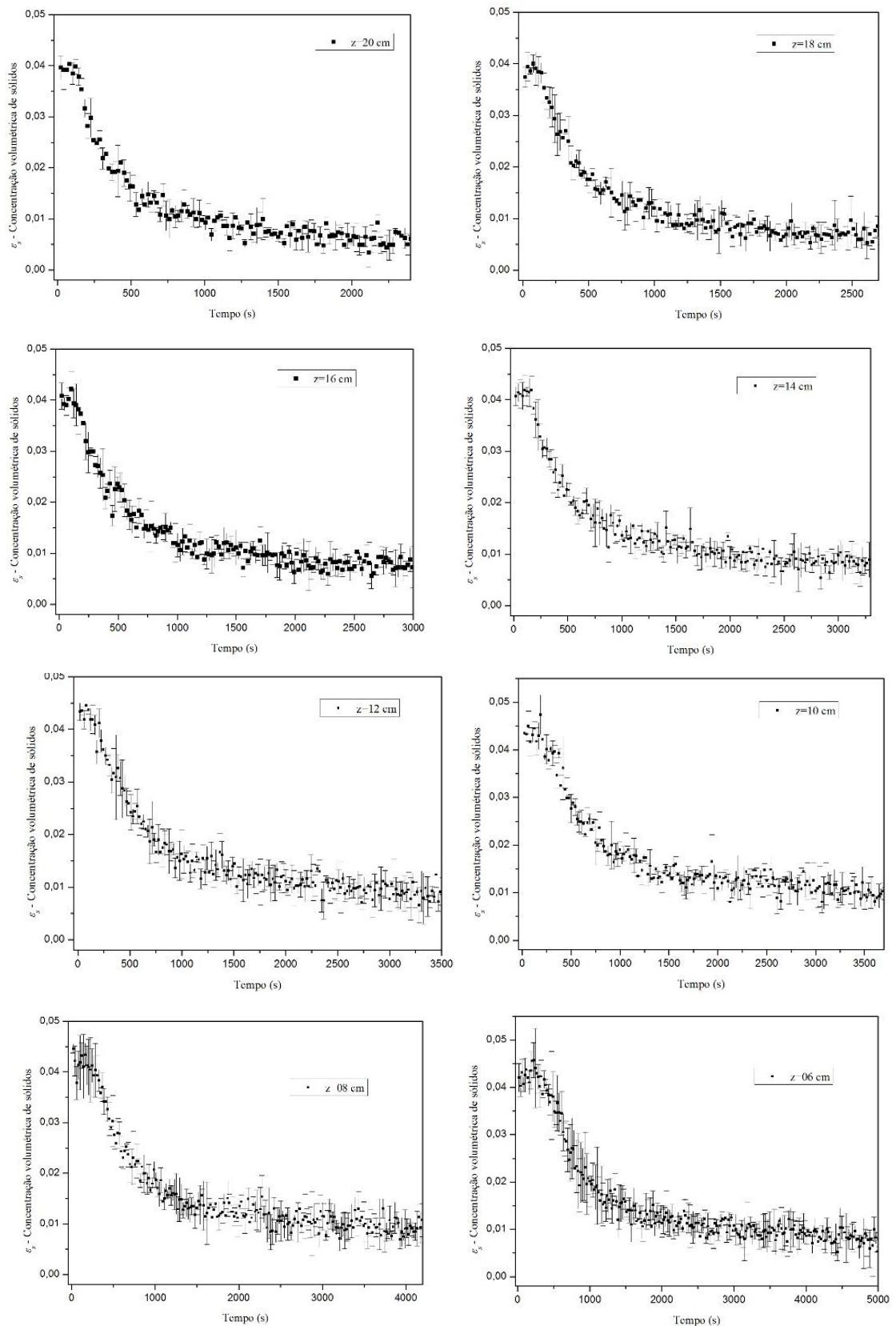


Figura A.2 - Concentração de sólidos em função do tempo para as amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em CMC 0,6% m/m ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).





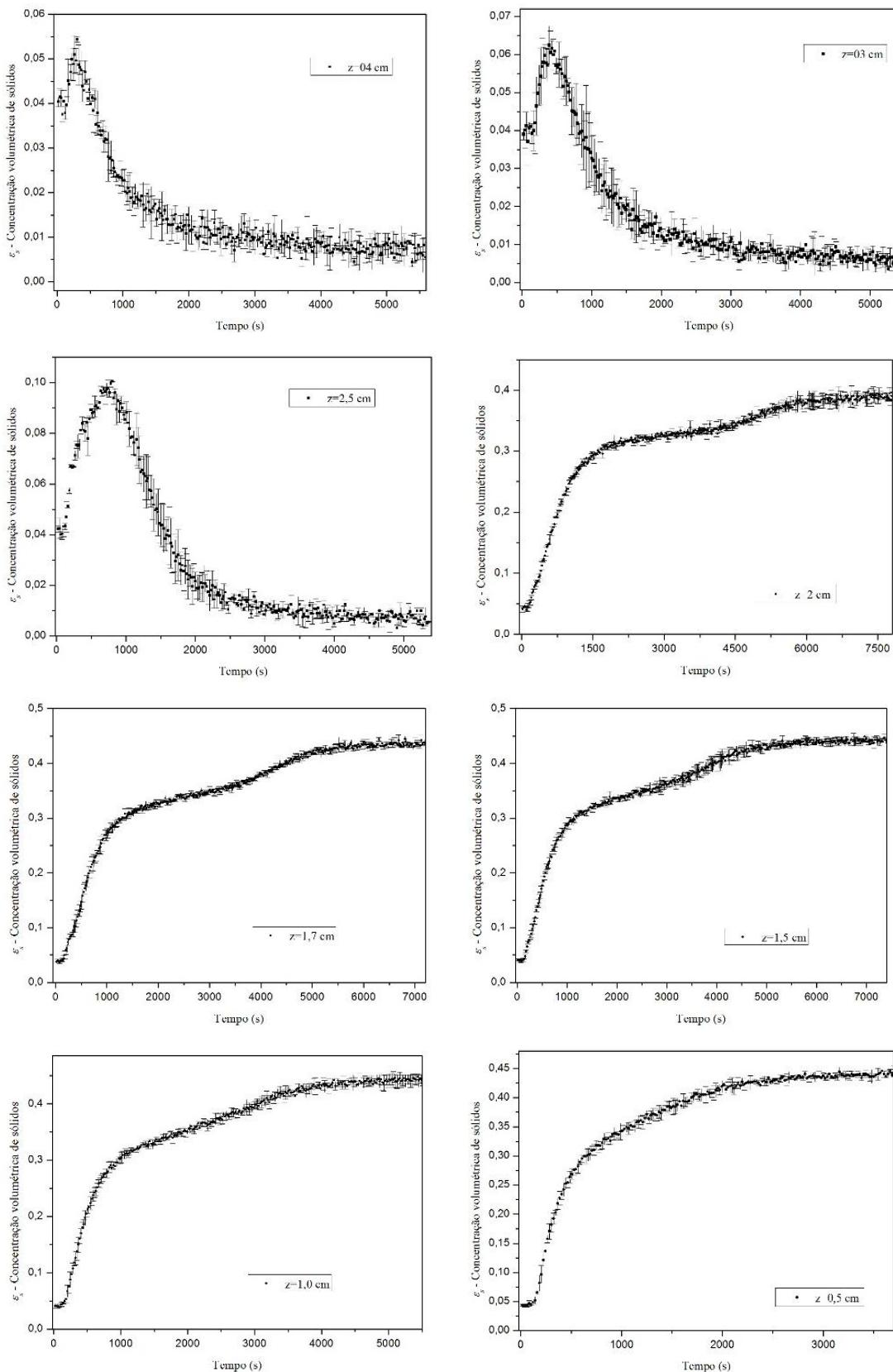
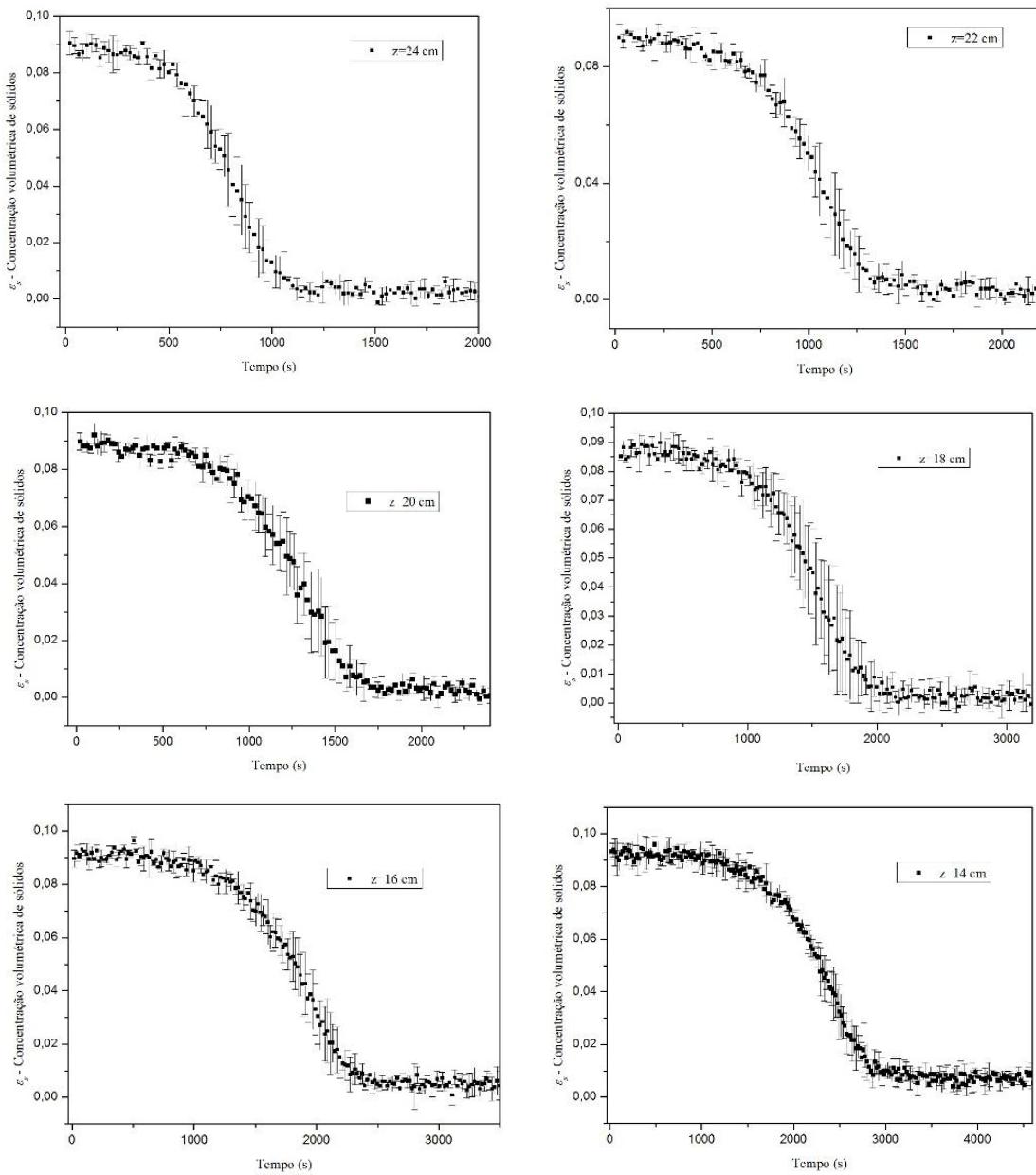
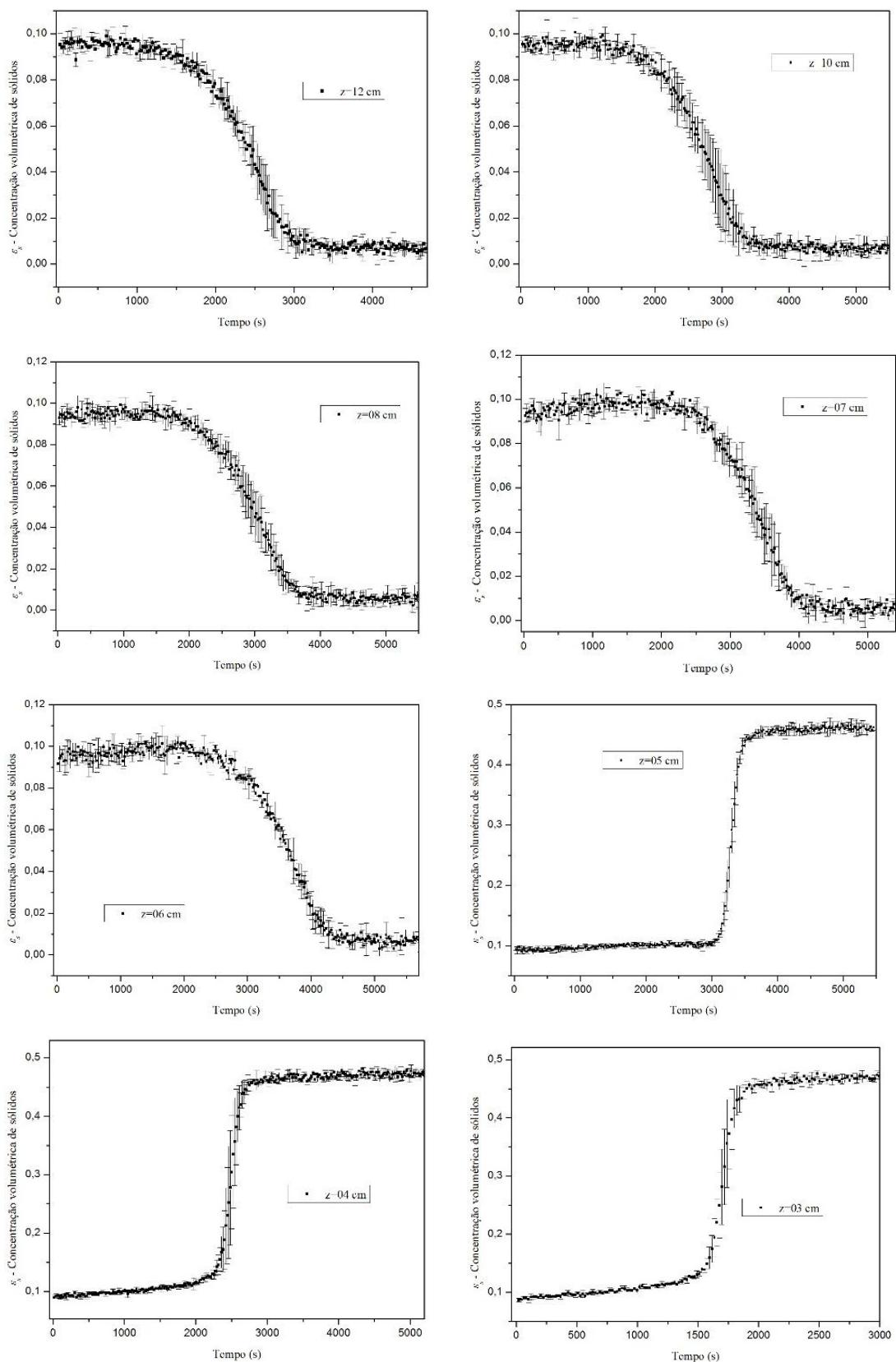


Figura A.3 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GX 0,2% m/m ( $\varepsilon_{s0}=4\%$ ).

## APÊNDICE B

Este apêndice apresenta os resultados do monitoramento da variação da concentração de sólidos obtidos experimentalmente para amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em glicerina a 92% v/v (Figura B.1), goma xantana a 0,2% m/m (Figura B.2) e carboximetilcelulose a 0,6% m/m (Figura B.3). A concentração volumétrica de sólidos das suspensões no início dos testes era de  $\varepsilon_{s0}=9\%$ .





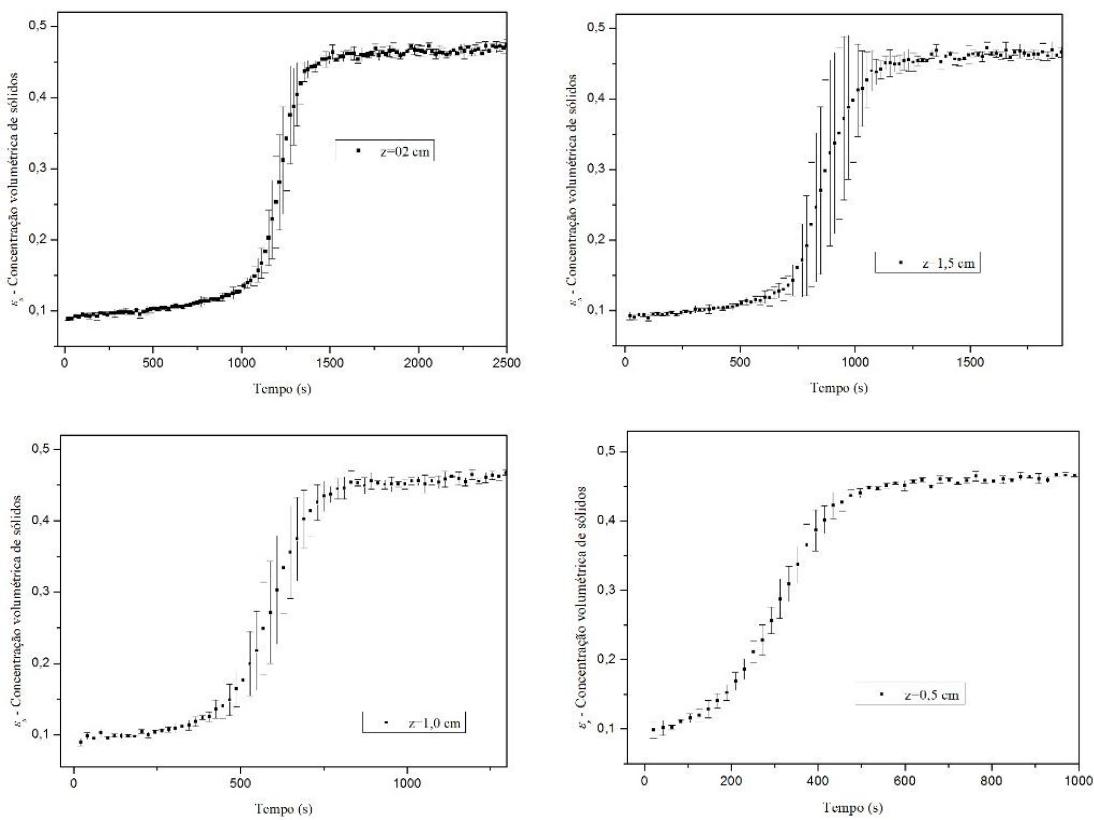
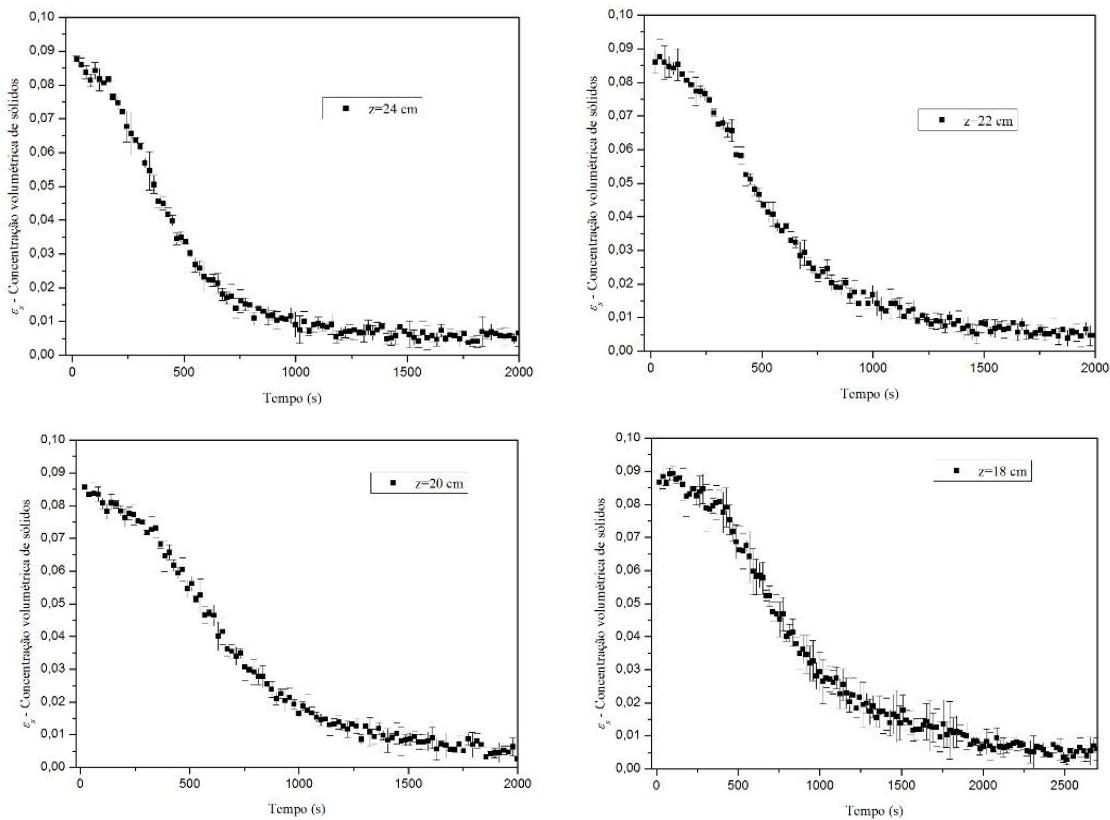
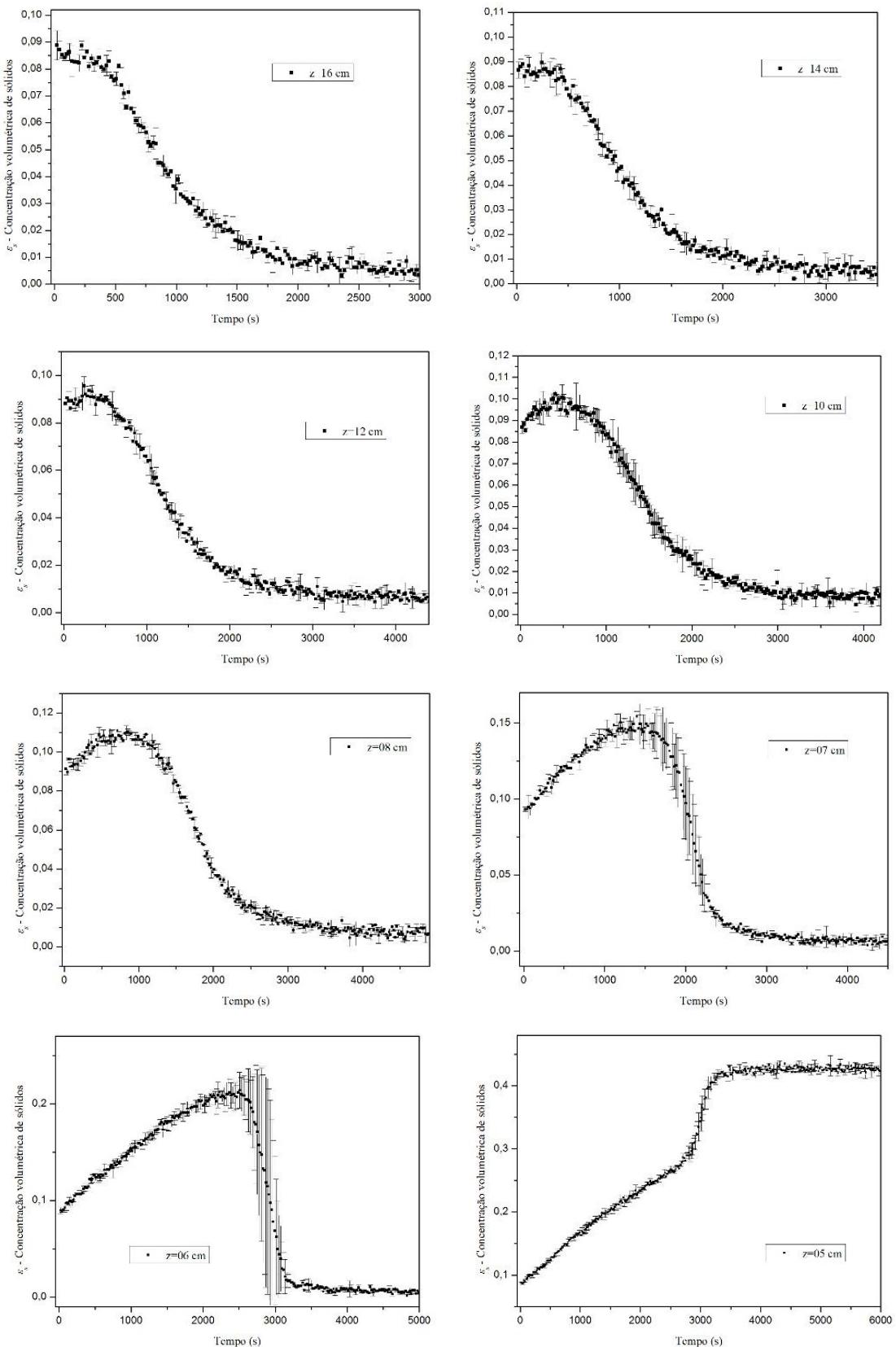


Figura B.1 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GL 0,2% m/m ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).





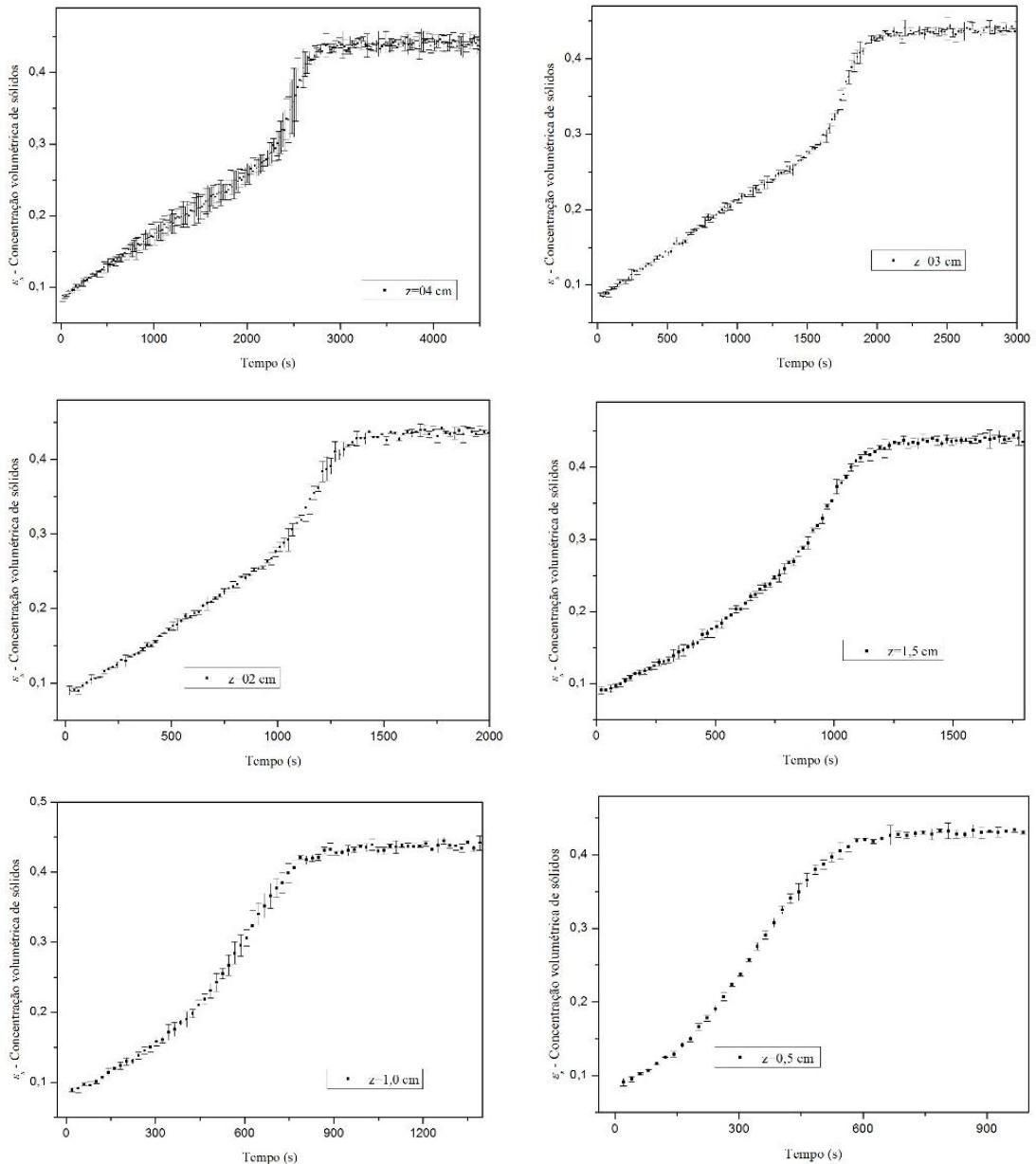
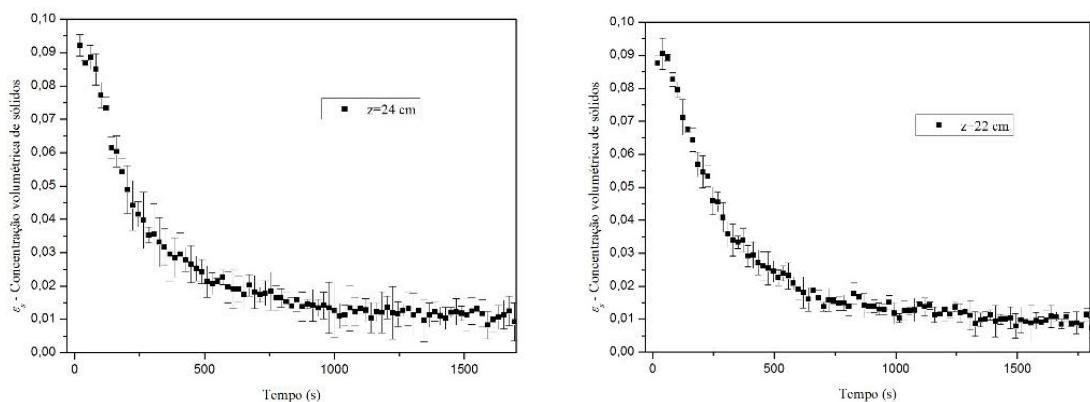
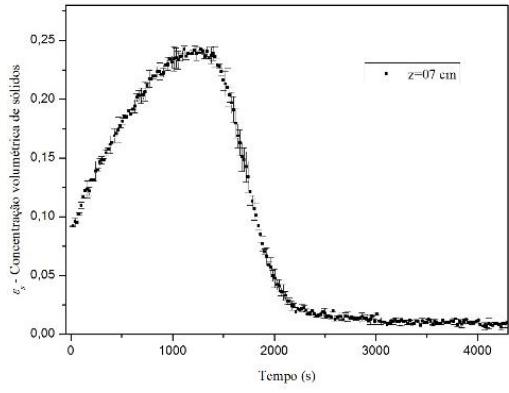
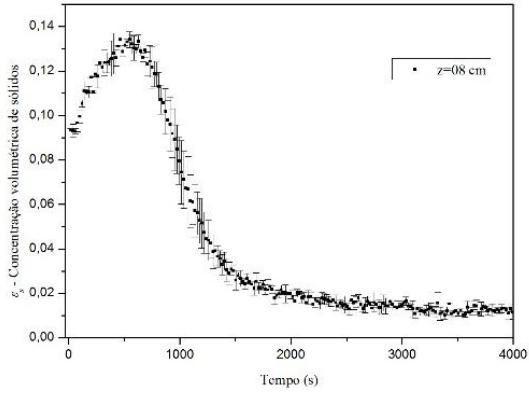
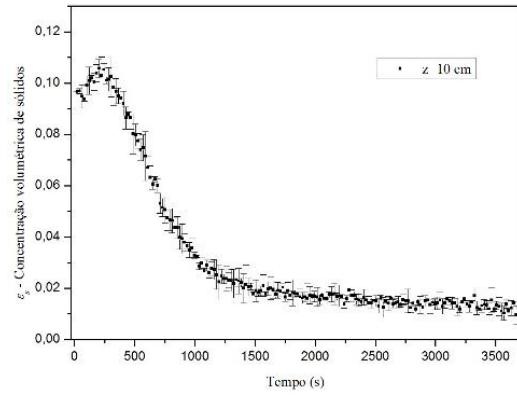
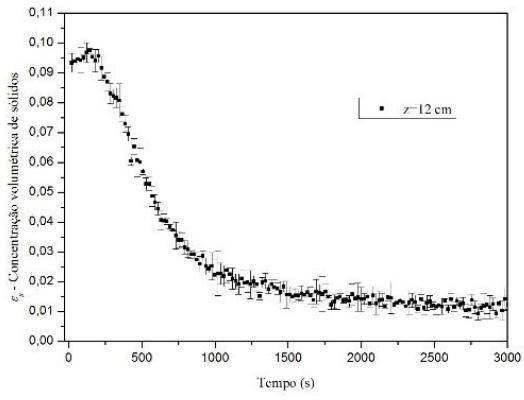
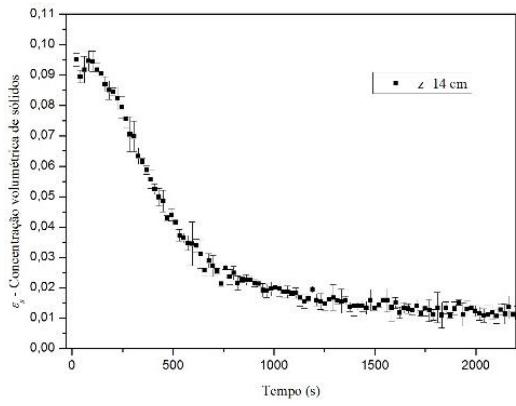
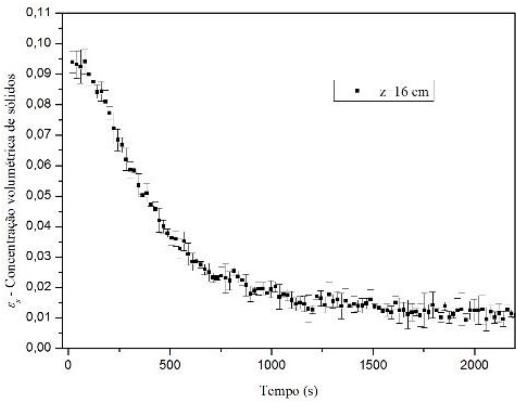
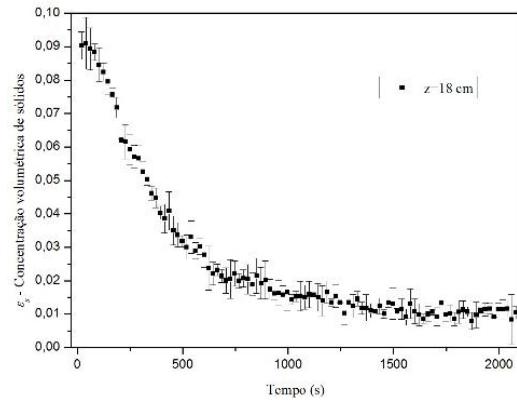
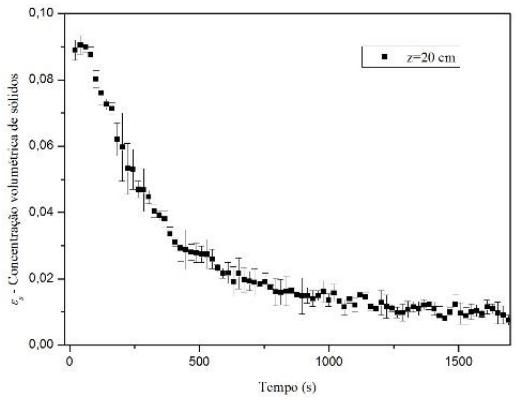


Figura B.2 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em CMC 0,6% m/m ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).





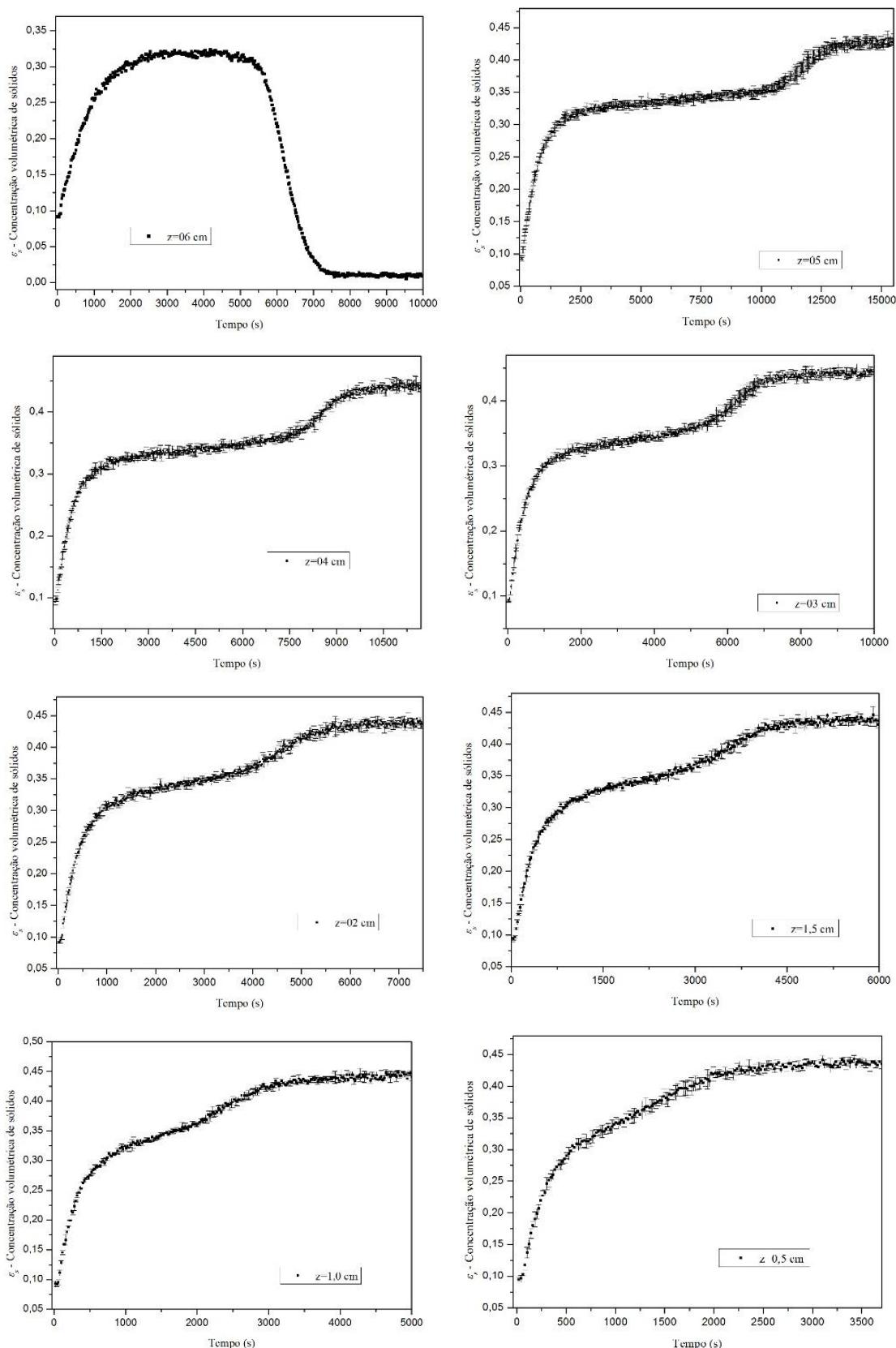


Figura B.3 - Concentração de sólidos em função do tempo para amostras do carbonato de cálcio 150-212  $\mu\text{m}$  sedimentando em GX 0,2% m/m ( $\varepsilon_{s0}=9\%$ ).