



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**CÁLCULO DA TENSÃO NOS SÓLIDOS PARA O ESPESSAMENTO E
FILTRAÇÃO DE CARBONATO DE CÁLCIO EM SUSPENSÕES DE
FLUIDOS NEWTONIANOS E PSEUDOPLÁSTICOS**

HELIO DE OLIVEIRA JUNIOR

Uberlândia – MG

2014



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



**CÁLCULO DA TENSÃO NOS SÓLIDOS PARA O ESPESSAMENTO E
FILTRAÇÃO DE CARBONATO DE CÁLCIO EM SUSPENSÕES DE
FLUIDOS NEWTONIANOS E PSEUDOPLÁSTICOS**

HELIO DE OLIVEIRA JUNIOR

Prof. Dr. Fábio de Oliveira Arouca

Orientador – PPG-EQ/UFU

Prof. Dr. João Jorge Ribeiro Damasceno

Co-Orientador – PPG-EQ/UFU

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

Uberlândia – MG

2014

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

O48c Oliveira Junior, Hélio de, 1986-
2014 Cálculo da tensão nos sólidos para o espessamento e filtração de
carbonato de cálcio em suspensões de fluidos newtonianos e
pseudoplásticos / Hélio de Oliveira Junior. - 2014.
115 f. : il.

Orientador: Fábio de Oliveira Arouca.
Coorientador: João Jorge Ribeiro Damasceno
Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Uberlândia,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.
Inclui bibliografia.

1. Engenharia Química - Teses. 2. Sedimentação e depósitos - Teses.
3. Sólidos - Teses. 4. Fluidos não-newtonianos - Teses. I. Arouca, Fábio
de Oliveira, 1977 - II. Damasceno, João Jorge Ribeiro. III. Universidade
Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Química. IV. Título.

CDU: 66.0

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 24 DE JULHO DE 2014.

BANCA EXAMINADORA:



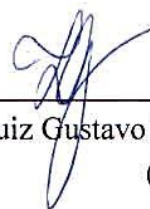
Prof. Dr. Fábio de Oliveira Arouca
Orientador (PPGEQ /UFU)



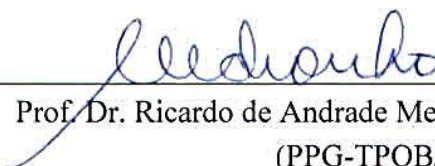
Prof. Dr. João Jorge Ribeiro Damasceno
Coorientador (PPGEQ/UFU)



Profª. Drª. Érika Ohta Watanabe
(PPGEQ/UFU)



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



Prof. Dr. Ricardo de Andrade Medronho
(PPG-TPQB/UFRJ)

DEDICATÓRIA

Aos meus pais Helio de Oliveira e Joscelina Ferreira Alves de Oliveira que sempre me apoiaram e acreditaram em mim e com muito amor me ensinaram verdadeiros valores de vida.

AGRADECIMENTOS

Quero agradecer a minha esposa Juliana, que em tudo esteve ao meu lado, dedicando a mim e me ensinando o verdadeiro significado do companheirismo e do amor.

Agradeço a minha tia Maria Luzia de Oliveira que me acolheu por todo este tempo, com muito amor, me ensinando a verdadeira sabedoria e a fé no nosso verdadeiro Jesus Cristo.

Também ao meu amigo Fabio Arouca que com muita paciência confiou em mim e em meu trabalho me ensinando valores de vida, honra e dignidade.

Ao professor Damasceno, pessoa que muito respeito e admiro e, como brinco com os colegas, quando crescer, quero ser igual a ele.

Ao meu amigo Bruno que em muito colaborou para tornar esta jornada menos dispendiosa, levando para dentro do laboratório leveza, amizade, bom humor e conhecimento.

Aos amigos Adriana Magione, Débora Beatriz, Aline Marques, Deivid Marques, Felipe, Verônica e Dona Olezia, pelas colaborações a este trabalho, pessoas estas estimáveis na amizade.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE TABELAS	viii
SIMBOLOGIA.....	ix
RESUMO	xii
ABSTRACT	xiii
INTRODUÇÃO	1
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	7
2.1. Modelo Proposto por Kynch (1952)	8
2.2. Outros Trabalhos Relevantes para Sedimentação em Batelada.....	12
2.3. Teoria da Filtração com Formação de Torta e Teoria Simplificada da Filtração.	18
MATERIAIS E MÉTODOS	25
3.1. Sistema Experimental para Testes de Sedimentação em Batelada	25
3.2. Uso do Am^{241} e Densidade Superficial da Suspensão $(\sigma X)_{\text{susp}}$	32
3.3. Otimização do Sistema Experimental	35
3.3.1. Voltagem ótima da fonte de alta tensão	35
3.3.2. Ajuste do intervalo de energia do discriminador.....	36
3.3.3. Tempo de resolução do sistema.....	37
3.3.4. Ajuste do intervalo de tempo das contagem de pulsos (Cp)	38
3.3.5. Avaliação da interferência de variações na espessura do tubo de teste nos experimentos	41
3.4. Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG).....	45
3.4.1. A equação de Lambert.....	45
3.4.2. Intervalo de máxima sensibilidade da TARG	47
3.4.3. Obtenção da curva de calibração.....	50
3.5. Propriedades Físico-Químicas do Sólido	51
3.6. Curva Reológica da Solução Aquosa de Goma Xantana.	53
3.7. Obtenção das Equações Constitutivas para Espessamento, Tensão nos Sólidos e Permeabilidade.....	55
3.7.1. Uso da TARG para obtenção das equações constitutivas para tensão nos sólidos e permeabilidade em fluido newtoniano.....	55
3.7.2. Uso da TARG para obtenção das equações constitutivas para tensão nos sólidos em fluido não-newtoniano.	57

3.7.3. Modelos atribuídos às equações constitutivas para perfil de concentração, permeabilidade e tensão nos sólidos.	58
3.8. Unidade Experimental de Filtração em Alta Pressão.....	59
3.9. Obtenção da Concentração Volumétrica e Tensão nos Sólidos em Altas Pressões.....	62
RESULTADOS E DISCUSSÃO	65
4.1. Testes preliminares.....	65
4.2. Determinação Equações Constitutivas para Suspensões de Carbonato em Água.	68
4.3. Determinação das Equações Constitutivas em Altas Pressões.....	82
4.4. Determinação Equações Constitutivas para Fluidos não-newtonianos.	87
CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	95
5.1. Conclusões.	95
5.2. Sugestões de Trabalho Futuros.	96
REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS	97
APÊNDICE A - Valores da contagem de pulsos de referencial (R0) corrigida para diversas posições ao longo do tubo de teste	99

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Processo de perfuração de poços de petróleo.....	1
Figura 1.2: Formação do reboco em poços.....	2
Figura 1.3: Prospeção do Brasil em águas profundas (Site Petrobrás).....	3
Figura 2.1: Curva de equi-concentração prevista pela teoria de Kynch (1952).....	10
Figura 2.2: Regiões da sedimentação em batelada.....	11
Figura 2.3: Comparação entre sedimentos compressível (A) e incompressível (B).....	12
Figura 2.4: Filtração plana com formação de torta (MASSARANI, 2002).....	18
Figura 3.1: Sistema geral da unidade experimental de aplicação de radioisótopos.....	25
Figura 3.2: Bloco chumbo com amerício ²⁴¹ enclausurado.....	26
Figura 3.3: Válvula fotomultiplicadora (A) acoplada ao módulo cintilador (B) e blocos de chumbo (C).....	27
Figura 3.4: Coluna de sedimentação e fonte-sistema de detecção de radiação.....	28
Figura 3.5: Módulos do sistema de detecção.....	29
Figura 3.6: Esquema do sistema de detecção de raios γ	30
Figura 3.7: Ilustração do tubo de teste.....	31
Figura 3.8: Agitador axial para homogeneização de suspensões.....	31
Figura 3.9: Detalhamento dos módulos do sistema de detecção.....	36
Figura 3.10: Espectro de emissão do amerício ²⁴¹ determinado por Arouca (2007).....	37
Figura 3.11: Comportamento da contagem de pulsos em diversos intervalos de tempo.....	40
Figura 3.12: Desvios percentuais para variados intervalos de tempo de contagem de pulsos.....	41
Figura 3.13: Contagem de pulsos ao longo do recipiente contendo água destilada.....	42
Figura 3.14: Intervalo de confiança do teste de Fisher.....	44
Figura 3.15: Técnica de difração de raio laser.....	52
Figura 3.16: Distribuição de tamanho de partículas de CaCO ₃	53
Figura 3.17: Curva de fluxo, viscosidade e aplicação dos modelos (MELO, 2008).....	54
Figura 3.18: Histerese, para fluido preparado com 0,1% de goma xantana (MELO, 2008).....	54
Figura 3.19: Unidade de filtração HTHP.....	60
Figura 3.20: Dispositivo de filtração em alta pressão.....	61
Figura 3.21: Controle de pressão da unidade de filtração em alta pressão.....	62

Figura 4.1: Determinação da voltagem ótima.....	66
Figura 4.2: Curva de calibração para o carbonato de cálcio.....	68
Figura 4.3: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$ em condição de não escoamento.....	69
Figura 4.4: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$ após percolação da água.....	70
Figura 4.5: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$	73
Figura 4.6: Permeabilidade para suspensão aquosa de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$	75
Figura 4.7: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11\%$ em condição de não escoamento.....	77
Figura 4.8: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11$ e 12% em condição de não escoamento.....	78
Figura 4.9: Comparação entre os perfis de concentração para concentrações iniciais 11 e 12% sob condição de não escoamento.....	79
Figura 4.10: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11\%$	80
Figura 4.11: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11$ e 12%	81
Figura 4.12: Representação gráfica de t/V em função do volume acumulado (Réplica A).....	83
Figura 4.13: Torta formada na unidade de filtração HTHP.....	84
Figura 4.14: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio em altas pressões.....	85
Figura 4.15: Comparação entre técnicas para pressão nos sólidos.....	86
Figura 4.16: Distribuição de concentração para suspensão de carbonato em goma xantana e água.....	88
Figura 4.17: Comportamento do parâmetro b da Equação (4.14) em relação ao tempo de sedimentação.....	91
Figura 4.18: Estimativa de tendência do perfil de concentração em goma xantana para 30 dias.....	92
Figura 4.19: Pressão nos sólidos para sedimentos em fluido newtoniano e não-newtoniano.....	93

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1- Coeficientes de atenuação mássico para raios gama com energia de 60 KeV.....	33
Tabela 3.2: Valore teóricos de $(\sigma X)_{susp}$ para suspensões aquosas de carbonato de cálcio.....	34
Tabela 3.3: Contagem de pulsos médio para diferentes intervalos de tempo.....	39
Tabela 3.4: Definição de regiões no recipiente para o teste de hipótese.....	43
Tabela 3.5: Resultados do teste comparativo F de Fisher para regiões do tubo de teste.....	43
Tabela 4.1: Determinação de tempo de resolução do sistema.....	67
Tabela 4.2: Parâmetro determinados para Equação (4.3), obtidos em experimentos sob condição de não escoamento.....	71
Tabela 4.3: Parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980) para pressão nos sólidos ($\varepsilon_{s0}=12\%$).....	73
Tabela 4.4: Parâmetros dos modelos para permeabilidade para solução aquosa de carbonato $\varepsilon_{s0} = 12\%$	76
Tabela 4.5: Parâmetros da Equação (4.3).....	77
Tabela 4.6: Coeficientes da Equação (4.9), com $0 \leq \zeta \leq 1$	79
Tabela 4.7: Parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980) para pressão nos sólidos ($\varepsilon_{s0}=11$ e 12%).....	82
Tabela 4.8: Parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980) para filtração em altas pressões.....	85
Tabela 4.9: Parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980) para combinação entre técnica.....	87
Tabela 4.10: Parâmetros do ajuste da Equação (4.14) para os dados obtidos a partir de ensaios com suspensões de goma xantana.....	89
Tabela 4.11 Parâmetros do ajuste da Equação (4.14) para os dados obtidos a partir de ensaios com suspensão aquosa.....	89
Tabela 4.12: Parâmetros da Equação (4.15) para sedimentação em suspensão da goma xantana.....	90
Tabela A1: Média da contagem de pulsos para diversas posições do recipiente de teste.....	99

SIMBOLOGIA

Os símbolos utilizados neste trabalho foram:

a	- parâmetro da Equação (3.34) de Arouca (2003)	$M^0 L^{-1} T^0$
A	-área	$M^0 L^2 T^0$
b	-parâmetro da Equação (3.34) de Arouca (2003)	$M^0 L^{-1} T^0$
b	-vetor intensidade de campo	$M^0 L T^0$
B	-inclinação da curva de calibração	$M^0 L^0 T^0$
C	-Concentração mássica da suspensão	$M^0 L T^0$
c_0	-parâmetro da Equação (3.41)	$M^0 L^2 T^0$
c_1	-parâmetro da Equação (3.41)	$M^0 L^2 T^0$
CP	-contagem de pulsos	$M^0 L^0 T^{-1}$
d	-diâmetro característico	$M^0 L T^0$
d'	-parâmetro do modelo RRB	$M^0 L T^0$
d_{50}	-diâmetro que correspondente a fração volumétrica de 50%	$M^0 L T^0$
f_i	- fator característico do constituinte i	$M^0 L T^0$
F_i	-força que atua no componente i	$M^0 L T^{-2}$
g	-constante gravitacional	$M^0 L T^{-2}$
I	-intensidade do feixe após a passagem pelo meio físico	$M^0 L T^0$
I_A	-contagem de pulsos que atravessam o bloco A	$M^0 L T^0$
I_{AB}	- contagem de pulsos que atravessam o bloco A e B	$M^0 L T^0$
I_B	- contagem de pulsos que atravessam o bloco B	$M^0 L T^0$
I_G	-medida do <i>background</i>	$M^0 L T^0$
I_0	-intensidade do feixe antes da passagem pelo meio físico	$M^0 L T^0$
k	-permeabilidade do meio poroso	$M^0 L^2 T^0$
k_0	-parâmetro da equação de Tiller e Leu (1980) para K	$M^0 L^2 T^0$
k_m	-permeabilidade do meio filtrante	$M^0 L^2 T^0$
L	-altura máxima da coluna de sedimento	$M^0 L T^0$
l	-vetor campo de interação	$M^0 L T^0$
m	-força resistiva	$M^1 L^{-2} T^{-2}$
m	-massa	$M^1 L T^0$
m_{susp}	-massa da suspensão	$M^1 L T^0$
n	-parâmetro do modelo RRB	$M^0 L T^0$
P	-pressão no poro	$M^0 L T^0$
p_{s0}	-pressão do sólido em ε_{s0}	$M^1 L T^{0-2}$
p_{sc}	-pressão crítica	$M^1 L^{-1} T^{-2}$

p_a	-parâmetro da equação de Tiller e Leu (1980) para P_s	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
p_f	-pressão no líquido	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
P	-pressão (parte arbitrária do tensor)	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
p_i	-pressão no constituinte i	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
P_s	-pressão nos sólidos	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
$p_{(z,t)}$	-pressão na posição e z no tempo t	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
p_T	-pressão total	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
q	-velocidade superficial da mistura	$M^0 L^1 T^{-1}$
q_f	-velocidade superficial do líquido	$M^0 L^1 T^{-1}$
q_s	-velocidade superficial do sólido	$M^0 L^1 T^{-1}$
R	-contagem corrigida de pulsos	$M^0 L^0 T^{-1}$
R_m	-resistência do meio filtrante	$M^0 L^{-1} T^0$
R_0	-contagem corrigida de pulsos (branco da proveta)	$M^0 L^0 T^{-1}$
S	-superfície	$M^0 L^0 T^0$
SM	-função de suavização da malha (<i>Moving Mesh</i>)	$M^0 L^0 T^0$
t	-tempo	$M^0 L^0 T^1$
t_c	-tempo de contagem de pulsos	$M^0 L^0 T^1$
T_i	-tensor tensão no constituinte i	$M^1 L^{-1} T^{-2}$
V	-volume da mistura	$M^0 L^3 T^0$
V_{susp}	-volume da suspensão	$M^3 L^0 T^0$
v_f	-velocidade intersticial do líquido	$M^0 L^1 T^{-1}$
V_f	-volume do líquido	$M^0 L^3 T^0$
v_i	-velocidade intersticial do componente i	$M^0 L^1 T^{-1}$
$V(\varepsilon_{s0})$	-velocidade das equi-concentrações na concentração inicial	$M^0 L^1 T^{-1}$
$V(\varepsilon_{sm})$	-velocidade das equi-concentrações na concentração máxima	$M^0 L^1 T^{-1}$
$V(\varepsilon_s)$	-velocidade das equi-concentrações	$M^0 L^1 T^{-1}$
v_{s0}	-velocidade inicial intersticial do sólido	$M^0 L^1 T^{-1}$
v_s	-velocidade intersticial do sólido	$M^0 L^1 T^{-1}$
V_s	-volume do sólido	$M^0 L^0 T^0$
V	-volume de filtrado	$M^3 L^0 T^0$
x	-variável espacial	$M^0 L^1 T^0$
X	-densidade superficial	$M^0 L^0 T^0$
y	-espessura do meio físico	$M^0 L^1 T^0$
Y	-fração mássica das partículas	$M^0 L^0 T^0$
z	-posição	$M^0 L^1 T^0$
z_0	-altura da coluna de líquido	$M^0 L^1 T^0$
α	-resistividade local	$M^{-1} L^1 T^0$
ρ_i	-mássica específica do constituinte i	$M^1 L^{-3} T^0$
$1/\beta$	-parâmetro da equação de Tiller e Leu (1980) para P_s	$M^0 L^0 T^0$
Δp	-queda de pressão	$M^1 L^{-1} T^{-2}$

ε_{fc}	-porosidade crítica	$M^0 L^0 T^0$
ε_{s0}	-concentração volumétrica inicial	$M^0 L^0 T^0$
ε_{sc}	-parâmetro da equação de Tiller e Leu (1980)	$M^0 L^0 T^0$
ε_{sf}	-concentração da alimentação	$M^0 L^0 T^0$
ε_{sm}	-concentração máxima do sólido	$M^0 L^0 T^0$
ε_{su}	-concentração da lama	$M^0 L^0 T^0$
ε_f	-porosidade	$M^0 L^0 T^0$
ε_i	-fração volumétrica do constituinte i	$M^0 L^0 T^0$
ε_s	-concentração volumétrica de sólidos	$M^0 L^0 T^0$
ℓ_m	-espessura do meio filtrante	$M^0 L^1 T^0$
η	-parâmetro da equação de Tiller e Leu (1980) para K	$M^0 L^0 T^0$
γ	-função isotrópica escalar	$M^0 L^0 T^0$
μ	-viscosidade do líquido	$M^1 L^{-1} T^{-1}$
ω_f	-fração mássica do líquido	$M^0 L^0 T^0$
ω_i	-fração mássica do constituinte i	$M^0 L^0 T^0$
ω_s	-fração mássica do sólido	$M^0 L^0 T^0$
ρ_f	-massa específica do líquido	$M^1 L^{-3} T^0$
ρ_s	-massa específica do sólido	$M^1 L^{-3} T^0$
σ_i	-coeficiente de atenuação mássico do constituinte i	$M^{-1} L^2 T^0$
σ	- coeficiente de atenuação mássico da mistura	$M^{-1} L^2 T^0$
$(\sigma X)_{\text{ susp}}$	-densidade superficial da suspensão	$M^0 L^0 T^0$
τ	-tempo morto	$M^0 L^0 T^1$
ζ	-adimensional da posição z	$M^0 L^0 T^0$

RESUMO

A filtração e o espessamento de sistemas particulados são utilizados em muitos processos industriais que envolvem princípios de separação sólido-líquido, como tanques de sedimentação, filtros, na perfuração de poços de petróleo, entre outros. Este trabalho tem como objetivo, avançar nos mecanismos empíricos envolvidos nos processos de separação sólido-líquido e obter equações constitutivas que relacionam a pressão nos sólidos e a permeabilidade em meios porosos a partir de fluidos newtonianos e não-newtonianos. Além disso o processo de compactação do sedimento em fluidos não-newtonianos assim como a obtenção equações constitutivas para alta pressões nos sólidos. Nas experiências foram utilizadas soluções aquosas de goma de xantana 0,1% de concentração em peso, a fim de garantir uma solução não-newtoniana. Para a preparação das suspensões, foi utilizado carbonato de cálcio como material particulado envolvido no processo de separação numa concentração inicial de 11 e 12% em volume. Os testes de sedimentação foram levados a termo e os sedimentos resultantes a partir de cada teste foram avaliados por meio da utilização da Técnica de Atenuação Raios Gama (TARG) que é uma técnica não destrutiva. O sedimento concentrado e estabilizado manteve-se entre 30 e 48% em volume. Ensaio em altas pressões foram efetuados em um filtro comercial tipo HTHP com capacidade de 400 mL, onde a concentração da suspensão utilizada foi de 5% em volume. Os resultados mostram que a TARG foi eficaz para determinar as distribuições de concentração de sedimentos formados a partir de soluções newtonianas e não-newtonianas, permitindo obter equações constitutivas para a pressão nos sólidos, permeabilidade do meio poroso bem como obter a distribuição de compactação do sedimento como função da posição e do tempo, mostrando que o comportamento da sedimentação em fluido newtoniano e não newtoniano apresentam distribuição de concentração de sólidos similares já o tempo de sedimentação bastante distintos.

Palavras-chave: Sedimentação, não-Newtoniano, permeabilidade, pressão nos sólidos.

ABSTRACT

The study of the filtration and thickening of particulate systems are used in many industrial processes that involve processes of solid-liquid separation, such as settling, filters, tanks, in the drilling of oil wells, among others. This paper aims to move forward in the empirical mechanisms involved in the processes of solid-liquid separation and to obtain constitutive equations that relate the pressure and permeability in porous solids from fluids Newtonian and non-Newtonian media, studying the process of sediment compaction in non-Newtonian fluids and constitutive equations to obtain high pressures in the solids. Aqueous solutions of xanthan gum concentration of 0.1% by weight were used in the experiments, in order to ensure a non-Newtonian solution. For the preparation of suspensions, was used as calcium carbonate particulate material in the separation process involved an initial concentration of 11 to 12% by volume. The settling tests were carried to term and the resulting pellets from each assay were evaluated by using the attenuation technique Gamma (TARG) which is a non-destructive technique based on measuring the attenuation of gamma rays. The concentrated sediment and remained stable between 30 and 48% by volume. Assays were performed at high pressures in a commercial HTHP filter type with a capacity of 400 ml, where suspension concentration used was 5% by volume. The results show that TARG was effective in determining sediment concentration distributions formed from Newtonian and non-Newtonian solutions, allowing for constitutive equations to obtain the solids pressure, permeability of the porous medium as well as to obtain the distribution of compaction of the sediment as a function of position and time, showing that sedimentation behavior of Newtonian and non-Newtonian fluid exhibit similar concentration distribution of solids settling time already quite distinct.

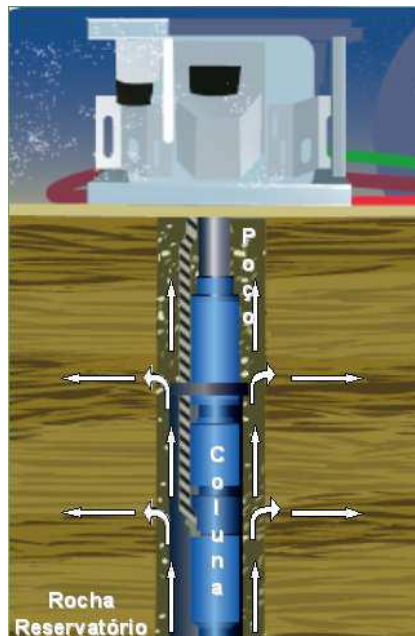
Keywords: Sedimentation, non-Newtonian, permeability, pressure on solids.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Os processos de separação, principalmente aqueles que envolvem sólido-líquido são largamente utilizados, já que projetos cada vez mais precisos de espessadores, sedimentadores, transporte hidráulico, unidades de filtração e centrifugadores e são necessários nos processos industriais. Dado que certa parte das unidades de separação sólido-líquido empregam em seu processamento fluidos não-newtonianos como os pseudoplásticos faz-se necessário o conhecimento mais aprofundado do comportamento de particulados nestes fluidos, uma vez que, não são encontrados na literatura muitos trabalhos referentes a este assunto.

A perfuração de poços de petróleo é um processo que exige o conhecimento sobre os sistemas particulados em fluidos não-newtonianos, pois os fluidos de perfuração injetados no interior da sonda tem como objetivo arrastar detritos do processo de perfuração até a superfície do poço, conforme mostra a Figura 1.1.



Fonte: (ARAÚJO, 2010)

Figura 1.1: Processo de perfuração de poços de petróleo.

Os fluidos com características não-newtonianas, devem ter as seguintes propriedades:

1. Manter os particulados em suspensão em caso de paradas operacionais impedindo que os mesmos se sedimentem travando a broca no fundo do poço.
2. Impedir a filtração cruzada que é a invasão de fluido de perfuração para o interior das rochas.
3. Manter em suspensão partículas utilizadas para o estancamento de fissuras da formação rochosa.
4. Ter boa estabilidade ao processamento efetuado para remoção dos particulados oriundos do processo de perfuração.

Estas exigências impostas ao fluido de perfuração ao ser submetido a altas pressões são necessárias, pois ele tende a fluir para o interior das rochas através de suas fissuras ou poros. Para que este problema seja minimizado são adicionados ao fluido, agentes obturantes como o carbonato de cálcio que formarão um reboco na seção anular entre a sonda e o poço atenuando o escoamento radial. A Figura (1.2) descreve a formação do reboco.

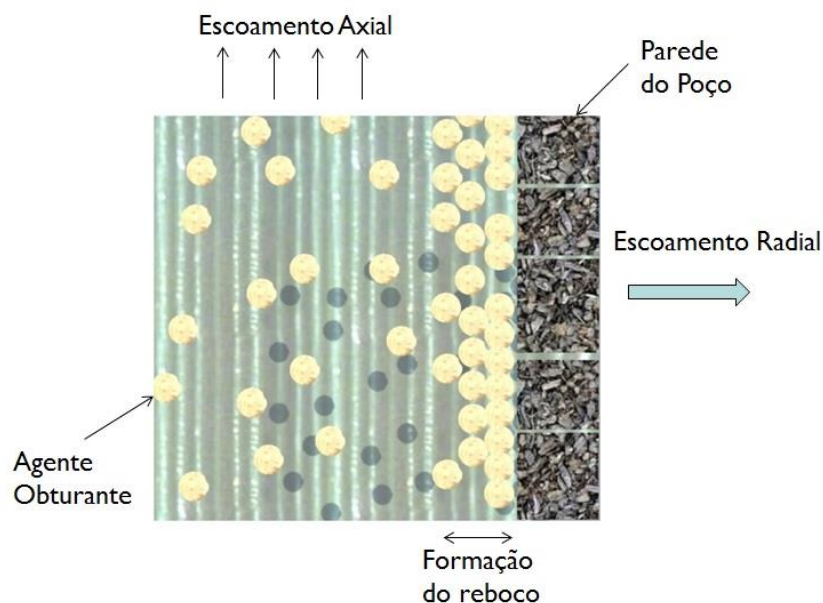


Figura 1.2: Formação do reboco em poços.

O conhecimento quantitativo dos fenômenos que envolvem a sedimentação e filtração em fluidos não-newtonianos são de suma importância para o desenvolvimento de processos e equipamentos que utilizem tais fluidos bem como na solução de problemas

industriais. Outro fator que justifica a importância deste estudo é desenvolvimento na exploração de petróleo em águas profundas.

Como pode ser observado na Figura 1.3 nos últimos anos o Brasil obteve o aumento expressivo na profundidade da exploração de petróleo atingindo em 2007 a profundidade de 7000 metros na Bacia de Santos (Tupi).

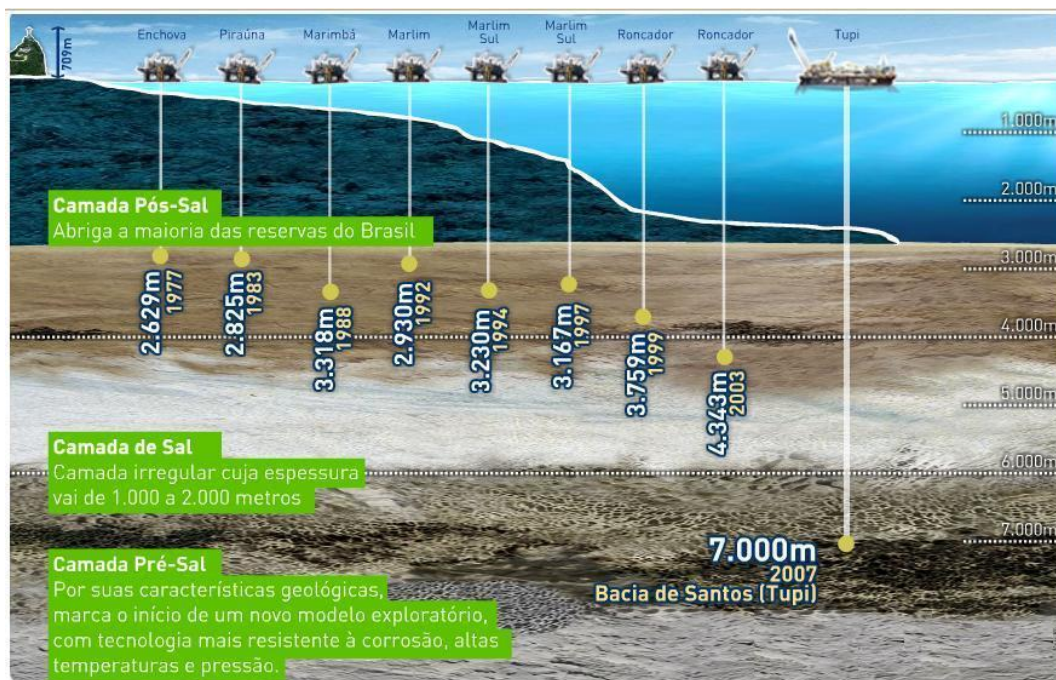


Figura 1.3: Prospecção do Brasil em águas profundas (Site Petrobrás).

Por suas características reológicas tal profundidade marca o início de um novo modelo de exploração, com tecnologias mais resistentes a corrosão, altas temperaturas e pressão. Consequentemente maiores são as exigências impostas ao fluido de perfuração quanto as suas características apresentadas anteriormente e se faz necessário o conhecimento mais aprofundado da sua influencia no processo de sedimentação e arraste de particulados.

Objetivo Geral

Portanto, este trabalho visou estudar sedimentação e compactação de sedimentos em fluidos newtonianos em baixas e altas pressões e efetuar uma comparação com sistemas não-newtonianos, conduzindo a equações constitutivas para pressão nos sólidos e espessamento. O uso destas equações é importante na simulação de processos, projetos de equipamentos e na caracterização da sedimentação em fluidos não-newtonianos.

Objetivos Específicos

- Avaliar a compactação de tortas em fluidos não-newtonianos equiparando com sistema newtonianos.
- Determinar equações constitutivas, para uma ampla faixa de pressões (Situações reais).
- Estudar a influência de fatores múltiplos (concentração de entrada, variações na reologia do fluido)
- Aplicar a técnica TARG que permite avaliar o perfil de concentração com rapidez e precisão propostas por (DAMASCENO, 1992) para fluidos não-newtoniano.

Nos ensaios, a técnica empregada foi a TARG (Técnica de Atenuação de Raios Gama), que consiste em utilizar a radiação gama para determinar as concentrações volumétricas e parâmetros característicos para a tensão no sólido e permeabilidade em meios porosos consolidados. Os valores médios encontrados estavam em função da altura do sedimento e da concentração volumétrica.

A Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo permite conhecer o comportamento de sistemas sólido-líquido. Tal teoria mostra que cada partícula do fluido ocupa o mesmo espaço quando comparado ao espaço utilizado por outros componentes da mistura, caracterizando esse fluido como contínuo.

Esta teoria é de extrema importância, pois a partir dela e do conhecimento das concentrações do sólido, pode-se determinar equações constitutivas para o processo de sedimentação de sistemas particulados. Estas equações tem como finalidade determinar o sistema, permitir a simulação do processo operacional e obter a concentração volumétrica, a permeabilidade e a pressão gerada no sólido.

A principal contribuição do trabalho sob o ponto de vista experimental ocorre pela execução de testes estáticos para o monitoramento de sedimentos sólido-líquido, tal como na sedimentação gravitacional em batelada. Tais ensaios permitem a determinação de distribuições de concentrações locais de sólidos como função da posição e do tempo em recipientes de testes.

A estrutura do trabalho está distribuída da seguinte forma:

Capítulo 2: apresenta uma revisão bibliográfica referente aos principais trabalhos sobre a sedimentação em batelada e sua importância no contexto deste trabalho.

Capítulo 3: apresenta a descrição detalhada dos materiais e métodos utilizados no desenvolvimento do trabalho experimental.

Capítulo 4: aponta e discute os resultados obtidos no estudo teórico-experimental da sedimentação gravitacional em batelada.

Capítulo 5: apresenta as principais conclusões obtidas neste trabalho, assim como sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentados os trabalhos mais relevantes no que diz respeito à contribuição ao estudo da sedimentação em campo gravitacional e filtração em meios porosos. Mesmo diante de uma grande variedade de artigos sobre o tema serão abordados aqui os mais correlacionados com este trabalho, com foco no comportamento de sedimentos em suspensões.

No que diz respeito a processos industriais, os processos de separação sólido-líquido são os mais empregados. Os projetos de sedimentadores com base científica começaram a se consolidar com trabalhos de Mishler (1912) que propôs que a área da seção transversal do equipamento fosse calculada a partir da velocidade ascensional do líquido, supostamente igual à velocidade de sedimentação das partículas.

Coe e Clevenger (1916) propuseram uma metodologia para o projeto de sedimentadores baseado em ensaios de sedimentação em batelada. Em cada ensaio de concentração inicial conhecida, eram efetuadas medidas da velocidade inicial de sedimentação e da concentração da lama. Com os testes de sedimentação em proveta, para uma ampla faixa de concentração, que varia da concentração de alimentação do sedimentador até a concentração de retirada na lama, os autores chegaram a Equação (2.1).

$$q_s = \frac{v_{s0}}{\frac{1}{\varepsilon_{s0}} - \frac{1}{\varepsilon_{su}}} \quad (2.1)$$

sendo q_s a velocidade superficial dos sólidos; ε_{su} e ε_{s0} as concentrações da lama e inicial, respectivamente e v_{s0} a velocidade inicial. Dada a simplicidade da metodologia proposta por Coe e Clevenger (1916) e a ausência de outros trabalhos na área neste período, o método permaneceu em uso por mais de cinquenta anos. Contudo, esta metodologia segundo os

estudos de Comings (1940) *apud* Damasceno (1992) através de experiências em protótipo contínuo, só produz resultados satisfatórios, quando ocorre formação de sedimentos incompressíveis.

2.1. Modelo Proposto por Kynch (1952)

Kynch contribuiu de forma significativa na teoria da sedimentação, através de um equacionamento simples que descreve a sedimentação em batelada, utilizando a equação da continuidade para o constituinte sólido. Baseado no estudo do monitoramento da interface descendente e no conhecimento da concentração inicial, Kynch descreveu a sedimentação de partículas sólidas como um fenômeno de propagação de ondas (KYNCH, 1952).

Kynch admitiu as seguintes hipóteses em seus trabalhos:

- A sedimentação é um fenômeno unidimensional;
- A concentração aumenta com o tempo no sentido do fundo do recipiente;
- A velocidade de sedimentação tende a zero quando a concentração tende ao seu valor máximo;
- A velocidade de sedimentação de todas as partículas na dispersão depende apenas da concentração local de sólidos;
- Os efeitos de parede são desprezíveis;

Aplicando as suposições, Kynch utilizou a equação da continuidade para os sólidos descrevendo o fenômeno na forma unidimensional.

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} = - \frac{\partial q_s}{\partial z} \quad (2.2)$$

A Equação (2.2) descreve que a concentração de sólidos ε_s , que varia continuamente com o tempo, da mesma forma que a velocidade superficial dos sólidos q_s varia com a posição ao longo do recipiente. Logo, pela hipótese de que a velocidade de sedimentação das partículas é função da concentração local, concluiu-se que q_s , dado pela Equação (2.3), também depende apenas de ε_s .

$$q_s = \varepsilon_s v_s \quad (2.3)$$

Sendo v_s a velocidade intersticial de sedimentação dos sólidos.

A velocidade superficial do sólido pode ser interpretada como sendo a quantidade de partículas que atravessam a seção horizontal do recipiente pela área e por unidade de tempo. Então q_s depende apenas da concentração local e sua diferencial no espaço pode ser representado por:

$$\frac{\partial q_s}{\partial z} = \frac{dq_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} \quad (2.4)$$

ao substituir a Equação (2.4) na Equação (2.2) obtém-se:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + V(\varepsilon_s) \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} = 0 \quad (2.5)$$

onde:

$$V(\varepsilon_s) = \frac{dq_s}{d\varepsilon_s} \quad (2.6)$$

Uma vez que as condições iniciais utilizadas por Kynch para solução da Equação (2.4), $\varepsilon_s(t=0, z) = \varepsilon_{s0}$ e $\varepsilon_s(t, z=0) = \varepsilon_{sm}$ com $0 \leq t$ e $0 \leq z \leq z_0$. A Equação (2.5) possui caráter parabólico (AROUCA, 2007), apresentando uma única família de características.

$$V(\varepsilon_s) = \frac{dz}{dt} \quad (2.7)$$

Onde ε_{sm} e ε_{s0} são respectivamente as concentrações iniciais e máximas observadas no processo de sedimentação em batelada e z_0 a altura da coluna de líquido. Desta forma $V(\varepsilon_s)$ representa a velocidade de ascensão de ondas de concentração.

Mesmo que o modelo de Kynch (1952) represente razoavelmente o fenômeno de sedimentação em batelada, sua teoria não descreve a interface descendente uma vez que, somente a interface ascendente é expressa matematicamente pelo modelo, que prevê apenas a propagação de ondas de concentração do fundo do recipiente até o topo do sedimento.

Tal fenômeno de ensaio de sedimentação em batelada pode ser observado na Figura (2.1), na qual a posição da interface superior é função do tempo apresentado pela Equação (2.8).

$$\frac{dz}{dt} = -v_s(\varepsilon_s) \quad (2.8)$$

Conforme condições iniciais e de contorno apresentadas, temos pela Equação (2.8) que no fundo do recipiente ($z = 0$) a concentração de sólidos varia instantaneamente de ε_{s0} até ε_{sm} delimitado pela região (OC). A região delimitada por (OBC) apresenta um feixe de retas com inclinações que variam de $V_k(\varepsilon_{s0})$ até $V_k(\varepsilon_{sm})$ e há uma região na qual a concentração de sólidos permanece constante e igual à concentração local referenciada nos pontos (OAB).

A Figura (2.1) também conhecida como curva de equi-concentração, mostra uma camada ascendente que surge na base do recipiente ($z = 0$) onde a velocidade de sedimentação é nula e a concentração constante.

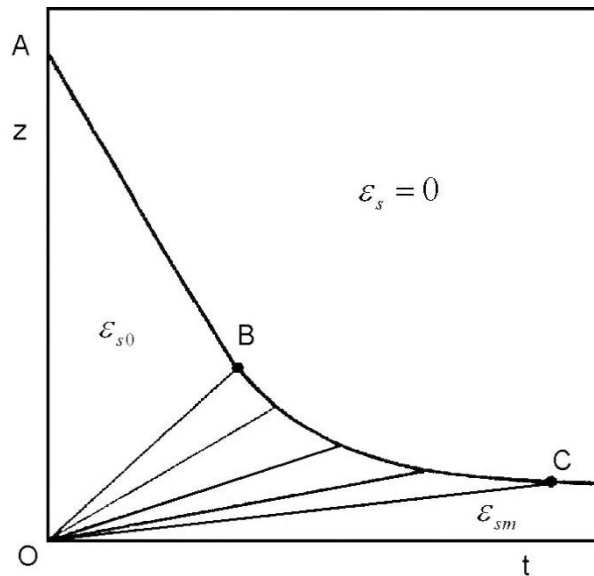


Figura 2.1: Curva de equi-concentração prevista pela teoria de (KYNCH, 1952).

Logo, podemos observar que a teoria de Kynch apresenta quatro regiões distintas, no decorrer do processo de sedimentação que são apresentadas na Figura (2.2).

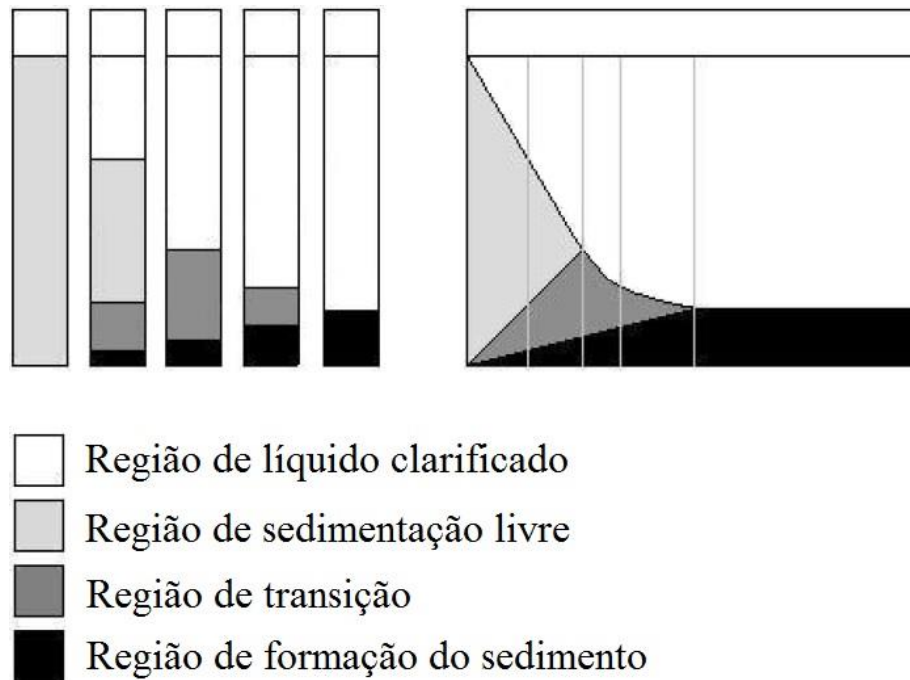


Figura 2.2: Regiões da sedimentação em batelada (DAMASCENO, 1992)

- Região de líquido clarificado, onde a concentração de sólidos é zero ($\varepsilon_s = 0$).
- Região de sedimentação livre, onde a velocidade de sedimentação é constante e igual a inicial ($\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$).
- Região de transição, a velocidade de sedimentação é decrescente, e a concentração varia de ε_{s0} até ε_s .
- Região de formação do sedimento, onde a velocidade de sedimentação é zero e a concentração de sólidos é constante e igual a ε_{sm} .

A facilidade e reprodutibilidade dos experimentos que envolvem a teoria de Kynch, fez com que seu modelo, mesmo tratando de sedimentações em batelada, expandisse para o projeto de sedimentadores contínuos. Isto porque a teoria aborda o calculo da concentração da interface superior em função do tempo de ensaio, produzindo bons resultados principalmente para sedimentos incompressíveis ou suspensões diluídas.

A compressibilidade é característica de cada tipo de material que constitui o sedimento e pode ser influenciada por diversos fatores, como: a esfericidade, a distribuição de tamanho de partícula e sua massa específica.

Sedimentos compressíveis não podem ser descritos por tal teoria, uma vez que a acomodação das partículas envolve forças não abordadas no modelo. Contudo para suspensões reais com concentrações de sólidos menores ou iguais à concentração crítica ε_{sc} , pode ser considerado válido seu modelo. A Figura (2.3) ilustra a diferença entre o sedimento incompressível de Kynch e um sedimento compressível.

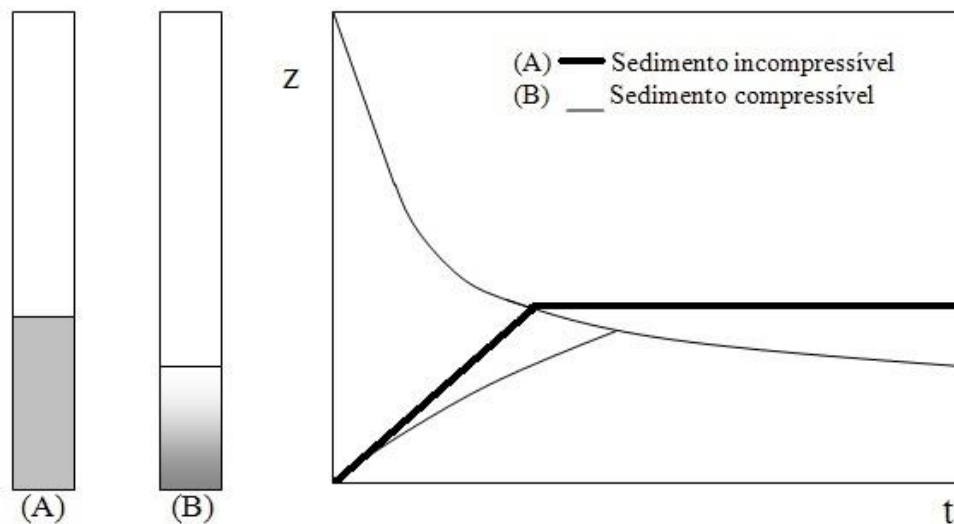


Figura 2.3: Comparação entre sedimentos compressível (A) e incompressível (B). (AROUCA, 2007)

2.2. Outros Trabalhos Relevantes para Sedimentação em Batelada.

D'Ávila (1976) aplicou a Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo para descrever o fenômeno da sedimentação em batelada. Sua teoria pressupõe que cada partícula de suspensão em uma dada região do espaço é ocupada ao mesmo tempo por todos os seus constituintes e o meio é considerado como contínuo.

A grande contribuição de seu trabalho está no fato de que a compressão dos sólidos é levada em consideração no modelo através de duas descontinuidades que se propagam, em sentidos opostos.

D'Ávila (1976) mostrou que, como no fundo do recipiente tanto a velocidade do fluido quanto a velocidade do sólido devem ser nulas, o problema da sedimentação em batelada pode ser abordado apenas pela resolução das equações da continuidade e do

movimento relativas ao sólido, adotando hipóteses constitutivas relativas à tensão nos sólidos e à força resistiva a fim de tornar o sistema determinado. Segundo d'Ávila, os tensores tensões nos constituintes sólido e líquido são funções apenas da porosidade do meio. Com tais suposições aplicou a Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo formulando um modelo matemático que descreve teoricamente o processo de sedimentação em batelada através da resolução do seguinte sistema de equações adimensionalizadas:

$$-M \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial T} + (1 - \varepsilon_f) \frac{\partial V}{\partial Z} - V \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial Z} = 0 \quad (2.9)$$

$$(1 - \varepsilon_f) \left(M \frac{\partial V}{\partial T} + V \frac{\partial V}{\partial Z} \right) + K \frac{dP}{d\varepsilon_f} \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial Z} = -AV + B(1 - \varepsilon_f) \quad (2.10)$$

com seus adimensionais,

$$V = \frac{v_s}{v_{s0}}, \quad T = \frac{t}{t_0}, \quad Z = \frac{z}{z_0}, \quad P = \frac{P_s}{P_{s0}} \quad (2.11)$$

e,

$$M = \frac{z_0}{v_{s0} t_0}, \quad K = \frac{P_0}{\rho_s v_{s0}}, \quad A = \frac{\mu z_0}{\rho_s v_{s0} k(\varepsilon_f)}, \quad B = \frac{(\rho_s - \rho_f) g z_0}{\rho_s v_{s0}^2} \quad (2.12)$$

Com o sistema de equações d'Ávila demonstrou um caráter hiperbólico, prevendo o deslocamento de duas interfaces em sentidos opostos, uma descendente e outra ascendente, representada pelas equações:

$$\frac{dZ}{dT} = \frac{1}{M} \left(V - \sqrt{-K \frac{dP}{d\varepsilon_f}} \right) \quad (2.13)$$

$$\frac{dZ}{dT} = \frac{1}{M} \left(V + \sqrt{-K \frac{dP}{d\varepsilon_f}} \right) \quad (2.14)$$

Concha e Bustos (1987) propuseram uma importante modificação da condição de contorno implícita na teoria de Kynch (1952), que era $\varepsilon_s(z=0, t) = \varepsilon_{sm}$ ou seja para Kynch a

concentração na base da proveta é igual a concentração da lama para qualquer tempo, já a nova condição proposta expressa esta concentração sob forma de derivada.

$$\left. \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} \right|_{z=0} = \frac{(\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s}}, (z=0, t) \quad (2.15)$$

sendo, ε_s a concentração de sólidos, ρ_s é a massa específica dos sólidos, ρ_f é a massa específica do líquido, g aceleração da gravidade e P_s a pressão nos sólidos.

Esta condição foi originada a partir da equação do movimento para o constituinte sólido quando $z = 0$, a velocidade dos sólidos é nula. Com a resolução do problema Concha e Bustos (1987) concluíram que, para suspensões floculentas, os resultados conduzem a valores diferentes dos obtidos com o modelo de Kynch (1952). Os resultados se igualam somente em concentrações de operação inferiores à concentração crítica e também apontaram que no caso de suspensões muito compressíveis, as características não são lineares, como atribuído por Kynch.

Damasceno (1992) propôs uma metodologia para determinação da pressão nos sólidos e permeabilidade a partir do perfil de concentração de sólidos do meio.

A partir da equação da continuidade aplicada para sedimentação em batelada (AROUCA, 2007),

$$\frac{\partial \rho_i \varepsilon_i}{\partial t} + \nabla \cdot \rho_i \varepsilon_i v_i = 0 \quad (2.16)$$

considerando que a sedimentação ocorre em sistemas unidimensional e isotérmicos a equação da continuidade para os constituinte sólidos e líquidos se reduzem a:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} + \varepsilon_s \frac{\partial v_s}{\partial z} &= 0 \\ \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial t} + v_f \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial z} + \varepsilon_f \frac{\partial v_f}{\partial z} &= 0 \end{aligned} \quad (2.17)$$

Em que ε_s e ε_f são as concentrações volumétricas de sólidos e de líquido, respectivamente, v_s é a velocidade intersticial de sólidos e v_f é a velocidade intersticial do líquido.

Somando-se as Equações (2.17) e considerando que $\varepsilon_s + \varepsilon_f = 1$, tem-se:

$$\frac{\partial}{\partial z}(\varepsilon_s v_s + \varepsilon_f v_f) = 0 \quad (2.18)$$

Obtendo a equação do movimento aplicada ao fenômeno da separação sólido-líquido, na qual a força de campo atuante é a aceleração da gravidade (AROUCA, 2007), tem-se:

$$\rho_i \varepsilon_i \left[\frac{\partial v_i}{\partial t} + v_i \cdot \nabla v_i \right] = \rho_i \varepsilon_i b + \nabla \cdot T_i + \rho_i \varepsilon_i l_i \quad (2.19)$$

Em que o índice i faz referência aos constituintes sólido e líquido. Logo, pela terceira lei de Newton tem-se que a soma das forças de interação devem ser nulas.

$$\sum_i \rho_i \varepsilon_i l_i = 0 \quad (2.20)$$

Para o caso específico de sistemas sólido-líquido é comum desdobrar-se a força de interação sobre o líquido em duas parcelas:

$$\rho_s \varepsilon_s l_s = m - \rho_f (1 - \varepsilon_f) b \quad (2.21)$$

Sendo m a força resistiva, que representa a força exercida pelo fluido sobre a matriz porosa excluindo-se a força de empuxo. Assim as equações do movimento para o líquido e sólido são conduzidas pela combinação das equações anteriores:

$$\begin{aligned} \rho_f \varepsilon_f \left[\frac{\partial v_f}{\partial t} + v_f \cdot \nabla v_f \right] &= \nabla \cdot T_f - m + \rho_f g \\ \rho_s \varepsilon_s \left[\frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \cdot \nabla v_s \right] &= \nabla \cdot T_s + m + (\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s \end{aligned} \quad (2.22)$$

Foram consideradas por Damasceno (1992) algumas hipóteses:

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

Logo, considerando que para força resistiva, no caso de um escoamento lento e unidimensional em meios porosos, muitos autores apontam a equação de Darcy.

$$m = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} (v_f - v_s) \quad (2.23)$$

Com μ sendo a viscosidade do fluido e k a permeabilidade do meio poroso. Com tais suposições, as equações da continuidade Equação (2.17) e do movimento Equação (2.22) com termo força resistiva dada pela Equação (2.23) se reduzem a:

$$\frac{d}{dz} (\varepsilon_s v_s) = 0 \quad (2.24)$$

$$\frac{d}{dz} (\varepsilon_f v_f) = 0 \quad (2.25)$$

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} (v_f - v_s) + (\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s \quad (2.26)$$

A integração das Equações (2.24) e (2.25), conduzem as seguintes equações:

$$\varepsilon_s v_s = q_s = cte \quad (2.27)$$

$$\varepsilon_f v_f = q_f = cte \quad (2.28)$$

Aplicando as duas ultimas equações na Equação (2.26) obtém-se.

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} \left(\frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_s}{\varepsilon_s} \right) + (\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s \quad (2.29)$$

Para o caso de um meio poroso estático ($q_s = 0$) formado no interior de um tubo vertical, não ocorrendo percolação de líquido ($q_f = 0$) pelo meio poroso, a Equação (2.29) passa a expressar uma equação constitutiva para pressão nos sólidos, como função do perfil de concentração resumindo $P_s(\varepsilon_s)$,

$$P_s = (\rho_s - \rho_f) g \int_0^L \varepsilon_s(z) dz \quad (2.30)$$

sendo z a distância vertical medida a partir do topo do sedimento de comprimento total L .

Quando há escoamento, sob vazão constante ($q_f \neq 0 = cte$), no interior do sedimento que atravessa uma placa porosa que retém o sedimento ($q_s = 0$), obtemos uma expressão para permeabilidade local, bastando conhecer a nova distribuição de concentração $\varepsilon_s(z)$.

$$k = \frac{\mu q_f}{\frac{d\varepsilon_s}{dz} \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} - (\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s} \quad (2.31)$$

Arouca (2007), com trabalho bem fundamentado e usando a Técnica de Atenuação de Raios Gama proposta por Damasceno (1992), detalhou o comportamento das partículas na sedimentação quando a elas são atribuídas diferentes características como a influência da esfericidade e a da distribuição de tamanhos de partículas na sedimentação e na compactação, chegando às seguintes conclusões:

- Análises do efeito isolado da forma das partículas na acomodação dos sedimentos indica que partículas de formas mais regulares, ou maior esfericidade, apresentam os menores sedimentos e as maiores concentrações na base.
- O efeito isolado da distribuição de tamanhos de partículas mostrou-se bastante importante, uma vez que, partículas maiores possuem mais massa, sendo assim, sedimentam mais rapidamente. A concentração local aumenta na nova condição de estabilidade à medida que, nas mesmas condições experimentais ocorre em sua maioria partículas de pequenos diâmetros.

Nasser e James (2007) trabalhando com suspensões aquosa de caulim, avaliou o efeito da concentração de eletrólitos e do pH na formação do sedimento. Utilizando dados de centrifugação da suspensão juntamente com um método numérico, os autores determinaram a

distribuição de concentração do sedimento consolidado do caulim. Variando as características químicas das suspensões, Nasser e James concluíram que tais distribuições são muito sensíveis a mudanças químicas nas suspensões. Sendo que, para suspensões com maior concentração de eletrólitos maior será a concentração máxima de sólidos (ϵ_{sm}) o mesmo ocorre para o aumento do pH.

Moreira, *et al.* (2012) estuda a compressibilidade do meio poroso e a distribuição da porosidade em fluidos newtoniano e não-newtonianos com microesferas de vidro. Seus resultados indicaram que os diferentes comportamentos reológicos entre os meios porosos estudados não alteraram a formação da estrutura da matriz porosa, sendo a densidade do meio contínuo e as características físicas do material particulado os principais fatores que influenciaram a compressibilidade do meio poroso nas condições de baixas pressões.

2.3. Teoria da Filtração com Formação de Torta e Teoria Simplificada da Filtração.

Partindo das equações da continuidade (Equação (2.16)) e do movimento (Equação (2.19)) aplicadas à filtração plana como mostra a Figura (2.4).

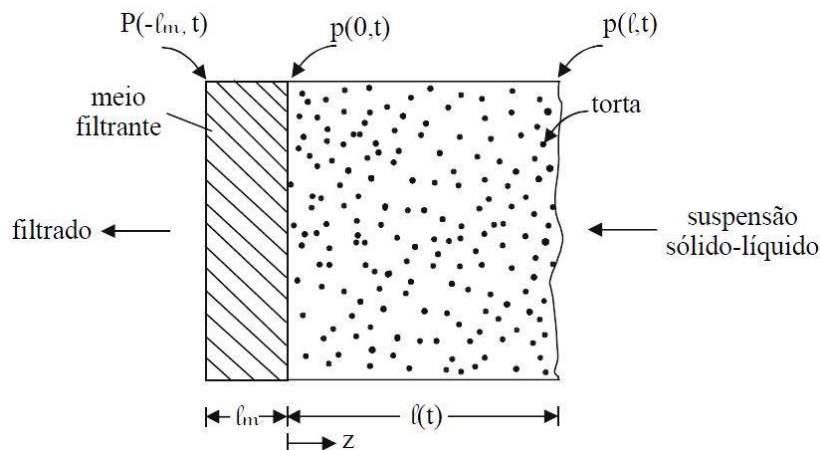


Figura 2.4: Filtração plana com formação de torta (MASSARANI, 2002)

As equações do movimento e da continuidade, apresentadas anteriormente conduzem às Equações (2.18) e (2.22). Considerando que o líquido e as partículas sólidas sejam incompressíveis temos as seguintes equações:

$$\begin{aligned}\frac{\partial}{\partial z}(q_f + q_s) &= 0 \\ q_f &= \varepsilon_f v_f, q_s = (1 - \varepsilon_f) v_s\end{aligned}\tag{2.32}$$

que permitem, por integração, relacionar as velocidades das fases líquida e sólida,

$$q_s(z, t) = q_f(0, t) - q_f(z, t),\tag{2.33}$$

sendo $q_s(0, t) = 0$ na interface torta-meio filtrante.

Sendo a velocidade superficial da fase sólida positiva em qualquer ponto da torta compressível, a equação anterior informa que a velocidade superficial do fluido é maior junto ao meio filtrante do que na interface suspensão torta (TILLER, 1961),

$$q_f(0, t) > q_f(\ell, t),\tag{2.34}$$

A combinação das Equações (2.22) para o constituinte líquido e (2.26) do movimento leva à relação entre as pressões nas fases líquida e sólida. Desconsiderando a aceleração das fases e a influência do campo exterior,

$$\begin{aligned}\frac{\partial}{\partial z}(P + P_s) &= 0 \\ P_s(z, t) &= p(\ell, t) - p(z, t)\end{aligned}\tag{2.35}$$

sendo $P_s(\ell, t) = 0$ na interface torta-suspensão. Portanto, diante das hipóteses consideradas, a pressão no sólido na filtração resulta apenas da queda de pressão no líquido .

Equacionamento da filtração plana com formação de torta (MASSARANI, 2002)

- Equação da continuidade para a fase líquida apresentada anteriormente:

$$\frac{\partial \varepsilon_f}{\partial t} = \frac{\partial q_f}{\partial z}\tag{2.36}$$

- Equação do movimento para a fase líquida Equação (2.29) e a Equação (2.33):

$$0 = -\frac{\partial p}{\partial z} + \frac{\mu}{k} \varepsilon_f (v_f - v_s) = \frac{\partial p}{\partial z} + \frac{\mu}{k} \varepsilon_f \left(\frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_f(0,t) - q_f}{1 - \varepsilon_f} \right) \quad (2.37)$$

Sendo μ a viscosidade do fluido conhecida.

- Equação que correlaciona as pressões nas fases

$$P_s(z,t) = p(\ell,t) - p(x,t) \quad (2.38)$$

- Equações constitutivas referentes ao sistema particulado:

$$P_s = P_s(\varepsilon) \quad (2.39)$$

$$k = k(\varepsilon) \quad (2.40)$$

Relação entre a espessura da torta e o tempo de filtração,

$$C = \frac{\rho_s \int_0^\ell (1 - \varepsilon_f) dz}{\rho_f \int_0^t q_f(0,t) dt + \rho_f \int_0^\ell \varepsilon dz} \quad (2.41)$$

onde C é a concentração de sólidos na suspensão a ser filtrada.

- Equação do movimento do fluido no meio filtrante:

$$\frac{p(0,t) - p(-\ell_m,t)}{\ell_m} = \frac{\mu}{k_m} q_f(0,t) \quad (2.42)$$

Sendo o valor do comprimento e da permeabilidade do meio filtrante conhecidos.

- Relação vazão-queda de pressão fornecida pelo sistema de bombeamento de suspensão:

$$q_f(\ell,t) = f \left[p(\ell,t) - p(-\ell_m,t) \right] \quad (2.43)$$

- Condições limites:

$$\begin{aligned}\ell(0) &= 0 \\ p(\ell, t) &= f_1(t)\end{aligned}\tag{2.44}$$

$$p(-\ell_m, t) = f_2(t)\tag{2.45}$$

A denominada “teoria científica da filtração” foi desenvolvida nos últimos 40 anos por Frank M. Tiller (Universidade de Houston, Estados Unidos) e Mompei Shirato (Universidade de Nagoya, Japão). Esta teoria leva à “teoria simplificada”, base para o projeto e análise do desempenho de filtros (MASSARANI, 2002).

O ponto de partida para o estabelecimento da “teoria simplificada da filtração” é admitir que a velocidade superficial do sólido na torta seja substancialmente menor do que aquela do líquido, resultando da Equação (2.33).

$$q_f = q_f(t)\tag{2.46}$$

isto é, que a velocidade do líquido é apenas função do tempo de filtração. Esta hipótese, aceitável quando a torta é moderadamente compressível, permite reduzir a complexidade da solução do problema.

A equação do movimento para o fluido na torta pode ser escrita da seguinte forma a partir das Equações (2.35), (2.37) e (2.46):

$$\frac{\partial}{\partial z} p(z, t) = \frac{\partial}{\partial z} p_s(z, t) = \frac{\mu}{k} q_f(t)\tag{2.47}$$

Na próxima etapa procura-se correlacionar os resultados da filtração com as condições operacionais expressas pela queda de pressão no filtro. Seja M massa de sólido seco que compõem a torta.

$$dM = \rho_s (1 - \varepsilon_f) A dz,\tag{2.48}$$

onde A é área da superfície de filtração. Vem da Equação (2.47).

$$-dp_s = \frac{1}{\rho_s(1-\varepsilon_f)k} \cdot \frac{\mu q_f}{A} dM = \alpha(\varepsilon_f) \frac{\mu q_f}{A} dM, \quad (2.49)$$

Sendo α a resistividade local (L/M),

$$\alpha = \frac{1}{\rho_s(1-\varepsilon_f)k(\varepsilon_f)} \quad (2.50)$$

Integrando:

$$\begin{aligned} - \int_{p(\ell,t)-p(0,t)}^0 \frac{dp_s}{\alpha} &= \frac{p(\ell,t) - p(0,t)}{\langle \alpha \rangle} = \frac{\mu q_f}{A} M, \\ \langle \alpha \rangle &= \frac{p(\ell,t) - p(0,t)}{\int_0^{p(\ell,t)-p(0,t)} \frac{dp_s}{\alpha}} \end{aligned} \quad (2.51)$$

a resistividade média relativa à queda de pressão

$$p(\ell,t) - p(0,t). \quad (2.52)$$

A torta e o meio filtrante são meios porosos percolados em série pelo fluido. A expressão para a queda de pressão no filtro pode ser estabelecida combinando as Equações (2.42) e (2.51)

$$p(\ell,t) - p(-\ell_m,t) = \Delta p = \left[\langle \alpha \rangle \frac{M}{A} + R_m \right] \mu q_f \quad (2.53)$$

$$R_m = \ell_m / k_m, \quad (2.54)$$

A resistência do meio filtrante ($1/L$).

A velocidade superficial do fluido e a massa de sólido seco na torta estão relacionadas ao volume de filtrado V , ao tempo t , à área de filtração A e à concentração de sólidos na suspensão, C :

$$q_f = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} \quad (2.55)$$

$$C \simeq \frac{m}{\rho_f V} \quad (2.56)$$

A equação da filtração resulta da combinação das Equações (2.53) a (2.56),

$$\frac{dt}{dV} = \frac{\mu}{A(\Delta p)} \left[\frac{<\alpha> V \rho_f C}{A} + R_m \right], \quad <\alpha> = f(\Delta p). \quad (2.57)$$

Em geral a filtração é conduzida sob queda de pressão constante.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo apresenta detalhadamente os métodos empregados na consecução deste trabalho, bem como todos os equipamentos comerciais e os confeccionados, para execução dos experimentos.

3.1. Sistema Experimental para Testes de Sedimentação em Batelada

O sistema utilizado para determinação da distribuição da concentração volumétrica de sólidos do sedimento é ilustrado na Figura (3.1). Composto basicamente por um suporte com movimento vertical (1), fonte de radioisótopo Am^{241} (2), tubo de testes (3), sistema de detecção de radiação gama (4) e processadores que leem os dados emitidos pelo sistema de detecção (5).

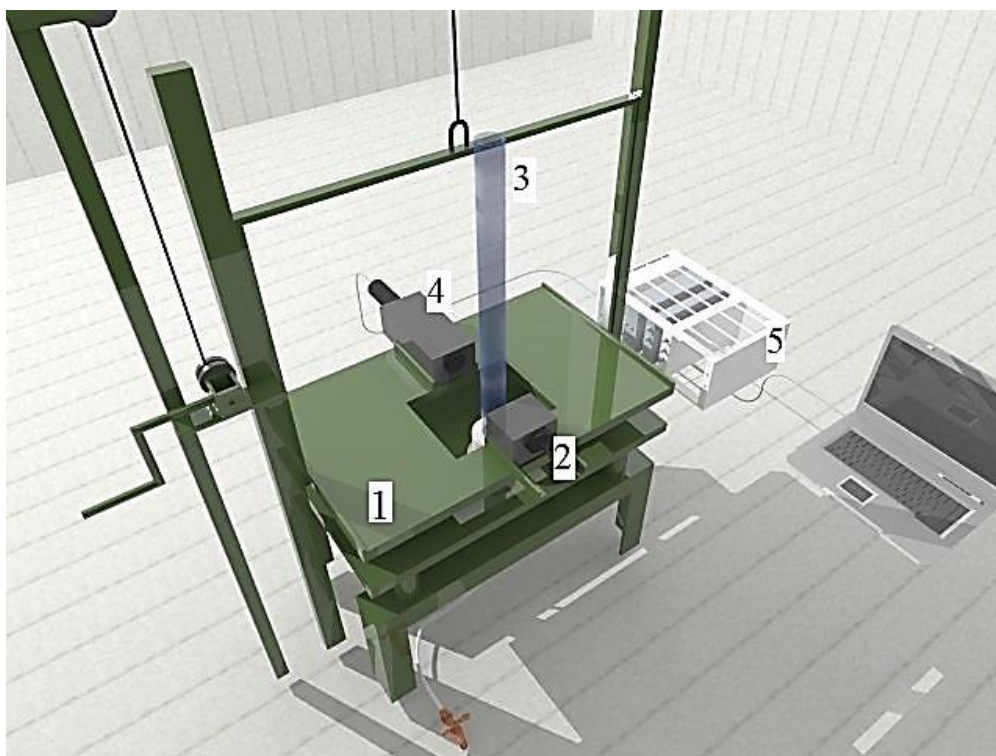


Figura 3.1: Sistema geral da unidade experimental de aplicação de radioisótopos

Inicialmente utilizado por Ruiz (2000) e Arouca (2003), a unidade experimental consiste de uma fonte de raios gama (γ) sendo o amerício²⁴¹, mantido selado no interior de um bloco de chumbo, material que devido a seu elevado coeficiente de atenuação de raios gama atua ao mesmo tempo como blindagem e colimador. O bloco de chumbo possui dimensões de um cubo de aresta de 100 mm com um orifício no centro de 5 mm de diâmetro. O selamento por chumbo protege o operador da exposição à radiação. A Figura (3.2) ilustra o bloco em corte.

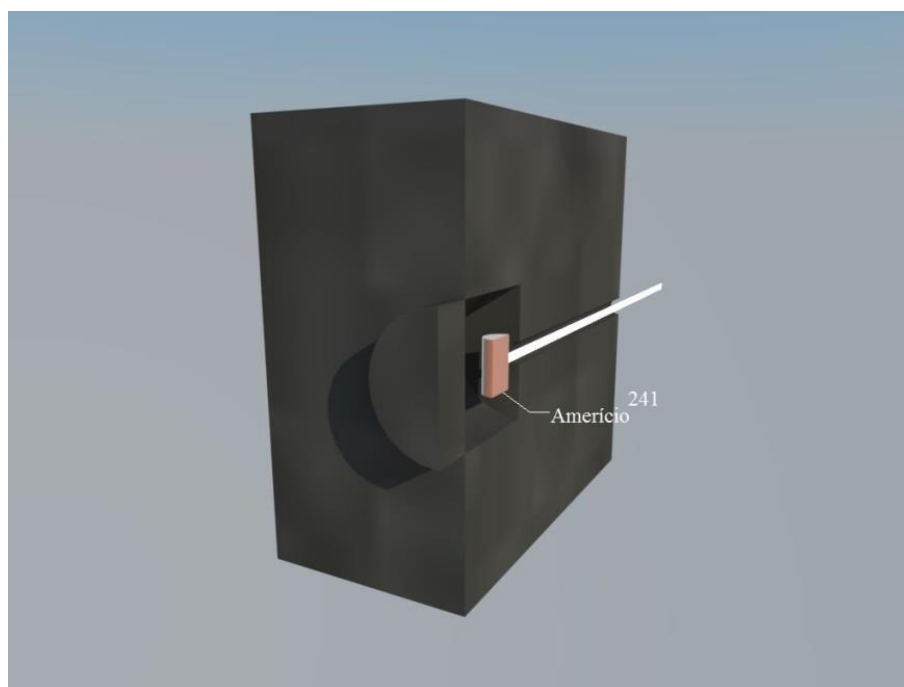


Figura 3.2: Bloco chumbo com amerício²⁴¹ enclausurado

A captação, leitura e a transmissão de dados da radiação são efetuadas por uma série de dispositivos e computadores, que juntos compõem o sistema de detecção de raios γ .

Inicialmente, a radiação chega ao Módulo Cintilador a base de cristais de iodeto de sódio ativado por tálio, onde elétrons orbitais interagem com a radiação, emitindo luz visível proporcionalmente à intensidade da radiação que chega ao módulo. Logo uma válvula fotomultiplicadora, contendo um cátodo fotoelétrico, transcodifica a luz emitida pelo módulo cintilador, em pulsos eletrônicos proporcionais à luz captada.

A Figura (3.3) apresenta estes dispositivos.



Figura 3.3: Válvula fotomultiplicadora (A) acoplada ao módulo cintilador (B) e blocos de chumbo (C).

Os blocos de chumbo possuem as mesmas funções do bloco da fonte radioativa, que é a blindagem e colimação da radiação γ . O bloco de chumbo também possui um orifício de 5 mm de diâmetro no centro que vai da borda até o módulo cintilador.

A proveta utilizada nos testes localizava-se entre a fonte radioativa e a fotomultiplicadora conforme apresenta a Figura (3.4).

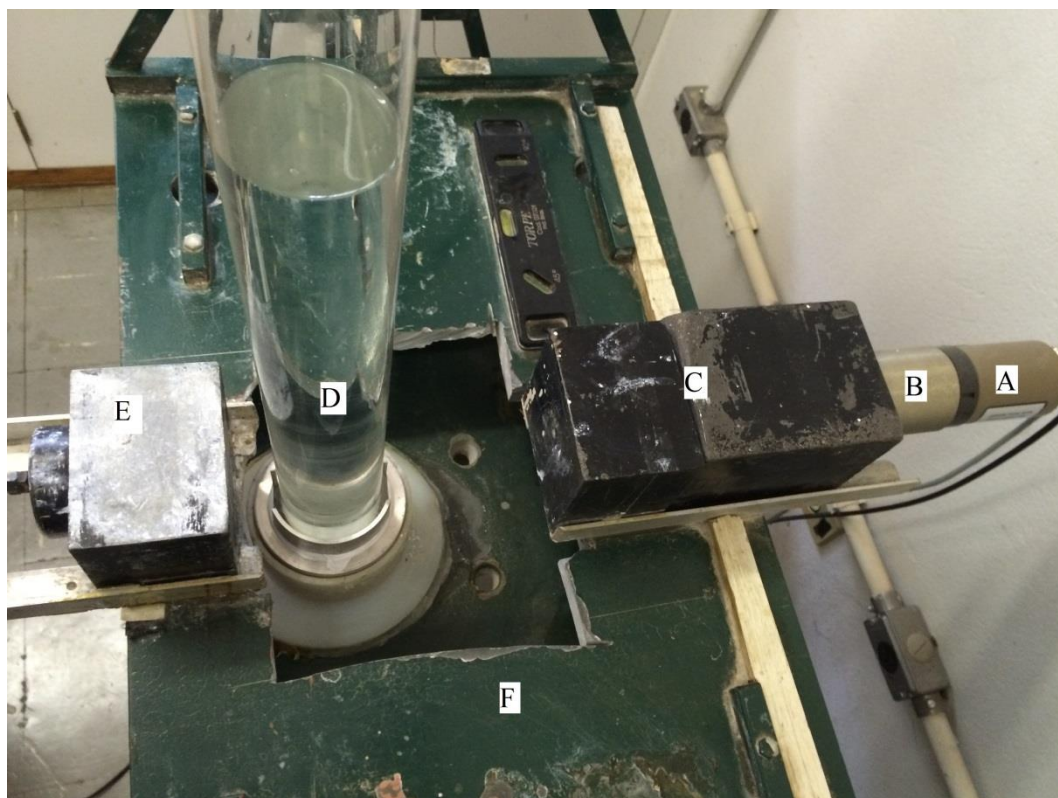


Figura 3.4: Coluna de sedimentação e fonte-sistema de detecção de radiação.

Como se pode observar na Figura (3.4), o sistema de detecção (A, B, C) descritos anteriormente e a fonte de radiação gama (E) são firmemente fixados, com seus orifícios concêntricos em uma plataforma (F) com movimento vertical e capacidade de percorrer toda extensão da proveta ou tubo de teste (D), sem que haja perturbação do sistema. Isso permite a análise do sedimento, em diversas posições, a fim de obter as funções de $\epsilon_s(z)$.

Para alimentação elétrica da válvula fotomultiplicadora, captação e processamento dos sinais elétricos gerados foram usados alguns dispositivos eletrônicos, compostos pelos seguintes módulos:

- Fonte de alta tensão (ORTEC modelo 556) – fornece tensão estabilizada à válvula fotomultiplicadora.
- Pré-amplificador (ORTEC modelo 276) – ajusta a impedância do sistema, de modo que os pulsos oriundos da válvula fotomultiplicadora cheguem ao amplificador.

- Amplificador (ORTEC modelo 575A)- a largura e a amplitude dos pulsos de forma proporcional às energias absorvidas pelo cintilador.
- Analisador de Canais SCA - Single-Channel Analyzer ou discriminador de voltagens (ORTEC modelo 550A) – estabelece os níveis superior e inferior em uma janela de energia, garantindo que a contagem de pulsos, esteja definida no intervalo do pico de emissão do radioisótopo.
- Contador de pulsos (ORTEC modelo 071) – faz a contagem dos pulsos, liberados pelo discriminador e é dotado de um temporizador que define o tempo de contagem.

A Figura (3.5) apresenta a unidade de processamento constituído de seus módulos montados em um suporte, fonte de alta tensão (A), contador de pulsos (B), amplificador (C) e discriminador (D).

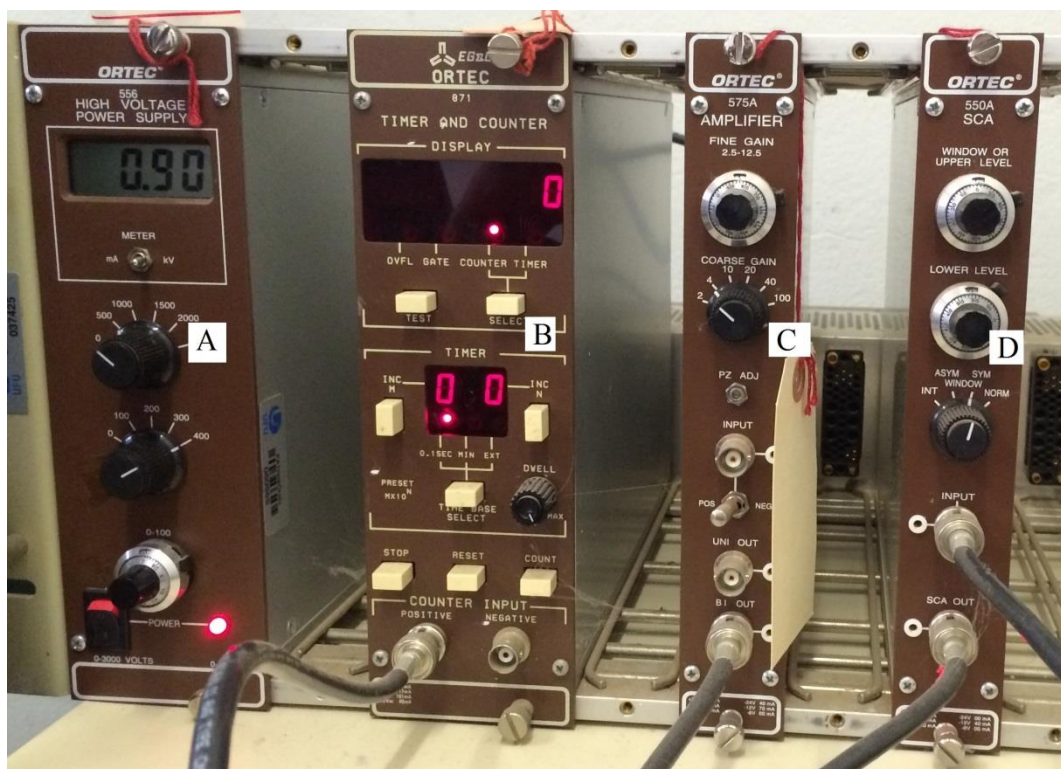


Figura 3.5: Módulos do sistema de detecção.

O esquema sequencial de processamento do sistema de detecção é mostrado na Figura (3.6).

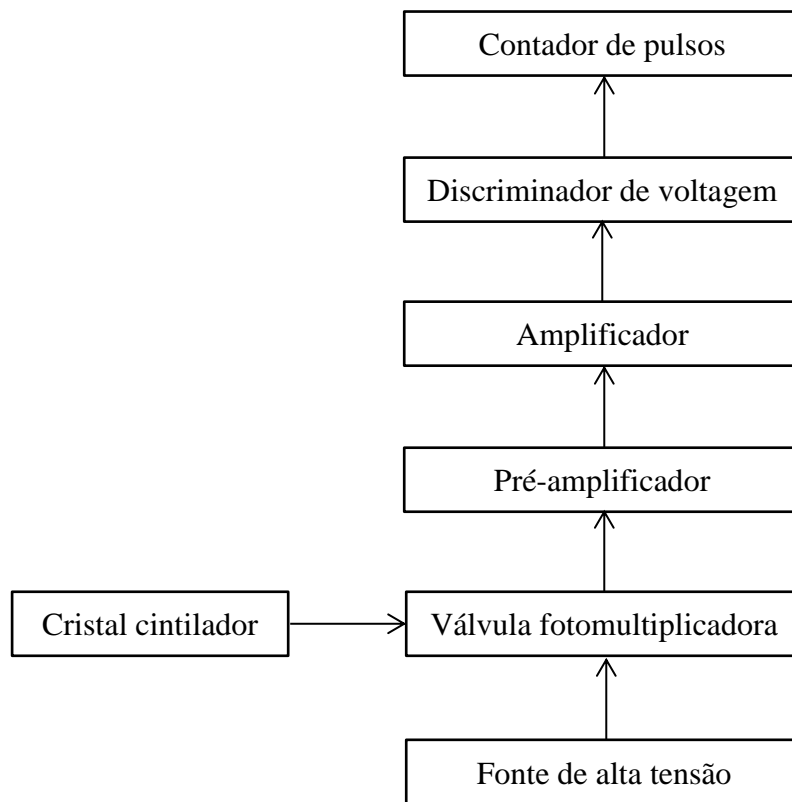


Figura 3.6: Esquema do sistema de detecção de raios γ .

O recipiente para o teste de sedimentação utilizado para avaliar a concentração de sólidos em diversas posições é composto por um cilindro de vidro de 55,3 mm de diâmetro interno, 3 mm de espessura e 500 mm de altura. A base é constituída de um suporte, que sustenta o recipiente e uma placa porosa 55 mm de diâmetro e tamanho médio dos poros de 35 μm . Este suporte de alumínio torneado também permite o escoamento de água por um tubo no fundo do suporte, passando a água através da placa porosa que retém todo o sólido. Alguns anéis de vedação foram utilizados, a fim de evitar vazamentos na conexão entre o recipiente e o suporte. Estes conjuntos de peças compõem um acessório denominado de tubo de teste.

A ilustração do suporte (A), anel de vedação (B), placa porosa (C) e recipiente de altura reduzida (D) são apresentados na Figura (3.7).

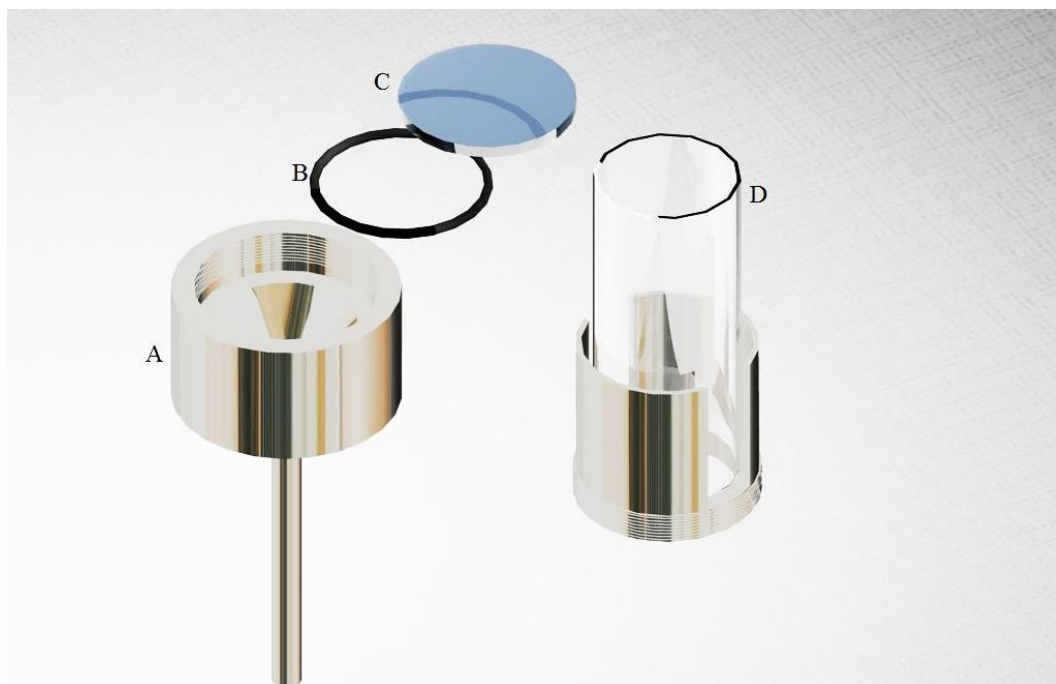


Figura 3.7: Ilustração do tubo de teste.

Com o intuito de promover uma homogeneização eficiente, utilizou-se um agitador tipo axial, com formato cônico com 50 mm de diâmetro e contendo perfurações. Sobre a base era acoplada uma haste metálica de 800 mm de comprimento. O agitador tipo axial utilizado no trabalho é apresentado na Figura (3.8).

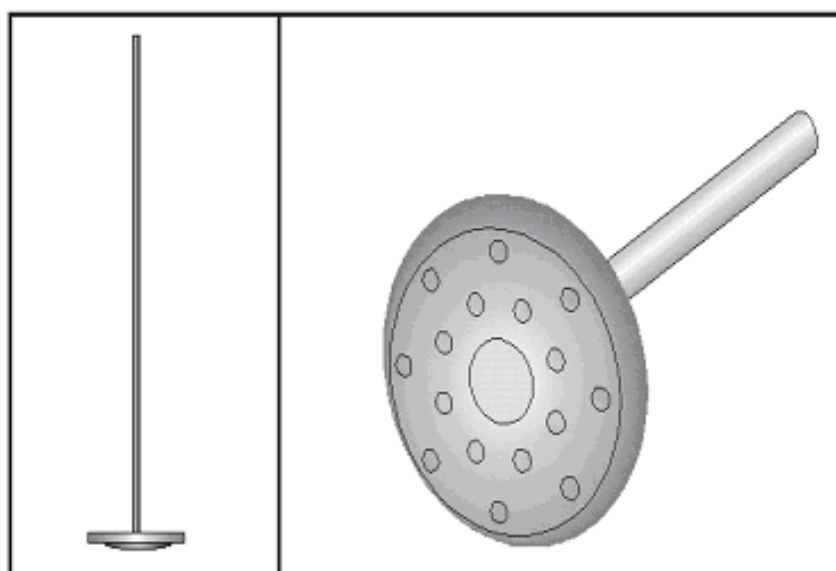


Figura 3.8: Agitador axial para homogeneização de suspensões

Para manter a vazão constante à medida que o líquido escoava por gotejamento do tubo de teste, passando através do sedimento, era imediatamente repostado na parte superior do tubo de teste o mesmo volume de líquido que saiu, mantendo assim a mesma altura de coluna de líquido durante todo o processo de escoamento a fim de proporcionar uma vazão constante.

3.2. Uso do Am^{241} e Densidade Superficial da Suspensão $(\sigma X)_{\text{susp}}$

O amerício é obtido através do decaimento de isótopos de plutônio em um reator nuclear (SEABORG, *et al*, 1949) e tem um aspecto branco-prateado perdendo seu brilho lentamente na presença do ar seco.

Para Hamacher (1978), a radiação γ gerada pelo radioisótopo atravessa vários centímetros de material sólido, seu tempo de meia vida é de 432,6 anos o que elimina erros relacionados a seu decaimento. O amerício 241 emite radiação gama com energia de 60 KeV obtendo assim uma boa sensibilidade em pequenas variações na concentração volumétrica de sólidos.

A utilização da fonte de radiação gama implica no conhecimento dos coeficientes de atenuação mássico do material ou solução a ser estudada. Os pesquisadores Storm e Israel (1970) apontam que para uma substância composta por n elementos, o coeficiente de atenuação mássico (σ) que é dado pela Equação (3.1),

$$\sigma = \sum_{i=1}^n \omega_i f_i \sigma_{0i} \quad (3.1)$$

onde ω_i é a fração mássica do elemento i , f_i e σ_{0i} são, um fator característico e o coeficiente de atenuação mássico de cada elemento respectivamente.

A partir da Equação (3.1) pôde-se calcular o valor teórico do coeficiente de atenuação mássico. Os resultados para o carbonato de cálcio e para água são apresentados na Tabela (3.1).

Tabela 3.1- Coeficientes de atenuação mássico para raios gama com energia de 60 KeV. (AROUCA, 2007)

Substância	Elemento	ω_i	f_i [cm ² átomo/barn.g]	σ_{0i} [barn/átomo]	$\omega_i f_i \sigma_{0i}$ [barn]	σ [barn]
CaCO ₃	Ca	0,4004	0,015030	43,3	0,2606	0,3728
	C	0,1200	0,050140	3,5	0,0211	
	O	0,4795	0,037640	5,05	0,0911	
H ₂ O	H	0,1119	0,597500	0,545	0,0364	0,2052
	O	0,8881	0,037640	5,05	0,1688	

A densidade superficial da suspensão pode ser definida pela Equação (3.2), (STORM e ISRAEL, 1970).

$$(\sigma X)_{\text{susp}} = \sigma \rho y \quad (3.2)$$

Em que y é a espessura do meio físico, para a separação binária sólido-líquido e desenvolvendo a Equação (3.1) temos a seguinte expressão:

$$(\sigma X)_{\text{susp}} = \rho y (\omega_s \sigma_s + \omega_f \sigma_f) \quad (3.3)$$

Uma vez que a massa específica de uma mistura é dada por:

$$\rho = \rho_f + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s \quad (3.4)$$

Sendo a fração mássica de um constituinte i definida pela equação:

$$\omega_i = \frac{m_i}{m_{\text{susp}}} = \frac{\rho_i \varepsilon_i}{\rho} \quad (3.5)$$

Com i representando as fases sólida (s) e líquida (f), logo relacionando a Equação (3.4) tem-se a fração mássica para o constituinte sólido,

$$\omega_s = \frac{\rho_s \varepsilon_s}{\rho_f + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s} \quad (3.6)$$

e para o cálculo da fração mássica do constituinte líquido.

$$\omega_s = \frac{\rho_f \varepsilon_f}{\rho_f + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s} \quad (3.7)$$

Tratando as Equações (3.3), (3.4), (3.6) e (3.7), considerando que $\varepsilon_f = 1 - \varepsilon_s$ tem-se uma expressão que relaciona a densidade superficial de uma suspensão $(\sigma X)_{susp}$ com a concentração volumétrica de sólidos.

$$(\sigma X)_{susp} = y \left[(\rho_s \sigma_s - \rho_f \sigma_f) \varepsilon_s + \rho_f \sigma_f \right] \quad (3.8)$$

Admitindo que as concentrações de sólidos envolvidas nos experimentos é compreendida entre 1 e 50 % calcula-se os valores teóricos da densidade superficial $(\sigma X)_{susp}$ para suspensões de carbonato de cálcio em diversas concentrações de sólidos, os resultados são apresentados na Tabela (3.2).

Tabela 3.2: Valores calculados de densidade superficial de uma suspensão $(\sigma X)_{susp}$ para suspensões aquosas de carbonato de cálcio.

Conc. Volumétrica [%]	$(\sigma X)_{susp}$
1	1,3223
5	1,5201
10	1,7674
15	2,0148
20	2,2621
30	2,7567
40	3,2514
50	3,7460

Considerando aceitável a sensibilidade, no intervalo de $0,5 \leq (\sigma X) \leq 3$ (DAMASCENO, 1992) e admitindo que o número de leituras com concentrações de sólidos superiores a 40%, são ínfimas quando comparado ao número de leituras inferiores a 40% então pode-se concluir pelos resultados da Tabela (3.2), que a fonte de amerício 241 é adequada aos ensaios com suspensões de carbonato de cálcio, realizados neste trabalho.

3.3. Otimização do Sistema Experimental

Testes preliminares para otimização dos parâmetros do sistema fez-se necessário a fim de obter a máxima resolução na coleta de dados do equipamento e minimizar erros instrumentais. Os parâmetros envolvidos foram: voltagem ótima da fonte de alta tensão, intervalo de energia do espectro de emissão do Am^{241} e o tempo de resolução do sistema.

3.3.1. Voltagem ótima da fonte de alta tensão

A voltagem ótima pode ser determinada, ajustando-se inicialmente o analisador de canais (ORTEC 550 A) para o modo NORM, controlador (8) da Figura (3.9), fazendo com que a janela de energia atribua uma faixa entre 20 mV e 10 V (AROUCA, 2007). Os controladores (1) e (2) da fonte de alta tensão (ORTEC 556) são manipulados para que se modifique a tensão de saída da fonte. A definição da voltagem ótima visa fornecer tensão estabilizada à válvula fotomultiplicadora de forma a maximizar a contagem de pulsos avaliado pelo contador de pulsos.

Mediu-se a contagem de pulsos para uma faixa de tensão entre 100 a 1300 V variando-se gradualmente a tensão em 100 V até atingir 1300 V (ida), logo no sentido inverso foram avaliadas as contagens de 1300 a 100 V (volta).



Figura 3.9: Detalhamento dos módulos do sistema de detecção

Para cada tensão analisada eram efetuadas 30 leituras com intervalo de tempo de 20 s cada, sendo que a média aritmética destas leituras compõem o valor da contagem de pulsos para tal tensão. Os resultados da voltagem ótima são apresentados na Secção (4.1).

3.3.2. Ajuste do intervalo de energia do discriminador

Estabelecida a voltagem ótima, o espectro de emissão do radioisótopo foi analisado para possibilitar o ajuste do sistema de detecção permitindo o registro da contagem advinda apenas da fonte de Am^{241} , importante para que se minimizem interferências de fontes externas.

O potenciômetro (3) ajusta a tensão de saída da fonte na casa dos decimais e não foi utilizado, já os controladores (4) e (5) são os ganhos fino e grosso do amplificador e possuem valor de 4,84 e 4 respectivamente.

Arouca (2007), percorrendo um intervalo de 100 a 1000 mV em janelas espaçadas igualmente em 100 mV, na qual o limite inferior tomava o lugar do limite superior e a este ultimo é acrescido um valor de 100 mV, em sua energia (ida).

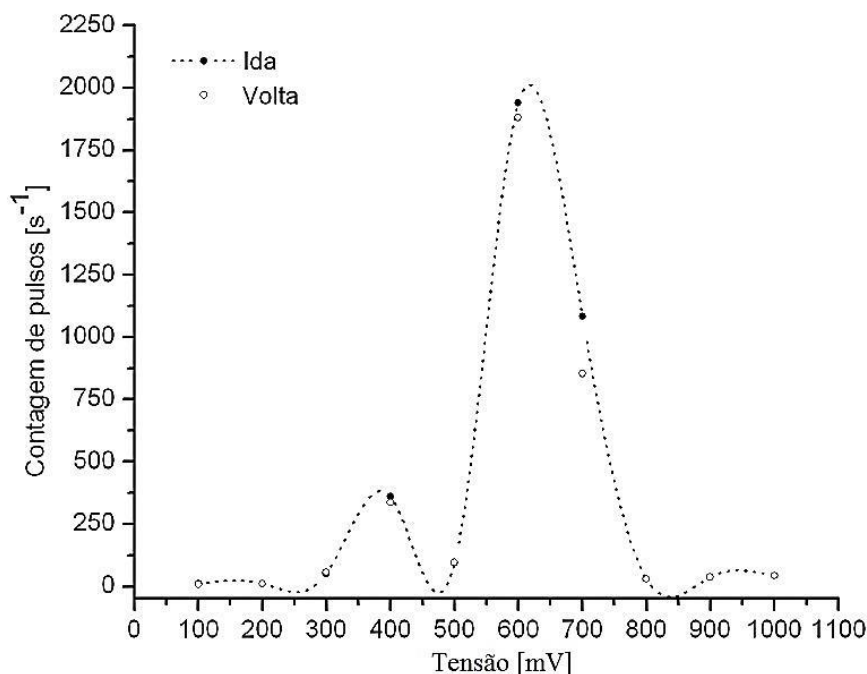


Figura 3.10: Espectro de emissão do amerício²⁴¹ determinado por (AROUCA, 2007).

Como se pode observar na Figura (3.10) o maior pico de energia emitido pela fonte foi entre 500 mV e 800 mV, valores utilizados como limite inferior e superior do intervalo de energia necessários para execução dos experimentos que compõem este trabalho.

3.3.3. Tempo de resolução do sistema

Uma variável importante ligada ao sistema de detecção é o tempo de resolução do sistema ou tempo morto (τ), que consiste no tempo de processamento do sistema, ou seja, o tempo em que dois pulsos devem estar separados para serem detectados como pulsos distintos.

O método para se obter o tempo de resolução do sistema utiliza duas fontes radioativas de diferentes energias como descrito por Gardney e Ely-Jr (1967). Contudo, na ausência de duas fontes radioativas, utilizou-se dois blocos de acrílico transparente com espessuras diferentes de forma de simular as fontes necessárias (DAMASCENO, 1992). Com

a Equação (3.9) é possível obter o tempo morto que foi utilizado nos experimentos deste trabalho.

$$\tau = \frac{I_{AB} - I_A - I_B + I_G}{I_A^2 + I_B^2 - I_{AB}^2} \quad (3.9)$$

Inicialmente obteve-se a contagem de pulsos sem nenhum meio físico (obstáculo) entre a fonte e o detector. Logo se mediu a contagem de pulsos com os dois blocos de acrílicos juntos e dispostos entre a fonte e o detector. A diferença entre as leituras da primeira e segunda situação é definida como a contagem de pulsos das duas fontes radioativas I_{AB} . De modo similar I_A é definido como sendo o número de pulsos sem nenhum obstáculo menos o número de pulsos contendo apenas um dos blocos entre a fonte e o detector. Do mesmo modo define-se I_B , utilizando-se o segundo bloco acrílico. Ainda, segundo a Equação (3.9) tem-se que medir a contagem de pulsos na ausência de fonte radioativa denominada de *background* I_G , sendo assim lacrou-se a fonte de Am^{241} com uma tampa feita de chumbo e efetuaram-se as leituras. Cada contagem é composta pela média aritmética de 30 leituras com duração de 20 s cada. Os resultados das leituras são discutidos na Secção (4.1).

3.3.4. Ajuste do intervalo de tempo das contagem de pulsos (Cp)

A fim de avaliar a interferência do tempo atribuído à contagem de pulsos (Cp) efetuou-se leituras com intervalo de tempos distintos, em que para cada tempo fez-se o cálculo do desvio padrão e do erro associado a este desvio. Os tempos analisados foram 3, 5, 7, 10, 15, 20, 30, 40 e 50 segundos. Para cada caso eram realizadas 30 medidas e efetuou-se os cálculos para comparação dos erros.

A Tabela 3.3 apresenta os resultados médios das contagem de pulsos para cada intervalo de tempo com seus respectivos desvio padrão e erros percentuais.

Tabela 3.3: Contagem de pulsos médio para diferentes intervalos de tempo.

tc [s]	CP [s⁻¹]	dp [s⁻¹]	d% [%]
3	1280,24	68,4	5,34%
5	1306,25	21,31	1,63%
7	1311,25	17,09	1,30%
10	1309,14	16,46	1,26%
15	1313,26	11,21	0,85%
20	1318,58	9,19	0,70%
30	1316,12	8,45	0,64%
40	1321,14	8,1	0,61%
50	1321,93	7,72	0,58%

Considerando que a escolha do tempo de contagem de pulsos deve minimizar os erros estatísticos e que o processo de sedimentação é dependente do tempo, tal escolha não deve ser um tempo demasiadamente longo, pois a contagem de pulsos ocorreria durante a transição da concentração de sólidos local do sedimento, ou seja, durante a decantação do sedimento.

Dado que não havia nenhum meio atenuador entre a fonte e o detector pode-se considerar como média absoluta do equipamento a média de todas as contagens juntas que é um total de 270 pontos 30 para cada intervalo de tempo.

Para melhor visualização da influência do intervalo de tempo nas contagens de pulsos (CP), a Figura (3.11) mostra as características das contagens em diferentes intervalos com seus desvios. A linha tracejada representa a média absoluta do equipamento descrito anteriormente.

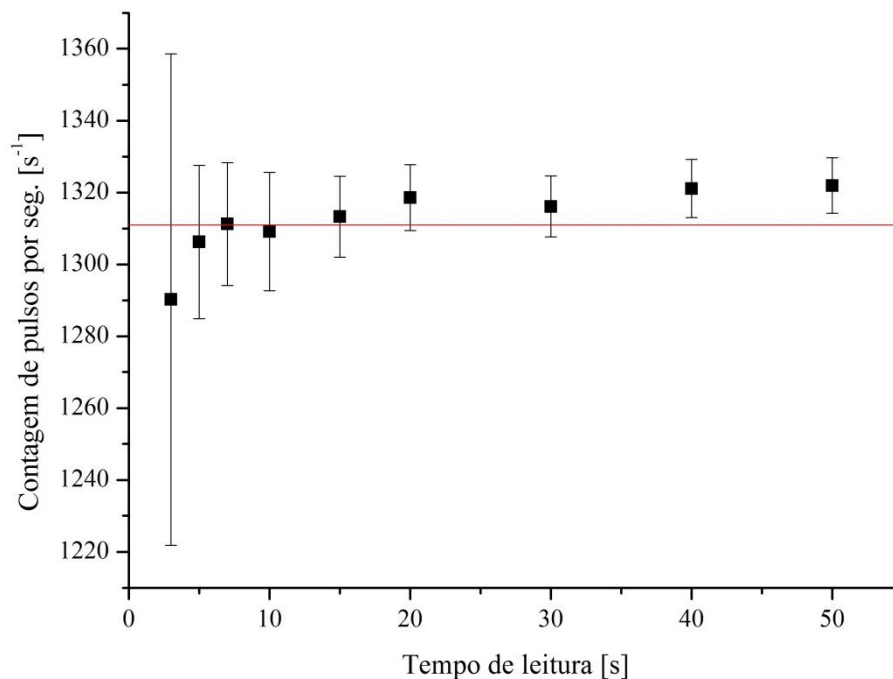


Figura 3.11: Comportamento da contagem de pulsos em diversos intervalos de tempo.

O tempo escolhido para as análises foi de 20 s uma vez que possui uma maior aproximação da média geral com desvios aceitáveis sem que cause erros durante a sedimentação. A Figura (3.14) esboça o os desvios em porcentagem para vários intervalos de tempo.

A determinação de desvios neste trabalho é necessária pela característica dos testes experimentais, uma vez que uma pequena variação na concentração volumétrica de sólidos causa uma mudança significativa na contagem de pulsos.

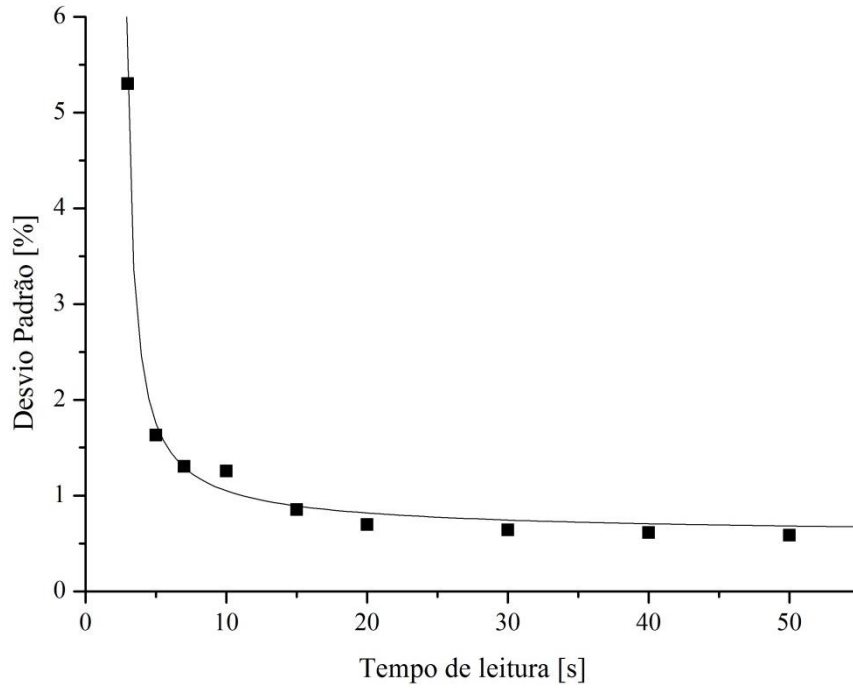


Figura 3.12: Desvios percentuais para variados intervalos de tempo de contagem de pulsos.

3.3.5. Avaliação da interferência de variações na espessura do tubo de teste nos experimentos

Para proceder esta avaliação foram realizadas leituras ao longo de toda extensão da proveta contendo apenas água destilada sem nenhum outro meio atenuante. Este teste é chamado de branco da proveta (R_0).

A atenuação de raios gama está relacionada a vários fatores ligados aos experimentos, dentre elas a espessura do tubo de vidro (GARDNEY e ELY-JR, 1967). Esta avaliação da imperfeição ao longo do tubo de teste deve ser avaliada, para verificar se existem erros significativos de modo a se usar (R_0) específicos para cada posição do tubo de teste, ou se pode ser usado um (R_0) tal que represente o branco para todas as posições do tubo de teste. A condição de referência (R_0) exigida na Equação (3.10) e será abordada mais adiante.

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = B\varepsilon_s \quad (3.10)$$

A Figura (3.13) apresenta a contagem de pulsos ao longo da proveta juntamente com a média que representa todas as posições.

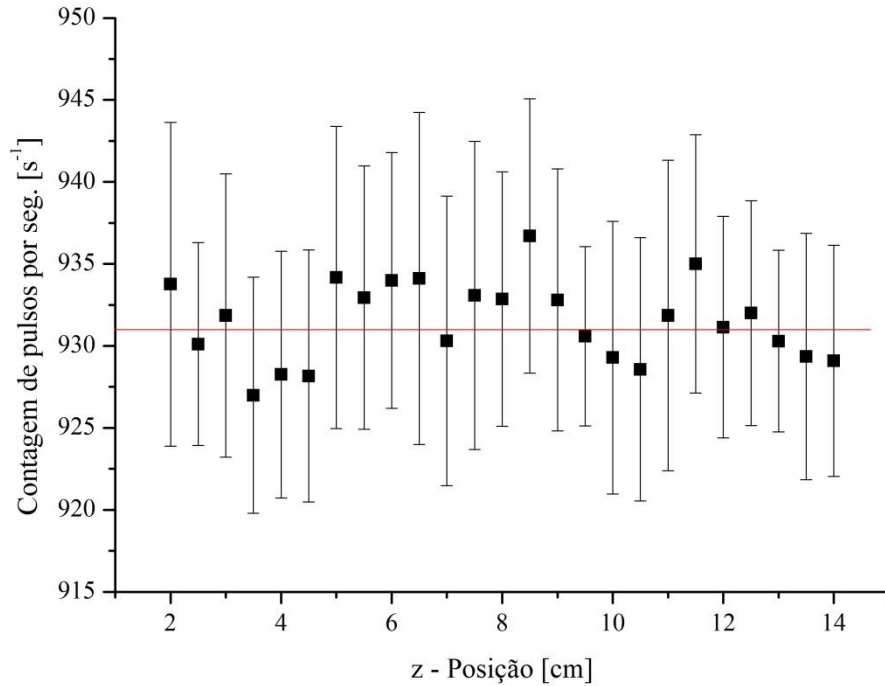


Figura 3.13: Contagem de pulsos ao longo do recipiente contendo água destilada.

Nos testes foram percorridas 25 posições até 14 cm de altura variando em 0,5 cm cada posição iniciando de 2 cm acima do fundo do tubo de teste. Em cada posição foram colhidas 30 leituras calculando-se as media local e os desvio padrão.

Podem-se observar na Figura (3.13), os limites inferior e superior das contagens de pulsos, que todas as posições passam pela média geral utilizada de $931,50 \text{ s}^{-1}$ indicando que a média pode sim representar todas as posições.

Por um teste de hipótese foi avaliado se a não homogeneidade do tubo de teste causaria alguma diferença na contagem de pulsos. Para isso foram admitidas duas hipóteses aplicadas aos dados experimentais com significância de 10 %, sendo (H_0) hipótese de nulidade e (H_1) hipótese alternativa.

$H_0 : CP_1 = CP_2 = \dots CP_n$ (as médias das contagens são iguais para todas as posições);

$H_1: CP_1 \neq CP_2 \neq \dots CP_n$ (as médias das contagens são diferentes para todas as posições);

Logo, deseja-se investigar se a contagem de pulsos para uma dada região do tubo é estatisticamente igual a outra. A fim de viabilizar o teste, o tubo foi dividido em 4 regiões distintas conforme mostra a Tabela (3.4).

Tabela 3.4: Definição de regiões no recipiente para o teste de hipótese

Região	Limites da Posição [cm]
1	2,0 até 4,5
2	5,0 até 7,5
3	8,0 até 10,5
4	11,0 até 14,0

Os testes estatísticos foram fundamentados na distribuição F de Fisher e em na distribuição T Student, onde na Tabela (3.6) e Figura (3.14) são apresentados os resultados da análise.

Tabela 3.5: Resultados do teste comparativo F de Fisher para regiões do tubo de teste

Diferença entre Níveis	Média	LI	LS	P-Valor
1-2	- 1,70	- 3,57	0,16	0,07
1-3	- 1,39	- 3,26	0,47	0,14
1-4	- 0,83	- 2,63	0,96	0,38
2-3	0,31	- 1,56	2,18	0,74
2-4	0,87	- 0,93	2,67	0,36
3-4	0,56	- 1,24	2,36	0,56

LI= Limite inferior.

LS= Limite Superior.

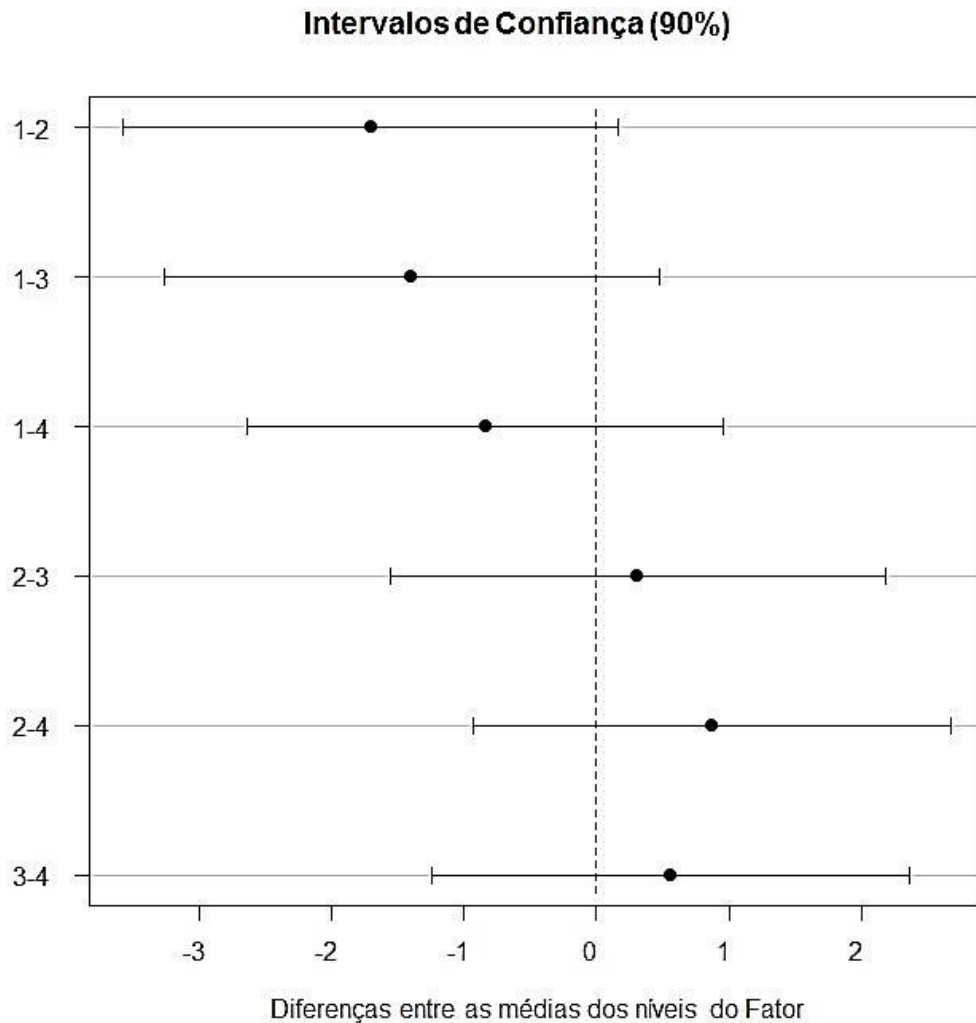


Figura 3.14: Intervalo de confiança do teste de Fisher.

O teste mostra que há igualdade estatística nas leituras para todas as regiões considerando significância de 10%, logo as leituras não divergem da média geral utilizada (R_0) padrão para todas posições conforme mostra a Figura (3.14).

Considerando que a espessura do tubo é apenas um dos fatores que contribui para atenuação de raios gama e que o teste de Fisher mostra uma igualdade estatística entre as regiões, conclui-se que as diferenças nas leituras de R_0 de uma posição para outra não são suficientes para causar erros significativos no perfil de concentração podendo utilizar um R_0 médio para todas as posições. No Apêndice A encontra-se as leituras para todas as posições com seus respectivos desvio padrão.

3.4. Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG)

A sedimentação é um processo de separação sólido-líquido que se baseia na diferença de densidade dos componentes de uma solução com material particulado. A compreensão mais aprofundada do processo implica na determinação precisa da concentração volumétrica de sólidos em um determinado tempo e posição do sedimento.

Técnicas de amostragem para determinação da concentração de sólidos são muito utilizadas para suspensões diluídas (HAMACHER, 1978) comumente utilizadas em análises granulométricas. Tais técnicas quando utilizadas em suspensões mais concentradas conduzem a erros experimentais com resultados pouco satisfatórios e a um processo experimental lento, pois se trata de uma técnica destrutiva que perturba o sistema durante a coleta de dados.

Com intuito de aprofundar o conhecimento e avançar nos mecanismos empíricos envolvidos em processos de separação sólido-líquido, Damasceno (1992) aplicou a Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG) para obtenção de distribuição de concentração de sólidos.

A TARG, tem como princípio que quando um material é colocado no caminho de um feixe de fótons emitidos por uma fonte de radiação gama esta radiação é atenuada pelo espalhamento da radiação sem interferir no processo de sedimentação. Os fundamentos teóricos da técnica são apresentados a seguir.

3.4.1. A equação de Lambert

A equação de Lambert (GARDNEY e ELY-JR, 1967) define que a variação da intensidade de um feixe monoenergético de raios gama com energia E incidente em qualquer meio físico, está relacionada com a densidade e a espessura deste meio,

$$I(E) = I_0 \exp(-\sigma(E)\rho y) \quad (3.11)$$

em que I_0 e I são as intensidades dos feixes antes e depois da passagem através do meio físico respectivamente, ρ é a massa específica do meio, y a sua espessura e $\sigma(E)$ o coeficiente de atenuação mássico abordado na Seção (3.2).

A Equação (3.11) pode ser tratada resultando em:

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \sigma \rho y \quad (3.12)$$

Tratando-se de uma mistura ou suspensão σ é expresso pela Equação (3.13) (GARDNEY e ELY-JR, 1967),

$$\sigma(E) = \sum_{i=1}^n (\sigma_i \omega_i) \quad (3.13)$$

sendo ω_i a fração mássica do componente i e n o número de componentes da mistura. A fração mássica pode ser relacionada com a fração volumétrica ε_i através da Equação (3.14).

$$\omega_i = \frac{\rho_i \varepsilon_i}{\sum_{i=1}^n (\rho_i \varepsilon_i)} = \frac{\rho_i \varepsilon_i}{\rho} \quad (3.14)$$

Combinando as três últimas equações chega-se a:

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = y \sum_{i=1}^n (\sigma_i \rho_i \varepsilon_i) \quad (3.15)$$

Fazendo o índice i que representa cada componente individual assumir os estados sólido e líquido de forma a estudar o caso particular em que a radiação atravessa uma suspensão tem-se:

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = y (\sigma_s \rho_s \varepsilon_s + \sigma_f \rho_f \varepsilon_f) \quad (3.16)$$

Dado que $\varepsilon_s + \varepsilon_f = 1$ a Equação (3.16) recai em:

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = y \sigma_f \rho_f + (\sigma_s \rho_s - \sigma_f \rho_f) \varepsilon_s y \quad (3.17)$$

Se for utilizado água pura como estado de referência no recipiente de teste, pode-se reescrever a equação anterior como,

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = (\sigma_s \rho_s - \sigma_f \rho_f) \varepsilon_s y \quad (3.18)$$

logo, conclui-se que o logaritmo da atenuação do feixe de raios γ que atravessa um meio físico contendo uma suspensão sólido-líquido é uma função linear da concentração volumétrica de sólidos. A Equação (3.18) pode ser reescrita utilizando um coeficiente angular da reta B .

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = B \varepsilon_s \quad (3.19)$$

O coeficiente B é obtido pela calibração do sistema, na qual mede-se atenuações provocadas por várias concentrações volumétricas de sólidos (ε_s) conhecidas. A regressão dos dados da calibração nos reporta o valor de B .

3.4.2. Intervalo de máxima sensibilidade da TARG

A precisão máxima (ou desvio mínimo) de técnicas que envolvam a atenuação de raios gama está diretamente relacionada às medidas de densidade superficial $X = \rho y$ abordados na Secção (3.2). Estudos de Gardney e Ely-Jr (1967) mostram a relação da densidade superficial e a predominância entre os erros estatísticos e instrumentos aplicados à TARG.

A equação de Lambert (3.11) pode ser reescrita em termos de contagens corrigida de pulsos (R),

$$R = R_0 \exp(-\sigma X) \quad (3.20)$$

em que R_0 é a condição de referência, ou seja, a contagem corrigida dos pulsos que passam pelo meio físico contendo apenas água. Logo, a contagem de pulsos corrigida é dada por:

$$R = \frac{I}{(1 - \tau I)} \quad (3.21)$$

sendo I a contagem de pulsos lidos pelo sistema de detecção e τ o tempo de resolução do sistema abordado na Secção (3.3.3).

A Equação (3.20) pode ser reescrita como,

$$X = -\frac{1}{\sigma} \ln \left(\frac{R}{R_0} \right) \quad (3.22)$$

a relação entre os desvios nas medidas da densidade superficial $\delta(X)$ e a contagem de pulsos $\delta(R)$ pode ser aproximado pela diferencial.

$$\delta(X) = \left| \frac{\partial X}{\partial R} \right| \delta(R) \quad (3.23)$$

A diferencial de X em relação a R é obtida pela Equação (3.22) chegando a,

$$\frac{\partial X}{\partial R} = -\frac{1}{\sigma R} \quad (3.24)$$

substituindo a Equação (3.24) na Equação (3.23), conduz a:

$$\delta(X) = \frac{\delta(R)}{\sigma R} \quad (3.25)$$

Sendo a contagem efetuada por um contador de pulsos, o erro associado à natureza estatística das emissões é apresentado por Gardney e Ely-Jr (1967) citado por (AROUCA, 2007) como sendo,

$$\delta(R) = \sqrt{\frac{R}{t}} \quad (3.26)$$

em que t é o tempo de contagem. Tratando as duas últimas equações tem-se:

$$\delta(X) = \frac{1}{\sigma \sqrt{Rt}} \quad (3.27)$$

logo, substituindo a Equação (3.20) na Equação (3.27) chegamos ao erro na determinação da densidade superficial (X).

$$\delta(X) = \frac{1}{\sigma} \sqrt{\frac{\exp(\sigma X)}{R_0 t}} \quad (3.28)$$

Diferenciando $\delta(X)$ em relação a σ obtém-se o ponto de máxima sensibilidade da técnica de atenuação de raios gama, pois a busca é por um ponto de mínima variação em X .

$$\frac{\partial \delta(X)}{\partial \sigma} = \sqrt{\frac{\exp(\sigma X)}{R_0 t}} \left(\frac{X}{2\sigma} - \frac{1}{\sigma^2} \right) \quad (3.29)$$

O ponto de mínimo ou máximo implica em igualar a Equação (3.29) a zero reportando $\sigma X = 2$. Para investigar a natureza do ponto deriva-se a equação acima em relação a σ novamente no ponto $\sigma X = 2$:

$$\frac{\partial^2 \delta(X)}{\partial \sigma^2} = \sqrt{\frac{\exp(2)}{R_0 t}} \left(\frac{X^3}{8} \right) \quad (3.30)$$

logo sendo,

$$\frac{\partial \delta(X)}{\partial \sigma} = 0, \frac{\partial^2 \delta(X)}{\partial \sigma^2} > 0 \quad (3.31)$$

conclui-se que $\sigma X = 2$ é um ponto de mínimo no erro associado à natureza estatísticas das emissões.

Para análise dos erros instrumentais pode-se escrever considerando que estes são independentes do coeficiente de atenuação a seguinte equação:

$$\delta(X) = \frac{\delta(R)}{\sigma R_0 \exp(-\sigma X)} \quad (3.32)$$

diferenciando a equação anterior em relação a σ e, igualando-se o resultado a zero obtém-se $\sigma X = 1$ sendo este resultado também um ponto de mínimo desvio uma vez que $\frac{\partial^2 \delta(X)}{\partial \sigma^2} > 0$.

Conclui-se que a utilização de um radioisótopo para uso em técnicas de atenuação de raios gama implica nas seguintes considerações.

- Se $\sigma X = 2$ os erros estatísticos predominam sobre os erros instrumentais.
- Se $\sigma X = 1$ os erros instrumentais são muito maiores que os erros estatísticos.

3.4.3. Obtenção da curva de calibração

A utilização da técnica de atenuação de raios gama (TARG) implica em conhecer a curva de calibração do sistema detalhada na Secção (3.4.1). A calibração relaciona a incidência da radiação antes e após a passagem pela suspensão com uma concentração volumétrica de sólidos (ε_s) conhecida a Equação (3.19).

A calibração é efetuada adicionando-se 1000 mL de água destilada no tubo de teste, na qual são efetuadas 30 leituras da radiação que chega ao detector com duração de 20 s cada. A média destas leituras é o branco da proveta (R_0) ou condição de referência. Conhecida a massa específica do sólido transfere-se para o tubo de teste uma quantidade de sólido de forma a obter uma suspensão com concentração volumétrica de 1%. A homogeneização da suspensão foi realizada com a ajuda do agitador axial (Figura 3.8.) Então efetuou-se as leituras para (R_0) e a média das 30 leituras é calculada. O procedimento é repetido aumentando-se a concentração de sólidos em 2% até que atinja a concentração volumétrica de sólidos de 21%, resultando em um total de 12 leituras.

Pela Equação (3.10) mencionada na Secção (3.3.5) pode-se obter o coeficiente B através da regressão linear das leituras obtidas do procedimento acima,

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = B\varepsilon_s \quad (3.33)$$

onde, R é a contagem de pulso referente a cada concentração volumétrica analisada.

O sólido utilizado neste trabalho foi o carbonato de cálcio de granulometria intermediária mineral (CaCO_3) fornecido e comercializado por *Provale Indústria Comércio S/A*. Para as pesagens utilizou-se uma balança analítica da marca Shimadzu ® (modelo AY220).

Os dados da calibração $\ln\left(\frac{R_0}{R}\right)$ pela concentração de sólidos ε_s bem com a regressão linear são apresentados na Secção (4.1).

3.5. Propriedades Físico-Químicas do Sólido

Antes de iniciar os testes, se faz necessário conhecer as propriedades do sólido como densidade e granulometria. O carbonato de cálcio mineral (mais conhecido como GCC – *Ground Calcium Carbonate*) utilizado neste trabalho fornecido e comercializado por *Provale Indústria Comércio S/A* é uma matéria prima de baixo custo utilizado em vários processos e na formulação de produtos como em papel, tintas, plásticos, fluidos de perfuração, tratamento do solo, isolamento acústico, fabricação de ferro gusa entre outros. Dada à vasta utilização do minério, o carbonato de cálcio foi escolhido para experimentos neste trabalho, a fim de obter informações que contribuam para o desenvolvimento de processos e projetos de equipamentos. Nos fluidos de perfuração, o carbonato de cálcio tem a finalidade de atuar como um agente obturante, impedindo ou minimizando a invasão de fluido para o interior das rochas formando um reboco de baixa permeabilidade nas paredes do poço.

O carbonato de cálcio é o principal componente do calcário, do mármore, também encontrado na argonita e na calcita. No seu estado puro, o CaCO_3 tem forma de pó cristalino, coloração branca, inodoro, de propriedade alcalina, estável, não inflamável, não corrosivo, não bioacumulativo, atóxico e praticamente insolúvel em água. O sólido é resultado da reação do óxido de cálcio (cal virgem) com dióxido de carbono e pode ser decomposto a uma temperatura de 470°C .

Determinação da densidade

A densidade do carbonato de cálcio foi determinada por intermédio de um picnômetro a gás Hélio Micromeritics AccuPyc® 1330 equipamento que calcula a densidade de sólidos mesmo que porosos, por variação de pressão do gás numa câmara de volume conhecido. A densidade obtida foi de $2,914 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$.

Determinação da distribuição do tamanho de partículas

Para análise da distribuição de tamanho de partícula foi usado o granulômetro Malvern Mastersizer® MicroPlus MAF 5001. O equipamento baseia-se na técnica de difração de raio *laser*, que mede a intensidade da luz espalhada à medida que um feixe de *laser* interage com as partículas dispersas da amostra, calculando então a distribuição de tamanho das partículas a partir do padrão de espalhamento gerado. A Figura (3.15) ilustra a técnica de difração de raio *laser*.

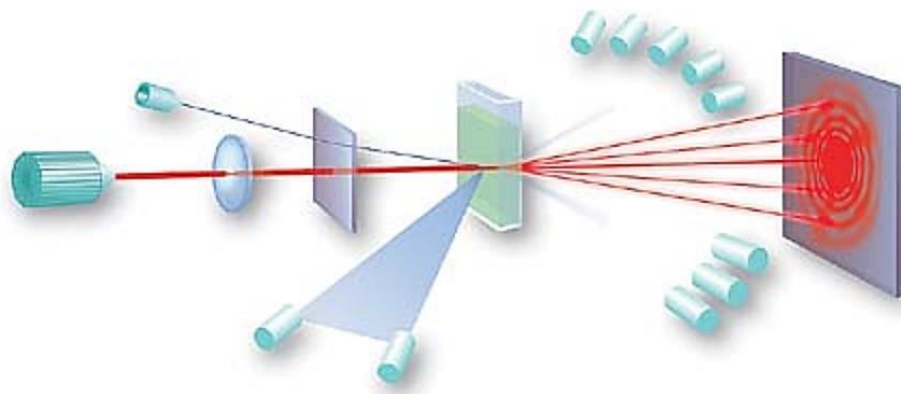


Figura 3.15: Técnica de difração de raio laser

O resultado da análise granulométrica obtida com Malvern Mastersizer é apresentada na Figura (3.16) e relaciona a fração em volume de partículas Y com o diâmetro inferior a d .

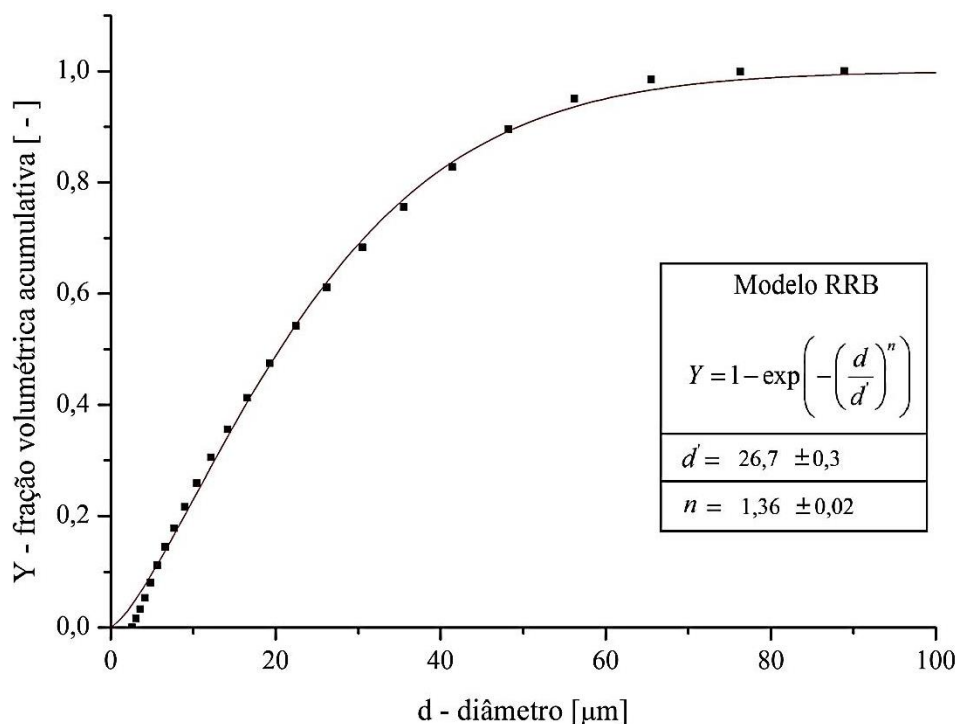


Figura 3.16: Distribuição de tamanho de partículas de CaCO_3 .

Para representação da distribuição de tamanho de partícula foi utilizado um ajuste a dois parâmetros de Rosin-Rammler-Bennet (RRB) apresentado na figura anterior

O coeficiente de correlação r^2 para o ajuste dos parâmetros foi de 0,998 mostrando que o modelo é apropriado à distribuição granulométrica do sólido. Cabe ressaltar que a amostra analisada apresentou um diâmetro $d_{50}=20,49 \mu\text{m}$.

3.6. Curva Reológica da Solução Aquosa de Goma Xantana.

Os fluidos preparados com goma xantana apresentam comportamento não newtoniano, onde a relação da tensão cisalhante por taxa de deformação não é constante para a concentração 0,1% de goma xantana segundo estudos de Melo (2008).

A viscosidade do fluido aumenta com o acréscimo da concentração de goma xantana no meio e diminui com o aumento da taxa de cisalhamento, o que caracteriza este polímero como agente modificador reológico com características pseudoplásticas, fazendo deste polímero um aditivo bastante utilizado em formulações de fluidos de perfuração.

Melo (2008), aplicou uma modelagem matemática aos dados reológicos obtidos de uma solução aquosa de goma xantana 0,1% utilizando os modelos de Herschel-Bulkley de Bingham e o de Oswald de Waale, os resultados são apresentados na Figura 3.17 e 3.18.

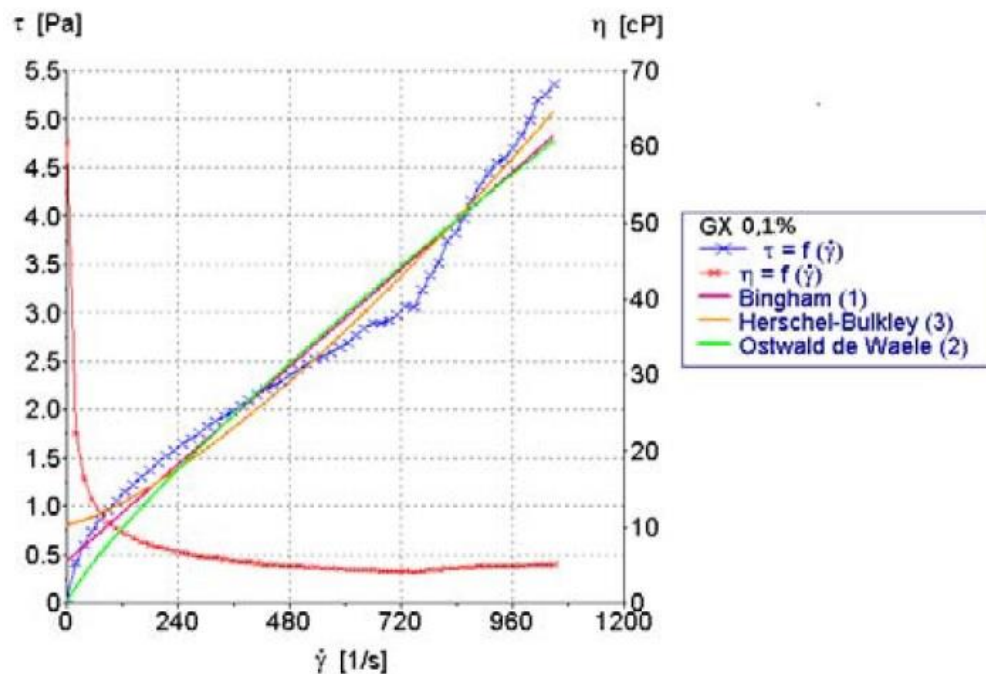


Figura 3.17: Curva de fluxo, viscosidade e aplicação dos modelos (MELO, 2008).

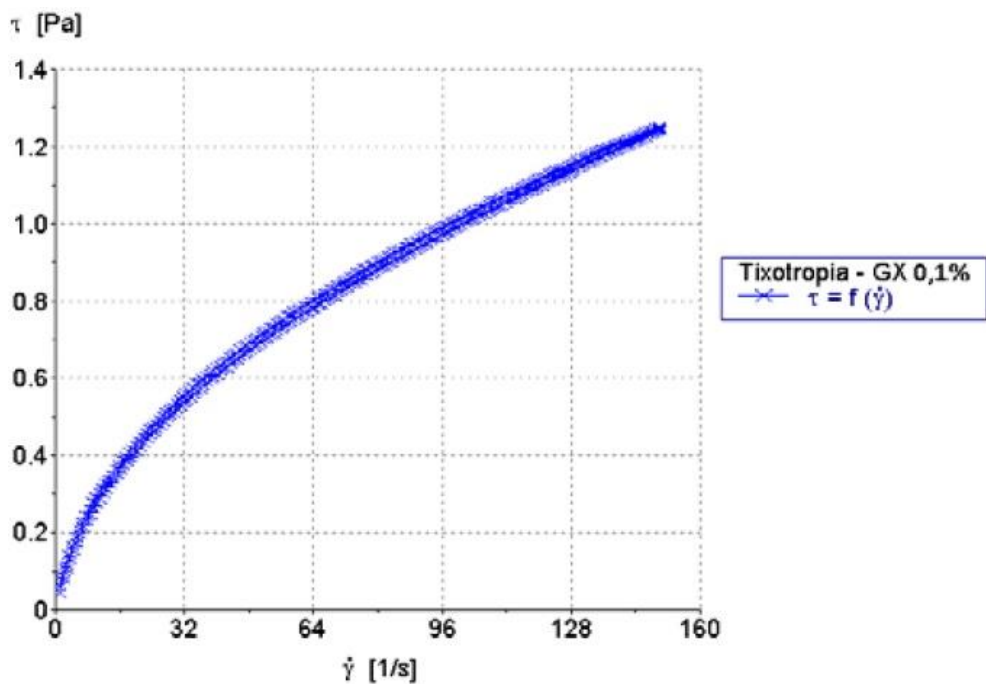


Figura 3.18: Histerese, para fluido preparado com 0,1% de goma xantana (MELO, 2008).

Observa-se na curva de fluxo da Figura 3.17, que para o fluido preparado com 0,1% de goma xantana, os modelos de Bingham, Ostwald Waale e Herschell-Bulkley nao se adequam a curva de fluxo gerada para essa concentração de goma xantana. A Figura 3.18 mostra que para essa concentração a goma xantana não apresenta caráter tixotrópico (MELO, 2008).

3.7. Obtenção das Equações Constitutivas para Espessamento, Tensão nos Sólidos e Permeabilidade.

3.7.1. Uso da TARG para obtenção das equações constitutivas para tensão nos sólidos e permeabilidade em fluido newtoniano.

Damasceno (1992) desenvolveu uma metodologia que pode ser empregada para determinar as equações de pressão nos sólidos e a permeabilidade de um meio poroso em função do perfil de concentração volumétrica de sólido de um sedimento. A metodologia consiste na obtenção da curva de calibração do sistema e com o uso da Equação (3.33) pode-se obter a concentração local para qualquer posição do sedimento.

Neste trabalho foram utilizadas concentrações iniciais (ε_{s0}) de 11 e 12% de CaCO_3 . Para o preparo destas suspensões utilizou-se um litro de água destilada juntamente com uma quantidade de CaCO_3 medida em uma balança analítica para formar uma suspensão de concentração inicial desejada. Com a válvula de controle de vazão fechada, a suspensão era então homogeneizada com o agitador axial até formar a suspensão mais homogênia possível.

A escolha das concentrações iniciais de 11 e 12% se deve ao fato que para suspensões com concentração acima de 12% há grande dificuldade na homogeneização, causando expressivos erros entre as réplicas. Para suspensões abaixo de 10%, a altura total de sedimento é reduzida fornecendo uma curta extensão para as leituras efetuadas pela TARG, onde os pontos são coletados a cada 0,5 cm ao longo de toda extensão do sedimento.

Após o preparo da suspensão de concentração inicial conhecida, o sistema era deixado em repouso absoluto por 48 horas a fim de que seu sedimento se tornasse estável (fim do processo de sedimentação). Com o sedimento já estável posicionou-se a plataforma de

movimento vertical em uma posição desejada logo acima da base da proveta, realizando 30 leituras de 20 s cada, sendo a média o valor da contagem de pulso por segundo (I) referente aquela posição do sedimento. Desta forma com a Equação (3.21) e a Equação (3.33) pode-se obter a concentração volumétrica local $\varepsilon_s(z)$.

As leituras se repetiram para toda extensão do sedimento variando-se a posição de leitura de 1 em 1 cm até a metade dos sedimentos e então de 0,5 em 0,5 cm até o topo do sedimento.

Como será abordado na Seção (3.7.3) foi proposto um modelo por Arouca (2003), que representa o perfil de concentração de sólidos ao longo do sedimento, expresso pela Equação (3.34),

$$\varepsilon_s = \frac{\varepsilon_{sm} + az}{1 + bz} \quad (3.34)$$

em que, ε_s e ε_{sm} são a concentração volumétrica local e a máxima do sedimento respectivamente, z a posição ao longo do sedimento e a, b são parâmetros a serem estimados por regressão dos dados bem com o ε_{sm} .

De posse da função $\varepsilon_s(z)$, pode-se obter a tensão nos sólidos $P_s(\varepsilon_s)$ e a permeabilidade $k_s(\varepsilon_s)$ através da Equação (2.29) deduzida na Seção (2.2) das equações da continuidade, Equação (2.17) e do movimento, Equação (2.19).

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu\varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} \left(\frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_s}{\varepsilon_s} \right) + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.35)$$

Para um meio poroso estático, formado pela sedimentação gravitacional de uma suspensão no interior de um tubo vertical, não ocorrendo movimentação do fluido ($q_f = 0$) nem do sólido ($q_s = 0$) a Equação (3.35) se reduz a,

$$P_s = (\rho_s - \rho_f) g \int_0^L \varepsilon_s(z) dz \quad (3.36)$$

sendo, z a distância vertical medida a partir do topo do sedimento de comprimento L , ρ_f e ρ_s as densidades dos constituintes sólido e fluido, e g a constante gravitacional.

Para permeabilidade foi necessário efetuar o escoamento controlado, a vazão constante de fluido através do meio poroso retido pela placa porosa ($q_s = 0$) com o sedimento já estabilizado após 48 horas de sedimentação. A partir da Equação (3.35) obtemos a permeabilidade local, conhecendo a nova distribuição de concentrações $\varepsilon_s(z)$ após a acomodação das partículas proporcionada pelo escoamento.

$$k = \frac{\mu q_f}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{d\varepsilon_s}{dz} - (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.37)$$

Após o escoamento, foram efetuadas leituras da radiação que chega ao detector nas posições desejadas. As posições como mencionado anteriormente variam de 1 em 1 cm até a metade do sedimento e de 0,5 e 0,5 cm do meio ao topo, foram efetuada 30 leituras de 20 s cada sendo a média o valor I utilizado para o cálculo da concentração volumétrica local.

3.7.2. Uso da TARG para obtenção das equações constitutivas para tensão nos sólidos em fluido não-newtoniano.

Com intuito de estudar a sedimentação gravitacional em fluidos não-newtonianos e comparar o comportamento com a sedimentação em fluidos newtonianos, foram efetuados testes utilizando como fluido uma solução aquosa de 0,1% em massa de goma xantana para garantir a não-newtoniedade do meio.

Testes preliminares mostraram que, para soluções aquosas com maiores concentrações de goma xantana, o aumento na viscosidade do fluido é expressivo, o que retardaria a sedimentação dos particulados para períodos muito longos tornando as análises impraticáveis.

A solução foi fabricada com auxílio de um agitador vertical, dispersando a goma xantana na água destilada a 2000 rpm por 30 minutos. Mediu-se então uma quantidade de sólido de forma a obter uma suspensão com 11% de concentração inicial, o sólido foi disperso dentro do tubo de teste com ajuda do agitador axial, até que se obteve uma suspensão completamente homogênea.

Para obtenção da concentração volumétrica foram efetuadas leituras em toda extensão do nível de sedimento que compreende o fundo do tubo de teste e 15 cm de altura que é considerado o nível máximo em que o sedimento é capaz de atingir. Dada às características do fluido (solução aquosa de goma xantana) a sedimentação total do CaCO_3 ocorre em um tempo muito maior que as 48 horas necessárias a sedimentação do carbonato em água destilada. Portanto, as leituras foram efetuadas a cada 24 horas percorrendo a partir do fundo do tubo de teste até 15 cm de altura variando de 1 em 1 cm. Para cada posição foram efetuadas 30 leituras de 20 s cada, a média aritmética corresponde ao valor atribuído a dada posição.

As leituras efetuadas ao longo do tempo para a suspensão de carbonato de cálcio em fluido não-newtoniano tem como objetivo acompanhar o perfil de concentração de sólidos em uma suspensão não-newtoniana e compará-la frente à acomodação em fluido newtoniano.

A goma xantana é um polímero biológico natural biodegradável, mais precisamente um polissacarídeo obtido pela fermentação bacteriana. Sua degradação ao longo do tempo ocorre por oxidação devido à modificação das cadeias poliméricas (NASCIMENTO *et al*, 2013). Logo, não foi possível efetuar leituras com um tempo superior a 16 dias devido à degradação da solução mesmo com a adição de formaldeído.

3.7.3. Modelos atribuídos às equações constitutivas para perfil de concentração, permeabilidade e tensão nos sólidos.

Após obtenção dos valores de permeabilidade k e tensão nos sólidos P_s para diversas concentrações de sólidos ε_s pode-se tratar os modelos originando equações constitutivas para suspensões aquosas de carbonato de cálcio com altas concentrações iniciais.

- Para a função da concentração volumétrica $\varepsilon_s(z)$, proposto por Arouca (2003), obtem-se, através da Equação (3.34) um modelo normalizado em z ,

$$\varepsilon_s = \frac{\varepsilon_{sm} + a_1 \zeta}{1 + b_1 \zeta} \quad (3.38)$$

onde $\zeta = z / z_{\max}$, a_1 e b_1 parâmetros a serem estimados dor regressão não linear.

- O modelo proposto por Tiller e Leu (1980) foi utilizado para representar as relações de $P_s(\varepsilon_s)$,

$$P_s = P_a \left[\left(\frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{1/\beta} - 1 \right] \quad (3.39)$$

sendo, P_a , ε_{sc} e $1/\beta$ parâmetros a serem estimados.

- Tiller e Leu (1980), propõem uma expressão que represente a permeabilidade fornecendo alguns parâmetros físicos como a concentração crítica (ε_{sc}).

$$k = k_0 \left(\frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{-\eta} \quad (3.40)$$

na qual k_0 , ε_{sc} e η são os parâmetros.

- Trabalhos realizados por Arouca (2003) mostraram que para relações de permeabilidade, um modelo representado pela Equação (3.41) obteve ajustes satisfatórios, para sedimentos em suspensões aquosas de caulim.

$$k_s = \frac{1}{c_0 + c_1 \varepsilon_s} \quad (3.41)$$

3.8. Unidade Experimental de Filtração em Alta Pressão

Como o intuito de estender o conhecimento do comportamento da pressão no sólido em regiões de alta pressão e alta concentração de sólidos foram conduzidos testes com um filtro de alta pressão tipo HTHP (high temperature – high pressure).

A unidade de filtração, desenvolvida e comercializada pela empresa *OFI Testing Equipment, Inc* (OFITE) modelo 170-50 é uma unidade experimental dinâmica onde podem ser conduzidos testes sob condições variadas de pressão, temperatura e agitação no interior da célula de filtração. A Figura (3.19) apresenta a unidade utilizada.



Figura 3.19: Unidade de filtração HTHP

A unidade é constituída de um eixo motorizado equipado com uma hélice que imprime agitação no interior da célula de filtração. A faixa de velocidade varia de 200 a 2740 rpm com resolução de 20 rpm através de um potenciômetro contido no controlador de velocidade. A posição da hélice dentro da célula de filtração pode ser ajustada em diferentes alturas permitindo ensaios com agitação próximo a torta formada durante a filtração ou distante dela.

A célula de filtração possui a capacidade de 500 mL e dimensões de 6,35 cm de diâmetro e 16 cm de altura onde na parte inferior podem ser usados alguns elementos filtrantes como papel, tela ou cerâmica. Para os testes realizados neste trabalho foi utilizada a cerâmica como elemento filtrante na qual o diâmetro médio dos poros é de 35 μm . A Figura (3.20) ilustra a hélice de dispersão (A), célula de filtração (B) e cerâmica (C) ao lado o conjunto sendo montados.



Figura 3.20: Dispositivo de filtração em alta pressão

Junto à hélice de dispersão (A), encontra-se a entrada de pressão que é fornecida por um cilindro de gás nitrogênio onde a máxima pressão de trabalho do filtro é de 1350 psi. Na parte superior da hélice tem-se a entrada e saída de água proveniente de uma bomba d'água submersa de baixa potência. A água injetada dentro da hélice tem o objetivo de resfriar as gaxetas de vedação em ensaios que utilizem a agitação, proporcionando uma maior vida útil das gaxetas.

O controle de pressão de entrada e saída da célula era ajustado por registros fixados na tomada de pressão do cilindro a Figura (3.21) apresenta este controle.



Figura 3.21: Controle de pressão da unidade de filtração em alta pressão

A resolução das válvulas é de aproximadamente 5 psi sendo possível ajustes precisos na queda de pressão do fluido uma vez que foram efetuados testes variando a queda de pressão em 14,5 psi. Como se pode observar pela Figura (3.21) na parte inferior dos registros há duas válvulas de segurança que reduzem a pressão no interior da célula caso ultrapasse o valor de 1350 psi na entrada e 750 psi na saída.

3.9. Obtenção da Concentração Volumétrica e Tensão nos Sólidos em Altas Pressões

Os experimentos efetuados na unidade de alta pressão seguem os princípios da “teoria simplificada da filtração” abordada por Massarani (2002), a qual admite que a velocidade superficial da torta seja substancialmente menor que a do líquido, ou seja, a velocidade do líquido é apenas função do tempo de filtração.

Nos testes foram utilizadas suspensões com concentração de sólidos (c) de 14,5% em massa ou 5% de concentração volumétrica de sólidos, originando uma suspensão com 450

mL. A suspensão homogeneizada foi despejada dentro da célula de filtração que já se encontrava com a cerâmica de 35 μm (meio filtrante). A suspensão foi mantida em agitação a 900 rpm por três minutos no interior da célula de forma a promover a homogeneização. Foi então aplicada uma queda de pressão constante no sistema, iniciando a filtração. A vazão de filtrado diminuiu à medida que se formava a torta. O tempo decorrido para cada 30 mL de filtrado gerado foi cronometrado. A filtração prosseguiu até que se atingiu um volume de 350 mL de filtrado, considerado como o fim da filtração. A torta foi removida cuidadosamente da célula de filtração e levada para análise do teor de líquido.

A secagem da torta foi efetuada em uma estufa de laboratório com controle de temperatura da marca Quimis® (modelo Q317B22) por 2 dias a 80°C garantindo assim completa remoção de água do seu interior. Testes comparativos com temperaturas superiores foram efetuados, mostrando que a altas temperaturas o sólido se cristalizou de forma reter certa umidade em seu interior.

A concentração de sólidos em uma torta de filtração pode ser determinada pela razão entre a massa da torta úmida e molhada.

$$\varepsilon_s = \frac{v_s}{v_t} \quad (3.42)$$

$$\varepsilon_s = \frac{v_s}{v_s + v_f} \quad (3.43)$$

Sendo v_s , v_f e v_t volume de sólido, de líquido e total da torta respectivamente. Com

$v_s = \frac{m_s}{\rho_s}$ e $v_f = \frac{m_f}{\rho_f}$ chegamos a,

$$\varepsilon_s = \frac{\frac{m_s}{\rho_s}}{\frac{m_s}{\rho_s} + \frac{m_f}{\rho_f}} \quad (3.44)$$

em que m_s e m_f é a massa de sólido e de líquido contidos na torta respectivamente, logo, simplificando, a Equação (3.44) recai em:

$$\varepsilon_s = \frac{m_s \rho_f}{m_s \rho_f + m_f \rho_s} \quad (3.45)$$

dividindo o numerador e o denominador por m_s obtem-se a Equação (3.46).

$$\varepsilon_s = \frac{\rho_f}{\rho_f + \frac{m_f}{m_s} \rho_s} \quad (3.46)$$

Considerando que $m_f = m_t - m_s$ chegamos a Equação (3.48) que relaciona a concentração volumétrica com a razão entre a massa da torta molhada e seca (y).

$$\varepsilon_s = \frac{\rho_f}{\rho_f + \left(\frac{m_t}{m_s} - 1 \right) \rho_s} \quad (3.47)$$

$$\varepsilon_s = \frac{\rho_f}{\rho_f + (y - 1) \rho_s} \quad (3.48)$$

Com m_t sendo a massa da torta úmida (sólido + líquido).

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são abordadas algumas equações constitutivas obtidas a partir dos experimentos laboratoriais, discutindo-se os resultados e comparando-se o comportamento dos sólidos em técnicas distintas como em sedimentação natural, na filtração a uma ampla faixa de queda de pressão e em fluidos com diferentes comportamentos reológicos. Análises estatísticas também foram avaliadas, proporcionando confiabilidade nos resultados.

4.1. Testes preliminares.

Testes preliminares descritos no Capítulo (3) se mostraram necessários e colaboraram na reprodutibilidade entre as réplicas reduzindo os erros estatísticos e instrumentais. Os resultados da voltagem ótima, tempo de resolução do sistema e a curva de calibração são abordados e discutidos a seguir.

Voltagem Ótima

A seleção da voltagem ótima conduzida segundo critérios apresentados na Secção (3.3.1) mostrou o comportamento das leituras do sistema de detecção em função da voltagem aplicada descritos na Figura (4.1).

A voltagem ótima é aquela na qual as leituras apresentaram a maior contagem de pulsos por segundo que é proporcional à quantidade de radiação que atravessa o meio físico. Logo, a voltagem definida foi de 900 V como podemos observar na Figura (4.1).

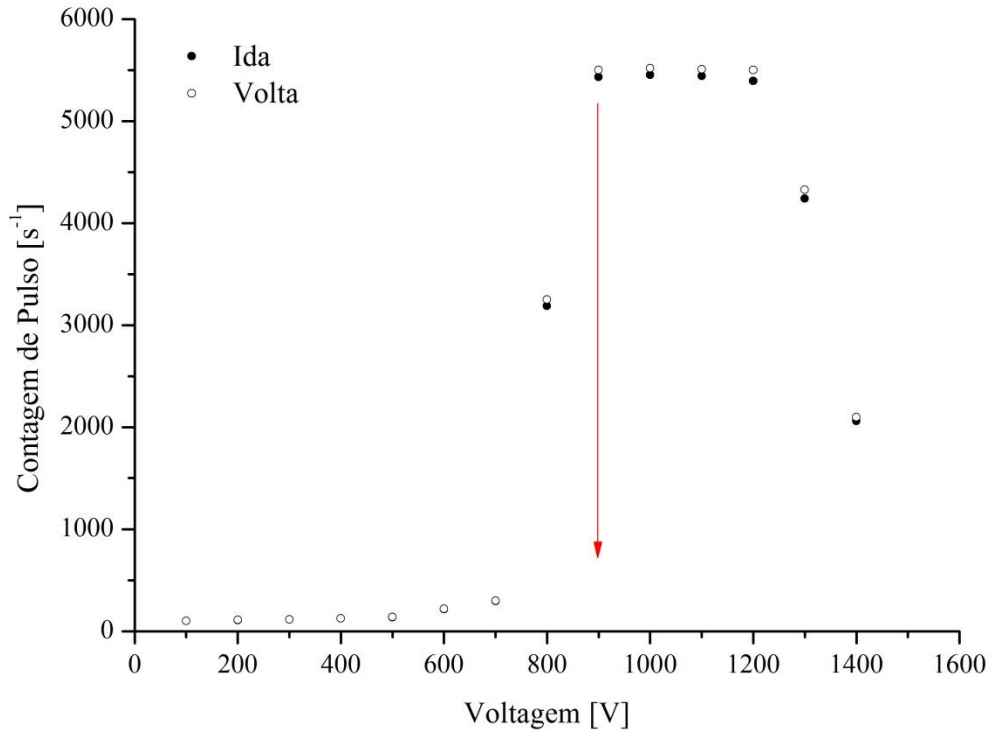


Figura 4.1: Determinação da voltagem ótima

As leituras de ida e volta são praticamente idênticas mostrando uma baixa histerese no equipamento. Através dos resultados da otimização pode-se dizer que pequenas flutuações que ocorram no nível de tensão causariam erros desprezíveis na contagem de pulso.

Tempo de Resolução do Sistema

Todas as leituras efetuadas pelo sistema de detecção da TARG foram corrigidas pelo tempo de resolução do sistema, pois é o tempo de processamento do sistema, ou seja, o tempo em que dois pulsos devem estar separados para serem detectados como pulsos distintos. Essa correção foi efetuada conforme Equação (3.21) detalhada na Secção (3.4.2).

$$R = \frac{I}{(1 - \tau I)} \quad (4.1)$$

Os resultados da avaliação do tempo de resolução do sistema são apresentados na Tabela (4.1).

Tabela (4.1): Determinação de tempo de resolução do sistema.

Descrição	Valores
Contagem sem anteparo	5122,71
Contagem com bloco A e B	2899,63
Contagem com bloco A	3603,48
Contagem com bloco B	4127,63
Contagem Background (I_G)	0,28
Fonte I_{AB}	2223,08
Fonte I_A	1519,23
Fonte I_B	995,08
Tempo Morto (τ) [s]	1,77E-04

O valor de 177 μ s já era esperado uma vez que trabalhos anteriores (AROUCA, 2003, 2007) reportam um tempo morto aproximado ao encontrado. Tal parâmetro tem forte relação com a marca e modelo dos processadores e ele pode ser interpretado como: quando dois pulsos “chegam” ao sistema de detecção, o sistema conta como um único pulso se o intervalo de tempo entre estes dois pulsos for inferior ao tempo morto calculado.

Curva de Calibração

Como já mencionado a técnica de atenuação de raios gama (TARG) implica em conhecer a curva de calibração do sistema que relaciona a incidência da radiação antes e após a passagem pela suspensão de concentração volumétrica de sólidos (ϵ_s) conhecida.

A calibração é efetuada segundo procedimento descrito na Secção (3.4.3) e os resultados apresentados na Figura (4.2). O parâmetro B foi estimado pela regressão linear da Equação (3.10) abordada na Secção (3.4.1)

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = B\epsilon_s \quad (4.2)$$

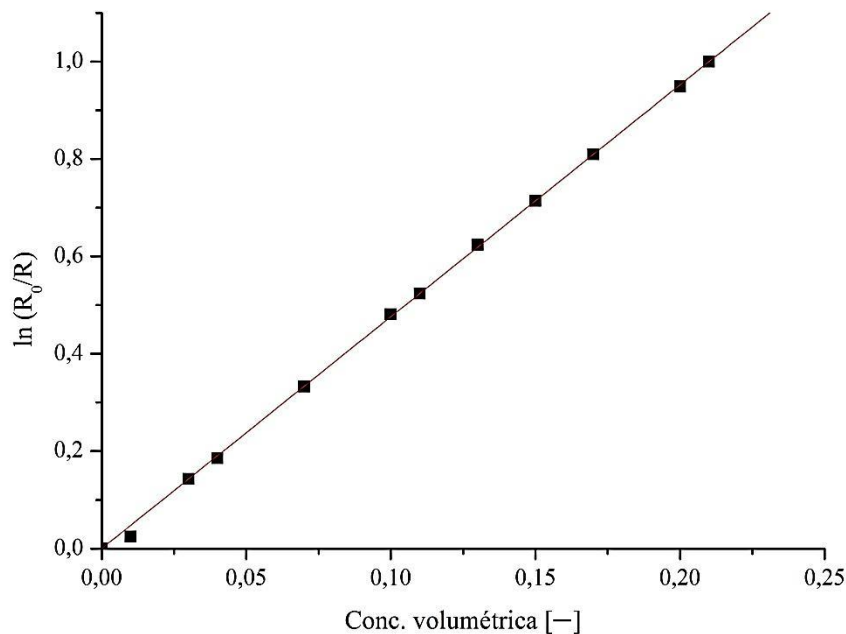


Figura 4.2: Curva de calibração para o carbonato de cálcio.

Calculou-se então a coeficiente B para a suspensão de carbonato de cálcio que foi de $(4,760 \pm 0,025)$ o coeficiente de correlação de Person ao quadrado foi ($r^2=0,999$) mostrando um excelente ajuste da reta aos dados experimentais.

4.2. Determinação Equações Constitutivas para Suspensões de Carbonato em Água.

Perfil de distribuição de concentração nos sedimentos

O procedimento desenvolvido por Damasceno (1992) para obtenção das distribuições de concentrações de sólidos em sedimentos, descrito na Secção (3.7), é utilizado para obtenção dos resultados deste trabalho. Tal metodologia foi empregada em trabalhos de Ruiz (2000) e Arouca (2003, 2007).

De posse da curva de calibração, foi possível determinar a distribuição de concentração em sedimentos de carbonato de cálcio, que é apresentado na Figura (4.3) onde a concentração inicial de sólidos foi de 12% sob condição de não escoamento.

Logo, efetuou-se outro procedimento, que permitiu o escoamento de água através do meio poroso, efetuado sob controle de uma válvula situada na saída do tubo de teste como apresentado na Secção (3.1). Tal controle garantiu a vazão constante de água por gotejamento que foi de $q_f = 5,22 \cdot 10^{-6} / 5,06 \cdot 10^{-6} / 4,90 \cdot 10^{-6}$ m/s para as réplicas A/B/C respectivamente. Cessado o escoamento pode-se observar uma nova acomodação do sedimento apresentado na Figura (4.4).

Os testes foram realizados em triplicata (A, B e C) para os dois casos (com e sem escoamento) garantindo a confiabilidade dos resultados. Nota-se que os testes obtiveram uma reprodutibilidade satisfatória, dada a baixa flutuação nos resultados, como destacado nas Figuras a seguir. As flutuações aumentaram à medida que a posição z aumenta. Este fato pode ser explicado, pelas imprecisões que ocorrem nas leituras, nas proximidades da interface sólido-líquido.

A sedimentação ocorreu por decantação natural, onde após 48 horas obteve-se um sedimento com altura igual a 11,8 cm antes da percolação e 9,8 cm após a percolação.

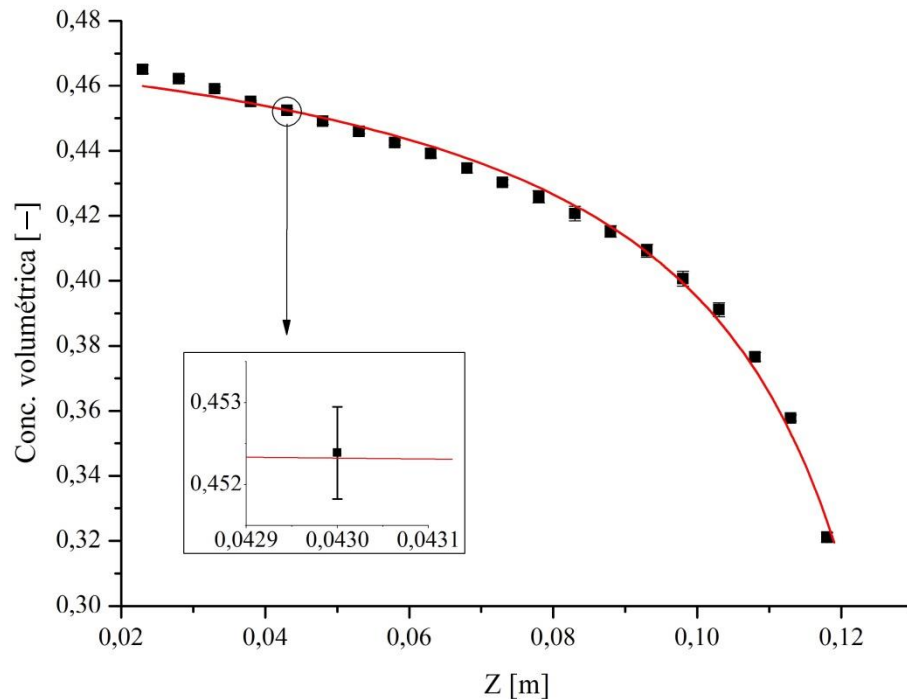


Figura 4.3: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$ em condição de não escoamento.

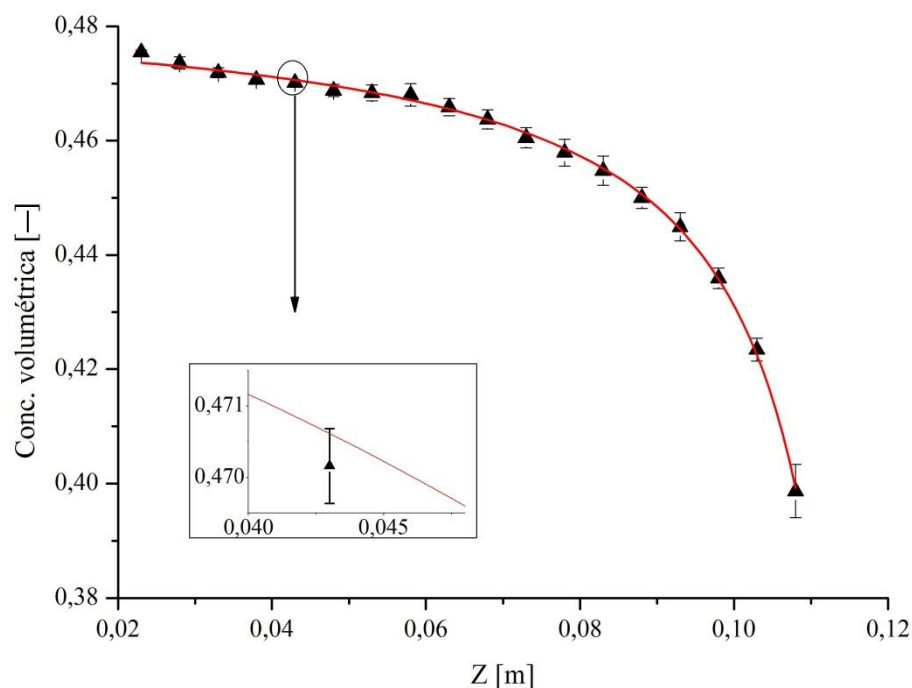


Figura 4.4: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$ após percolação da água.

Após a percolação do líquido pode-se notar claramente que houve uma compactação do sedimento originando uma nova distribuição. Tal fenômeno é justificado pela dinâmica de separação e o processo de compactação na sedimentação, em que materiais pulverulentos usados no âmbito científico e industrial em vários processos de separação apresentam distribuições de tamanho de partículas. Naturalmente, partículas maiores quando imersas em meio fluido, tendem a sedimentar mais rapidamente pela ação de seu peso, comparado a outras de peso inferior. À medida que as partículas maiores se movem no sentido do fundo do tubo de teste, volume igual de líquido move-se em sentido contrário, logo partículas menores tem sua sedimentação retardada pela ascensão do fluido. As partículas maiores tendem a preencher primeiro a base do tubo de teste, em seguida as partículas menores adentram no meio poroso criado pelas primeiras, até certo nível de porosidade, que por fim se depositam nas camadas mais superficiais do sedimento.

Com a percolação de fluido através do sedimento, ocorre um arraste das partículas menores no sentido do fundo do tubo de teste, promovendo assim uma nova acomodação de partículas com maior compactação do sedimento.

Em ambos os casos, tem-se maiores concentrações na base do tubo de teste, devido ao processo natural de sedimentação que produz camadas comprimidas pela ação do próprio peso das camadas superiores. Esse fenômeno mostra-se expressivo quanto mais compressível for o material em sedimentação.

O carbonato de cálcio mostrou-se com alto nível de acomodação atingindo concentrações máximas de $\varepsilon_{sm}=46,6\%$ e $\varepsilon_{sm}=47,6\%$ antes e após a percolação de água, respectivamente. Trabalhos realizados por Arouca (2007) mostraram que partículas com maior esfericidade tende a promover uma maior acomodação de seu sedimento como é o caso de suspensões com micro esferas de vidro.

Com auxílio do software *Statistica* ® versão 7, os dados experimentais foram tratados de forma a obter equações que represente tal fenômeno. A Equação (3.34) proposta por (AROUCA, 2003) foi utilizada e seus parâmetros são apresentados na Tabela (4.2), para experimentos realizados sob condição de não escoamento.

$$\varepsilon_s = \frac{\varepsilon_{sm} + az}{1 + bz} \quad (4.3)$$

Os parâmetros foram estimados com um intervalo de confiança de 95%.

Tabela 4.2: Parâmetro determinados para Equação (4.3), obtidos em experimentos com e sem escoamento.

Condição	Parâmetro	Valores	r^2
Sem Escoamento	$\varepsilon_{sm} [-]$	$0,466 \pm 0,002$	0,992
	$a [m^{-1}]$	$- 3,43 \pm 0,04$	
	$b [m^{-1}]$	$- 6,9 \pm 0,139$	
Com escoamento	$\varepsilon_{sm} [-]$	$0,476 \pm 0,001$	0,998
	$a [m^{-1}]$	$- 3,99 \pm 0,012$	
	$b [m^{-1}]$	$- 8,22 \pm 0,035$	

Os coeficientes de correlação (R^2) encontrados, mostram que o modelo ajusta-se bem aos dados experimentais, onde 99% da variabilidade dos dados são explicadas pelo modelo.

A correlação se manteve, com e sem escoamento indicando que a equação pode ser usada em outras faixas de vazão.

As flutuações entre as réplicas foram maiores para os experimentos com escoamento, pois não é possível conseguir vazões exatas com a válvula de controle, mas apenas aproximações.

Obtenção da tensão nos sólidos em função da concentração local

Tendo as distribuições de concentrações dos sedimentos $\varepsilon_s(z)$ representada pela Equação (4.3), onde os parâmetros são apresentados na Tabela (4.2), não submetidos a escoamento de água, pode-se determinar a função $P_s(\varepsilon_s)$ pela metodologia abordada na Secção (3.7.1) através da Equação (3.36).

$$P_s = (\rho_s - \rho_f) g \int_0^L \varepsilon_s(z) dz \quad (4.4)$$

Os parâmetros ρ_s, ρ_f, g e L utilizados foram 2.9148 Kg/m^3 , 1.000 Kg/m^3 , $9,81 \text{ m/s}^2$ e $0,118 \text{ m}$, respectivamente.

Conhecida a pressão nos sólidos para cada concentração volumétrica local, foram estimados por regressão não linear os parâmetros da equação proposta por Tiller e Leu (1980) Equação (3.39).

$$P_s = P_a \left[\left(\frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{1/\beta} - 1 \right] \quad (4.5)$$

A Figura (4.5) apresenta o diagrama que relaciona a pressão nos sólidos com as concentrações volumétricas locais em triplicata, assim como o modelo ajustado. Os erros experimentais associados às réplicas podem ser observado nas barras verticais e horizontais de cada ponto do diagrama, com auxílio de uma nova escala gráfica uma vez que a réplicas obtiveram ótima reprodutibilidade.

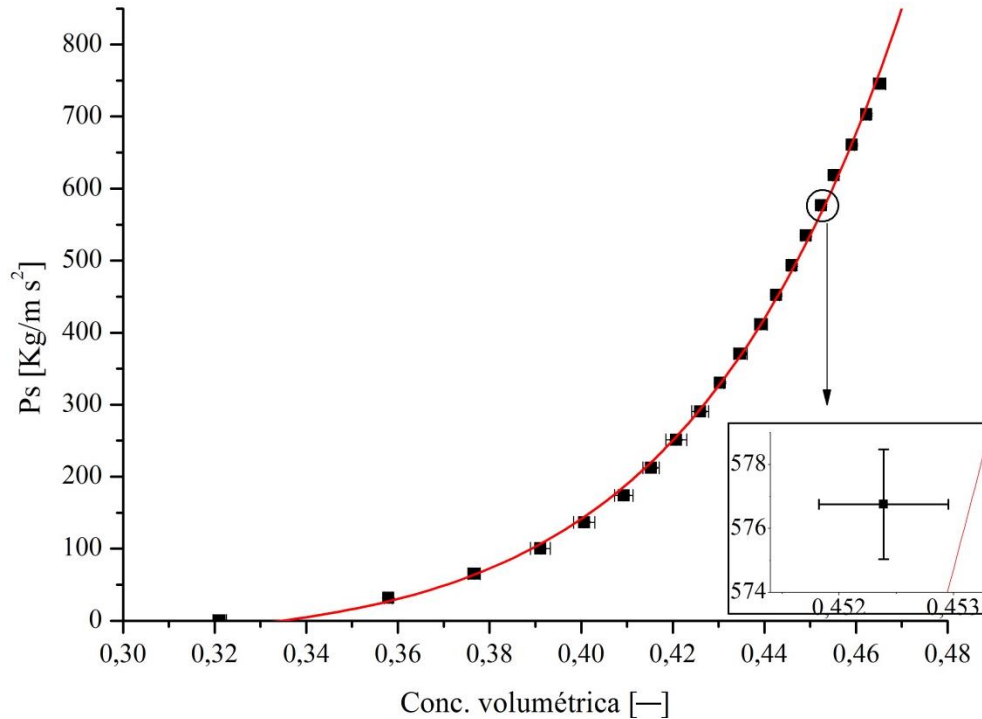


Figura 4.5: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=12\%$.

Assim como nos resultados de distribuição da concentração volumétrica, os cálculos da pressão no sólido mostraram bons resultados, pois os erros dos cálculos da pressão são proporcionais aos erros nas medidas de concentração sólidos.

Tabela 4.3: Parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980) para pressão nos sólidos ($\varepsilon_{s0}=12\%$).

Parâmetros	Valores	r^2
Pa [kg/m ²]	27,028	0,999
ε_{sc} [-]	0,335	
$1/\beta$ [-]	10,242	

Os parâmetros ajustados são válidos para faixa de concentração entre $0,31 \leq \varepsilon_s \leq 0,47$ dado que 99% dos dados se ajustam ao modelo por estes descrito.

A equação de Tiller e Leu (1980) é a mais comumente utilizada para descrever pressões nos sólidos, por apresentar informações importantes como concentração crítica ε_{sc} , onde a pressão tende a zero quando ε_s tende a ε_{sc} . Quando $\varepsilon_s < \varepsilon_{sc}$ a equação reporta a

valores negativos de P_s , o que pode ser interpretado como o efeito da concentração de sólidos na pressão ser desprezível para valores abaixo de ε_{sc} .

Obtenção da permeabilidade em função da concentração local

A permeabilidade pode ser obtida a partir da nova distribuição de concentração de sedimentos após a percolação de líquido com vazão constante, apresentado na Figura (4.4). A Equação (3.37), derivada da equação do movimento para o constituinte sólido reporta a permeabilidade e faz necessário conhecimento de uma função que $P_s(\varepsilon_s)$, que neste trabalho foi utilizada a equação de Tiller e Leu (1980) obtida na secção anterior onde seus parâmetros são listados na Tabela (4.3),

$$k = \frac{\mu q_f}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{d\varepsilon_s}{dz} - (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (4.6)$$

onde, ε_s é a concentração de sólidos, μ a viscosidade do fluido, q_f velocidade superficial do líquido, ρ_f e ρ_s as densidades do sólido e fluido, e g a constante gravitacional.

Os testes foram efetuados em triplicata com velocidade superficial de percolação do líquido q_f igual a $5,22 \cdot 10^{-6} / 5,06 \cdot 10^{-6} / 4,90 \cdot 10^{-6}$ m/s para as réplicas A/B/C respectivamente.

Os resultados obtidos são apresentados na Figura (4.6) para suspensão de carbonato de cálcio em água com $\varepsilon_{s0} = 12\%$, submetido à condição de escoamento.

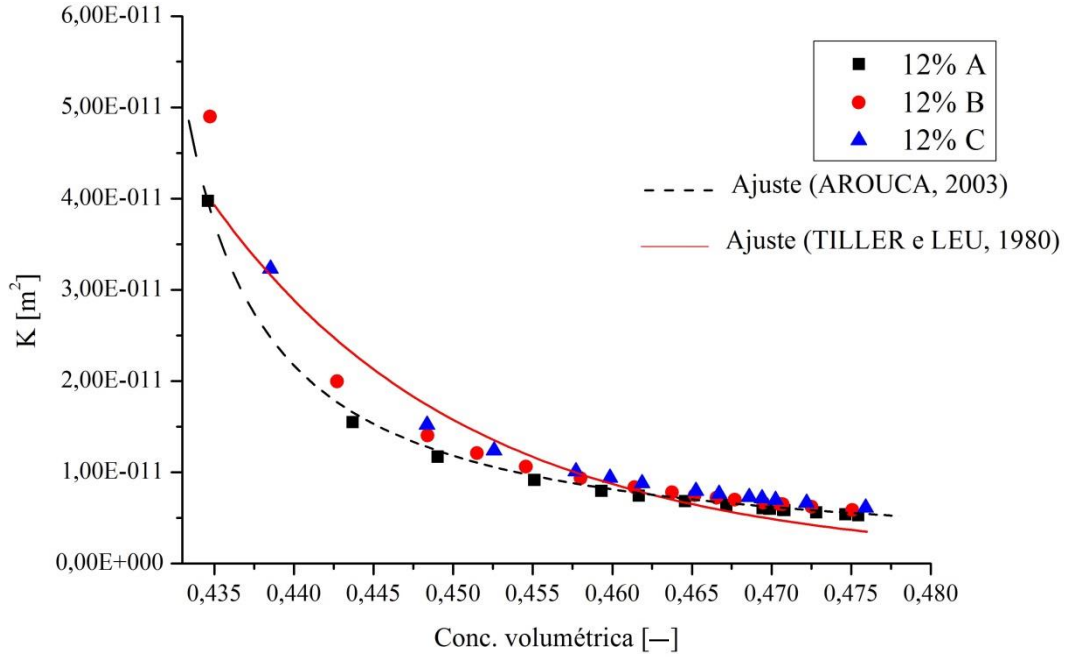


Figura 4.6: Permeabilidade para suspensão aquosa de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0} = 12\%$.

Para predição da permeabilidade, foram testados dois modelos, um proposto por Arouca (2003) representado pela Equação (3.41), e outro modelo desenvolvido por Tiller e Leu (1980) Equação (3.40).

$$k_s = \frac{1}{c_0 + c_1 \varepsilon_s} \quad (3.41)$$

$$k = k_0 \left(\frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{-\eta} \quad (3.40)$$

Embora seja um dos modelos mais utilizados na literatura, para estimar a permeabilidade como função da concentração volumétrica, (TILLER e LEU, 1980) não obteve uma boa correlação para os dados experimentais, quando comparado com o modelo proposto por Arouca (2003). Embora a Equação (3.40) apresente informações importantes do fenômeno físico, como a concentração crítica ε_{sc} . A Tabela (4.4) mostras os resultados dos ajustes.

Tabela 4.4: Parâmetros dos modelos para permeabilidade para solução aquosa de carbonato $\varepsilon_{s0} = 12\%$.

Modelo	Parâmetros	Valores	r^2
(AROUCA, 2003)	$c_0 \text{ [m}^{-2}\text{]}$	$-1,65 \cdot 10^{12} \pm 2,59 \cdot 10^{10}$	0,995
	$c_1 \text{ [m}^{-2}\text{]}$	$3,86 \cdot 10^{12} \pm 5,95 \cdot 10^{10}$	
(TILLER e LEU, 1980)	$k_0 \text{ [m}^2\text{]}$	$7,3 \cdot 10^{-11} \pm 3,0 \cdot 10^{-12}$	0,948
	$\varepsilon_{sc} \text{ [-]}$	$0,42 \pm 0,08$	
	$-\eta \text{ [-]}$	$27,0 \pm 1,0$	

O parâmetro ε_{sc} obteve boa aproximação com os dados experimentais, onde quando a concentração volumétrica é maior que este parâmetro a permeabilidade tende a zero.

Influência da concentração inicial nas equações constitutivas para suspensões aquosas de carbonato de cálcio.

Assim como já estudado por Arouca (2003) foram efetuados novos testes com o intuito de avaliar se a distribuição de concentração de sólidos, em suspensões aquosas de carbonato é uma característica intrínseca do carbonato ou se depende da concentração inicial. Foi conduzido um teste com concentração inicial de 11% e analisado o comportamento da sua distribuição de sólidos, que é apresentada na Figura (4.7) com testes efetuados em triplicata. Como se pode observar na Figura (4.7) os experimentos obtiveram uma ótima reprodutibilidade com baixas flutuações entre as réplicas.

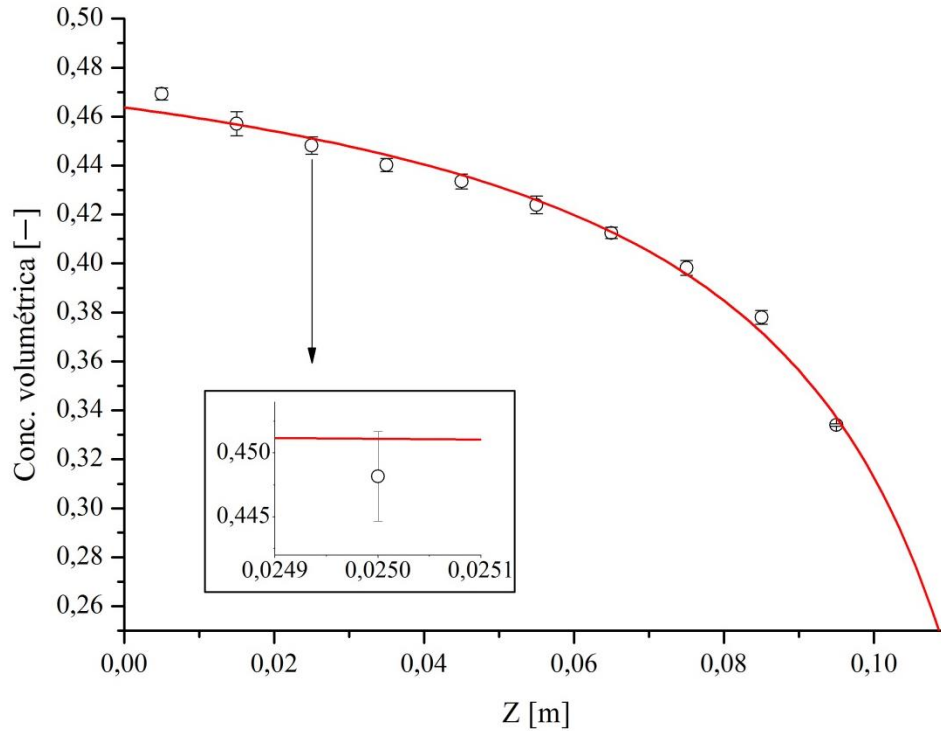


Figura 4.7: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11\%$ em condição de não escoamento.

Como já esperado, a altura total do sedimento ($z = 9,8$ cm) para concentração inicial de 11% foi inferior quando comparado com 12% ($z = 11,8$ cm). No entanto, o modelo para o perfil de concentração proposto por Arouca (2003), obteve um ótimo ajuste satisfatório aos dados experimentais. Na Tabela a seguir são apresentados os parâmetros ajustados.

Tabela 4.5: Parâmetros da Equação (4.3).

ε_{s0}	Parâmetro	Valores	r^2
11%	ε_{sm} [-]	$0,464 \pm 0,003$	0,990
	a [m^{-1}]	$-3,7 \pm 0,1$	
	b [m^{-1}]	$-7,2 \pm 0,4$	

Sendo as concentrações máximas muito próximas, $\varepsilon_{sm}=46,4$ e $46,6\%$ para sedimentos de carbonato de cálcio em água com $\varepsilon_{s0}=11$ e 12% , respectivamente e sob condição de não escoamento, isto mostra que os perfis de concentração podem ser

independentes da concentração inicial. A Figura (4.8) mostra o comportamento de tal perfil, quando a concentração inicial é modificada.

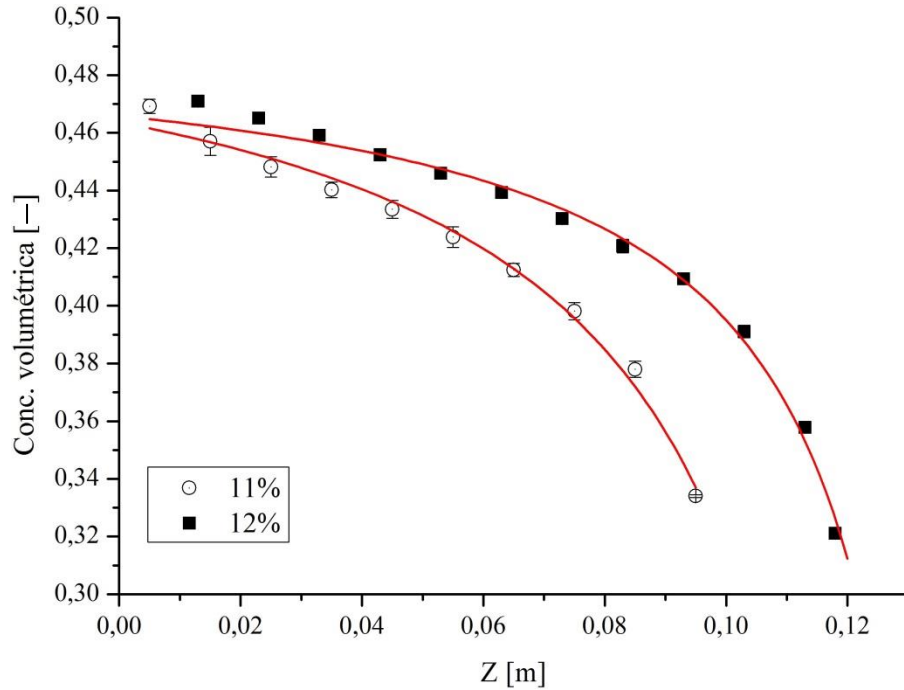


Figura 4.8: Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11$ e 12% em condição de não escoamento.

Mesmo que a altura máxima do sedimento seja função da concentração inicial, os perfis de concentração não serão função da mesma, ou seja, o perfil de concentração, segue a mesma tendência, independentemente da concentração inicial como já foi abordado por Arouca (2003) com testes efetuados com caulim nas concentrações iniciais de 8, 9, 10, 11 e 12%.

O que ocorre é que há apenas um deslocamento do perfil de concentração de sólidos, com o aumento da concentração inicial para uma posição superior ao longo da proveta (AROUCA, 2003), mas mantendo-se a mesma distribuição de concentração.

A distribuição de concentração, tendo a altura z normalizada variando entre 0 (base da proveta) e 1 (altura total do sedimento) é apresentada na Figura (4.9). Os parâmetros da equação normalizada, juntamente com seu coeficiente de correlação é apresentada na Tabela (4.6).

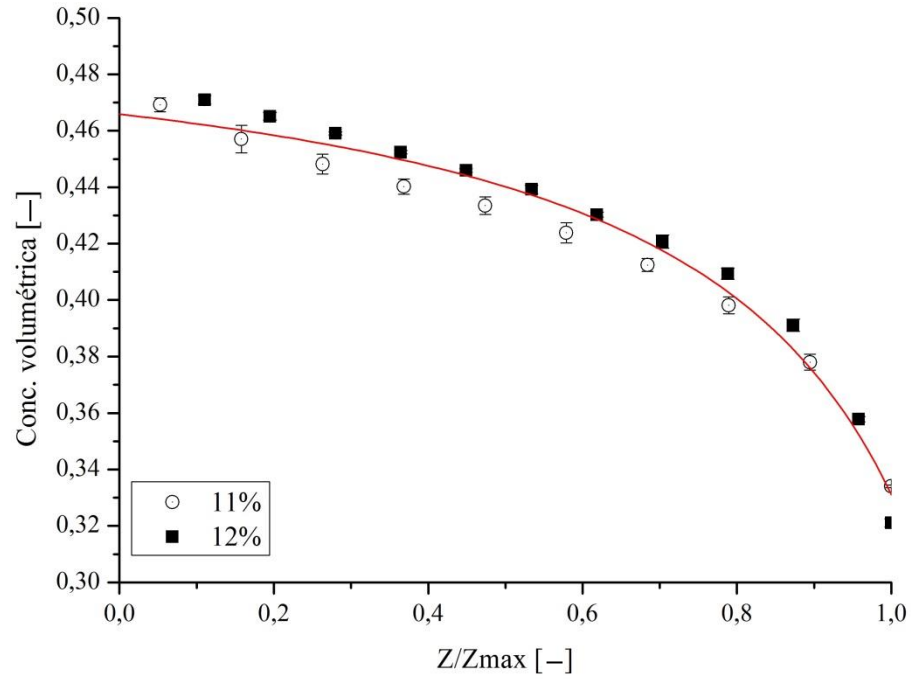


Figura 4.9: Comparação entre os perfis de concentração para concentrações iniciais 11 e 12% sob condição de não escoamento.

$$\varepsilon_s = \frac{\varepsilon_{sm} + a_1 \zeta}{1 + b_1 \zeta} \quad (4.9)$$

Onde $\zeta = z / z_{\max}$.

Tabela 4.6: Coeficientes da Equação (4.9), com $0 \leq \zeta \leq 1$.

ε_{s0}	Parâmetro	Valores	r^2
11% e 12%	$\varepsilon_{sm} [-]$	$0,466 \pm 0,003$	0,980
	$a_1 [-]$	$-0,388 \pm 0,009$	
	$b_1 [-]$	$-0,76 \pm 0,03$	

A correlação manteve-se para concentrações iniciais diferentes, indicando que o modelo pode ser usado em outras faixas de concentração.

Na Figura (4.10) é apresentada a pressão versus concentração dos sólidos, para concentração inicial de 11%. Uma vez que o perfil de distribuição de sólidos é independente da concentração inicial podemos dizer que a pressão nos sólido também é independente de tal parâmetro, como se pode observar na Figura (4.10) que mostra a pressão nos sólido como função da concentração local para $\varepsilon_{s0} = 11$ e 12%.

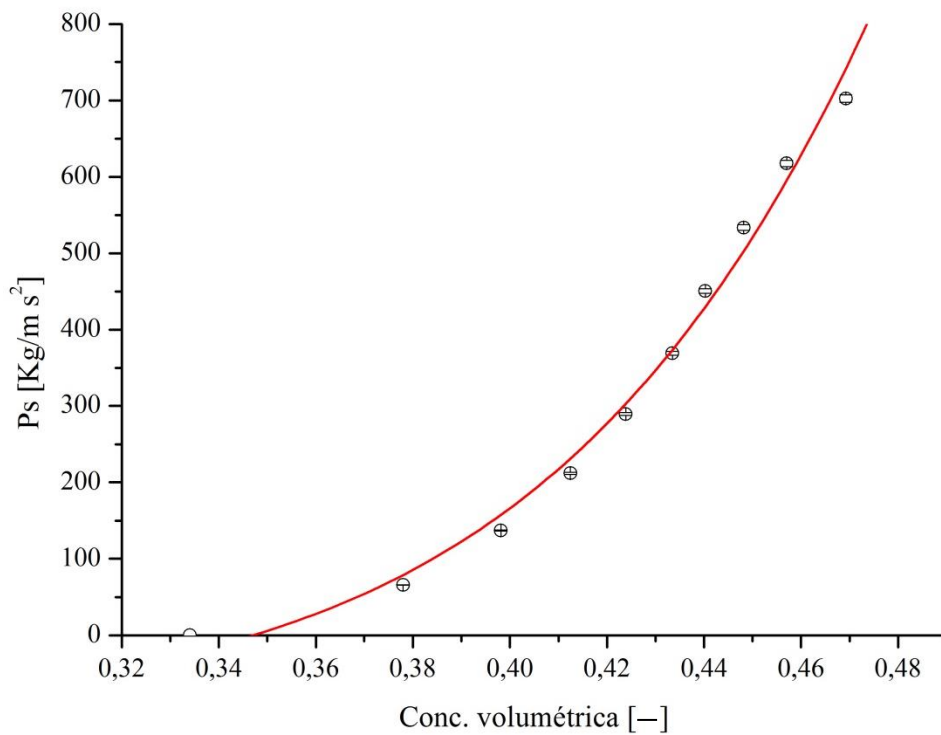


Figura 4.10: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s0}=11\%$.

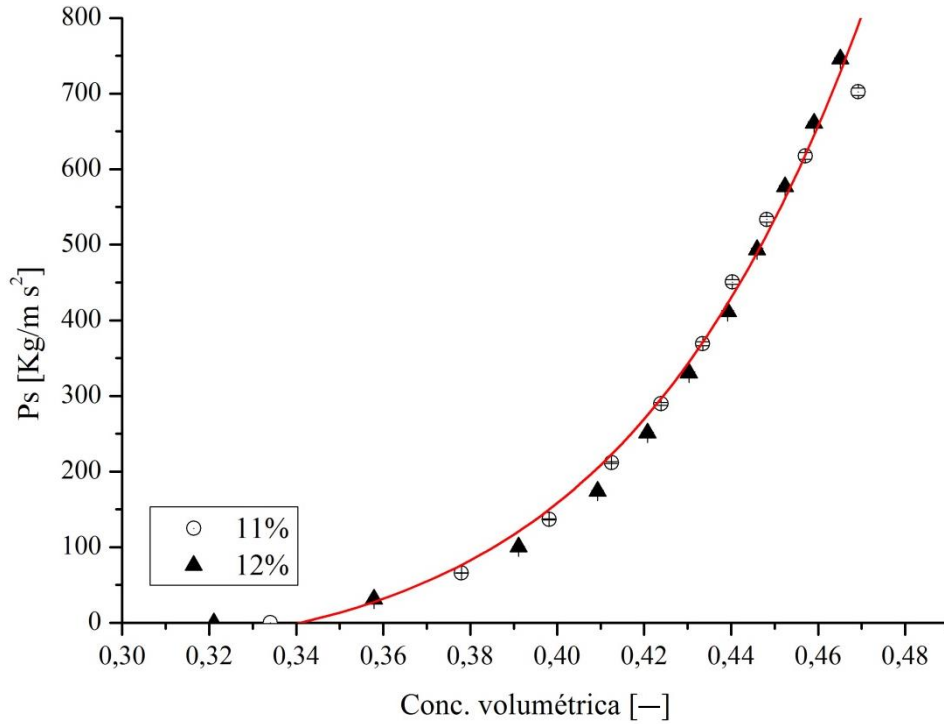


Figura 4.11: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio $\varepsilon_{s,0}=11$ e 12% .

Foi efetuado o ajuste para ambos os casos com o modelo representado pela Equação (4.5). As Figuras (4.10) e (4.11) mostraram não haver mudanças no perfil da pressão nos sólidos quando é usado diferentes concentrações. Logo, o resultado indicou que a tensão nos sólidos é função apenas da concentração local.

Os parâmetros do modelo de Tiller e Leu (1980) obtiveram uma pequena variação principalmente no parâmetro P_a , uma vez que este é mais sensível com a variação de concentração volumétrica ε_s como pode ser observado na Tabela 4.7.

Tabela 4.7: Parâmetros da equação de Tiller e Leu, (1980) para pressão nos sólidos ($\varepsilon_{s0}=11$ e 12%).

ε_{s0}	Parâmetro	Valores	r^2
11%	Pa [Kg/m s ²]	89,335	0,991
	ε_{sc} [-]	0,347	
	$1/\beta$ [-]	7,392	
11 e 12%	Pa [Kg/m s ²]	52,739	0,990
	ε_{sc} [-]	0,341	
	$1/\beta$ [-]	8,686	

Os ajustes são válidos para faixa de concentração de sólidos entre 32 e 47%. Modelos para pressões mais elevadas serão abordados na próxima seção.

4.3. Determinação das Equações Constitutivas em Altas Pressões.

Com auxílio de um filtro de alta pressão tipo HTHP, foram efetuados testes sob queda de pressão (ΔP) constante como descritos na Secção (3.9), onde, por razões de espaço físico do equipamento a concentração volumétrica de carbonato não pôde ser superior a 5%. Mas como já foi exposto neste trabalho e em Arouca (2007), a pressão nos sólidos independe da concentração inicial, e prevê-se comportamento similar da função $P_s(\varepsilon_s)$, variando os parâmetros do modelo de Tiller e Leu (1980) apenas por efeito da pressão.

A Figura (4.12) mostra que o carbonato de cálcio mostrou-se compressível, dado que os gráficos apresentam uma grande inclinação quando se varia a queda pressão ΔP , segundo Massarani (2002).

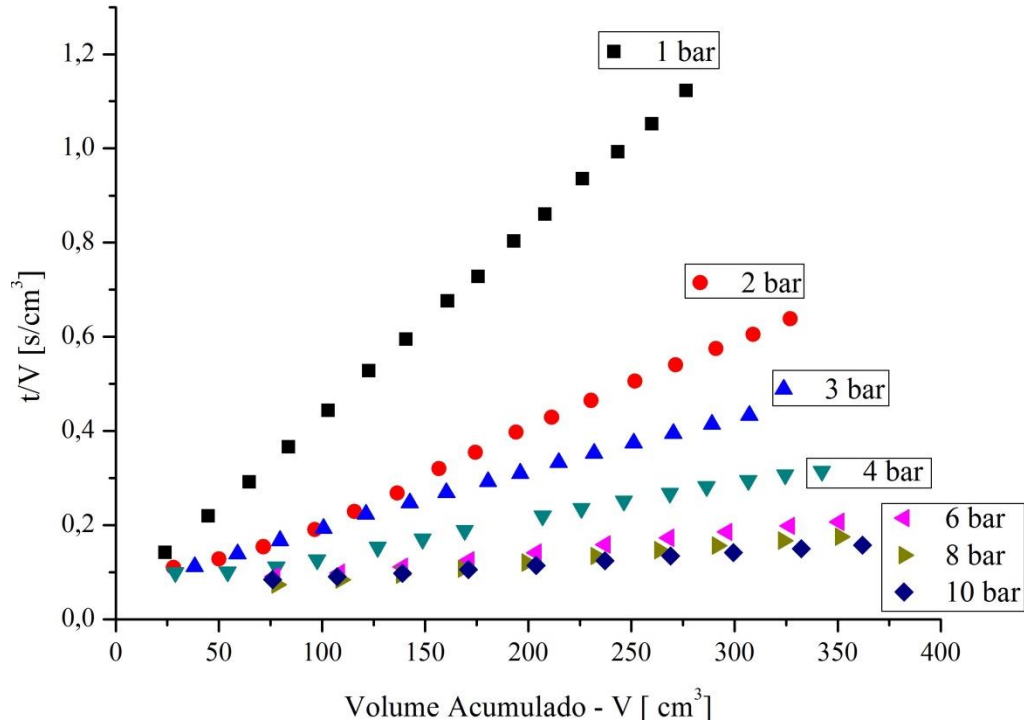


Figura 4.12: Representação gráfica de t/V em função do volume acumulado (Réplica A).

Foram efetuados testes para cada pressão em triplicata, embora seja apresentada no gráfico anterior apenas a réplica. As variabilidades dos dados foram de apenas 2% mostrando que os testes no filtro de alta pressão possuíram considerável reprodutibilidade.

A pressão nos sólidos pode ser deduzida a partir da queda de pressão pela Equação (4.10).

$$\Delta P_{total} = \Delta P = \Delta P_l + \Delta P_s + \Delta P_m \quad (4.10)$$

em que ΔP_l , ΔP_s e ΔP_m são as quedas pressões no líquido, nos sólidos e no meio filtrante.

Os testes efetuados para determinar a queda de pressão no meio filtrante mostraram que o mesmo é depressível frente à queda de pressão total do sistema que foi superior a 1 bar, então a Equação (4.10) se reduz a:

$$\Delta P = \Delta P_l + \Delta P_s \quad (4.11)$$

As quedas de pressão no líquido e no sólido podem ser ponderadas pela concentração volumétrica de sólidos:

$$\Delta P_f = P_f = \varepsilon_f \Delta P \quad (4.12)$$

$$\Delta P_s = P_s = \varepsilon_s \Delta P \quad (4.13)$$

Dada a forma consistente da torta Figura (4.13), formada durante a filtração, foi possível medir com precisão a concentração de sólidos (ε_s) pela razão massa da torta úmida pela massa de torta seca como apresentado na Secção (3.9)



Figura 4.13: Torta formada na unidade de filtração HTHP.

De posse da porosidade da torta pôde-se determinar a pressão nos sólidos como função da concentração de sólidos apresentada na Figura (4.14).

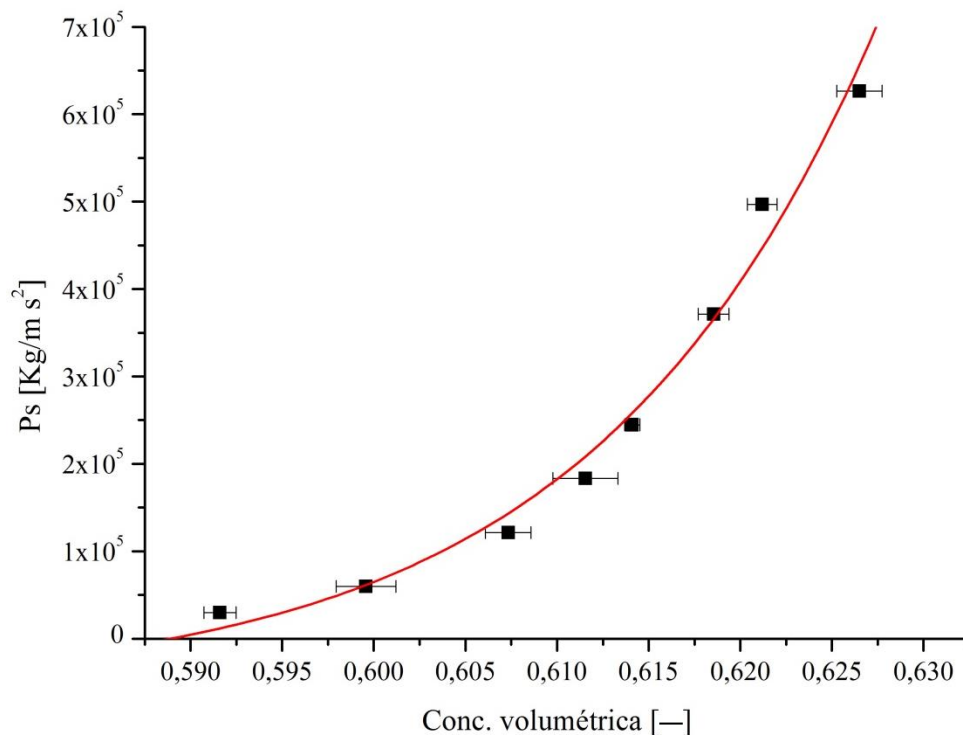


Figura 4.14: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio em altas pressões

Tabela 4.8: Parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980) para filtração em altas pressões.

Parâmetros	Valores	r^2
Pa [Kg/m s ²]	$5,645 \cdot 10^4$	0,984
ε_{sc} [-]	0,59	
$1/\beta$ [-]	40,978	

Analisando a Figura (4.14), observa-se que os ensaios encontram-se em uma região de pressão nos sólidos, já que o carbonato é comprimido e grandes variações de pressão causam baixas variações na concentração de sólidos.

O modelo apresentou bom ajuste aos dados experimentais, com 98,3% da variabilidade dos dados explicada pelo modelo, assim como as variações entre as réplicas que obtiveram reprodutibilidade satisfatória, dado que ocorrem variações da concentração de

sólidos apenas na terceira casa decimal. Logo, os teste de análise de concentração da torta se mostraram muito precisos.

Objetivando extrapolar o modelo de Tiller e Leu (1980) para uma ampla faixa de pressão e concentração de sólidos, foi proposto um ajuste aos dados unificados de pressão nos sólido obtido pela TARG juntamente com os dados da filtração em altas pressões.

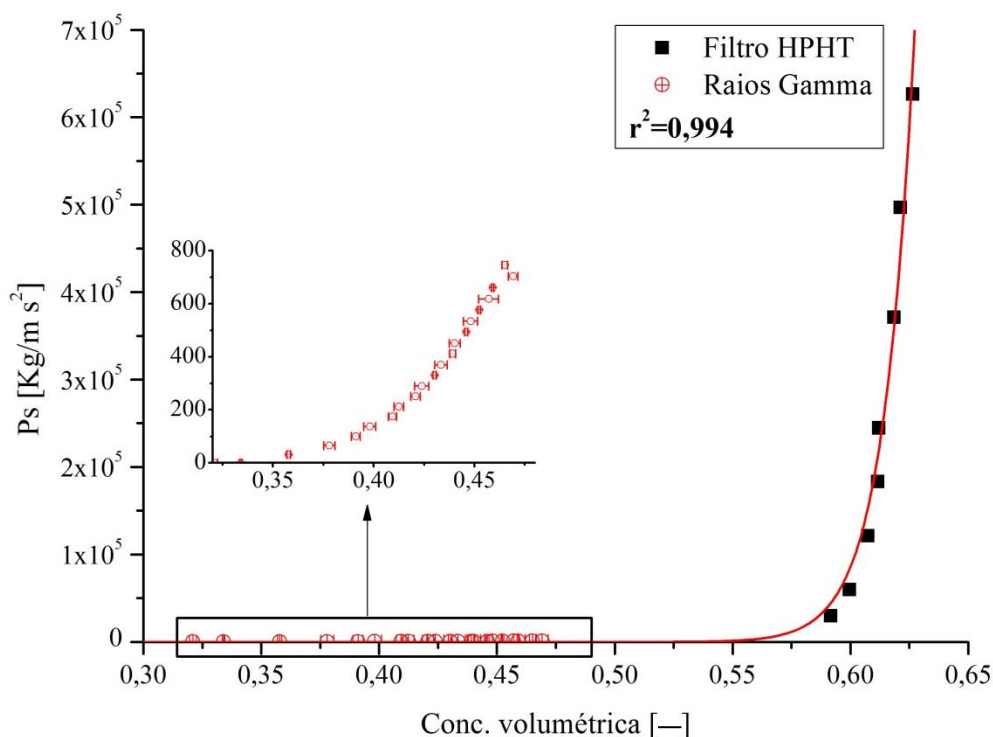


Figura 4.15: Comparação entre técnicas para pressão nos sólidos.

Como se pode observar o ajuste compreendeu 99,4% dos resultados, podendo o modelo prever a pressão nos sólido para uma faixa de concentração volumétrica mais extensiva para o carbonato quando comparado com trabalhos anteriores como de Arouca, (2003, 2007), Damasceno (1992) e Ruiz (2000). Tal ajuste pode ser utilizado na modelagem e dimensionamento de equipamentos e processos de separação sólido-líquido.

A Figura anterior reforça a constatação de que carbonato se mostrou compressível, dado que o mesmo tem a faixa de concentração volumétrica de sólidos externa entre 0,25 e 0,60 sendo 0,60 o seu limite compressibilidade para pressões de até 10 bar.

Tabela 4.9: Parâmetros da equação de Tiller e Leu, (1980) para combinação entre técnica.

Parâmetros	Valores	r^2
Pa [kg/m s ²]	47,21	0,994
ε_{sc} [-]	0,5119	
$1/\beta$ [-]	47,261	

Como podemos observar pouco se variou os parâmetros ε_{sc} e $1/\beta$ comparado ao parâmetro Pa , isso mostra que tal parâmetro é muito sensível as variação de ε_{sc} e $1/\beta$.

4.4. Determinação Equações Constitutivas para Fluidos não-newtonianos.

O comportamento na sedimentação e compactação do sedimento em fluidos não-newtonianos, pôde ser abordado, a partir de testes efetuados com solução aquosa de goma xantana com 0,1% de concentração, conforme metodologia descrita na Seção (3.7.2) . Vale ressaltar que, mesmo sendo baixa a concentração de goma xantana (0,1%), a influência da mesma na sedimentação e compactação do sedimento, se mostrou muito expressiva quando comparada a suspensões aquosas de carbonato. Para as suspensões aquosas de carbonato, foi observado que após 48 horas de repouso não ocorrem mais alterações na concentração de sólidos local, já para suspensões em goma xantana, mesmo após 15 dias (360 horas) ainda observaram mudanças no perfil de concentração de sólidos. Portanto, não foi viável utilizar de soluções com maior concentração de goma xantana, pois retardaria demasiadamente os experimentos.

Na Figura (4.16) pode-se observar, os perfis de concentração de uma suspensão em goma xantana com o tempo, juntamente com o sedimento já estabilizado em suspensão aquosa.

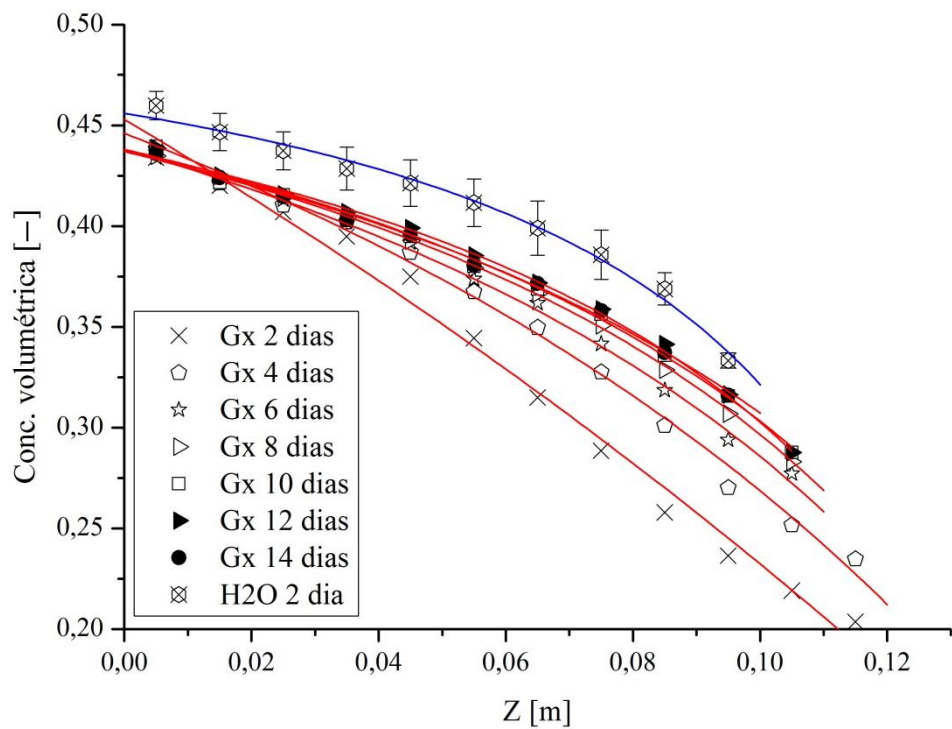


Figura 4.16: Distribuição de concentração para suspensão de carbonato em goma xantana e água.

Para cada dia analisado, foi efetuado um ajuste pela Equação (3.34) mencionada na Secção (3.7.1), onde parâmetros para suspensão de goma xantana, são apresentados na Tabela (4.10), em seguida a Tabela (4.11) apontam os parâmetros para suspensão aquosa.

Tabela 4.10 Parâmetros do ajuste da Equação (3.34) para os dados obtidos a partir de ensaios com suspensões de goma xantana.

Dias	Parâmetros			r^2
	ε_{sm} [-]	a [m ⁻¹]	b [m ⁻¹]	
2	0,453	-2,544	-1,451	0,989
4	0,446	-2,604	-3,090	0,994
6	0,438	-2,680	-4,049	0,997
8	0,437	-2,735	-4,486	0,999
10	0,438	-2,690	-4,425	0,998
12	0,437	-2,863	-5,020	0,997
14	0,437	-2,602	-4,443	0,998

Tabela 4.11 Parâmetros do ajuste da Equação (3.34) para os dados obtidos a partir de ensaios com suspensão aquosa.

Dias	Parâmetros			r^2
	ε_{sm} [-]	a [m ⁻¹]	b [m ⁻¹]	
2	0,456	-3,308	-6,103	0,991

Como se pode observar na Figura (4.16), a compactação do sedimento ocorre em camadas, onde as camadas superiores transferem sólidos para camada imediatamente inferior. Enquanto a concentração no fundo da proveta rapidamente se estabiliza com um lento aumento de concentração com o tempo, camadas superiores têm grandes variações na sua concentração num primeiro instante e que se reduzem com o passar do tempo. Logo, a altura total do sedimento diminui à medida que a concentração local aumenta no decorrer do processo de compactação.

Os valores de concentração máxima ε_{sm} obtidos nos ajustes pouco se modificaram com o tempo, uma vez que as maiores concentrações se encontraram na base do sedimento e a concentração de sólido tem um lento aumento nestas regiões.

Avaliando-se os parâmetros ε_{sm} e a pode-se notar que os mesmos apresentam valores médios 0,441 e -2,69 respectivamente, sem apresentar uma tendência clara ou relação com o tempo. Já o parâmetro b mostra mais claramente uma tendência de redução com o aumento do tempo. Para constatar tal tendência foi efetuada uma regressão não linear com os dados de t e b , representada pela Equação (4.15). A equação obtida um baixo número de parâmetros com um bom ajuste aos dados.

$$b = \frac{1}{a_1 + (a_2 / t^2)} \quad (4.15)$$

Onde a_1 e a_2 são parâmetros a ser determinados e t o tempo em dias. Nota-se um bom ajuste dos parâmetros apresentados na Tabela (4.12) tendo uma correlação com os dados de 98,4%

Tabela 4.12: Parâmetros da Equação (4.15) para sedimentação em suspensão da goma xantana.

Parâmetros	Valores	r^2
a_1	- 0,202	0,981
a_2	- 1,837	

De posse dos parâmetros apresentados na Tabela (4.12), podemos estimar o valor de b para tempos superiores a 14 dias, contudo estimativas tanto mais próxima de 14 dias mais precisas serão, logo foi estimado o valor de b para um período de sedimentação de 30 dias, obtendo $b = -4,90$.

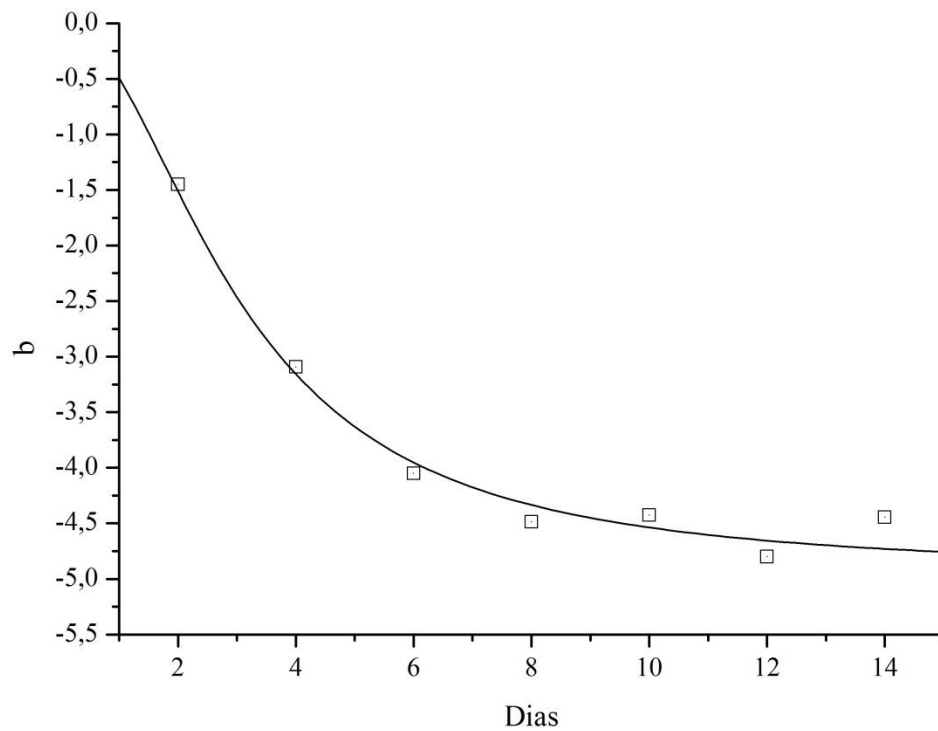


Figura 4.17: Comportamento do parâmetro b da Equação (4.14) em relação ao tempo de sedimentação.

A Figura (4.17) mostra a estimativa da tendência do perfil de concentração após 30 dias de sedimentação juntamente com os dados para suspensão em goma xantana em 14 dias e em água por 2 dias. Os valores dos parâmetros da Equação (4.14) ε_s e a utilizados para a estimativa foram suas médias, já para o parâmetro b foi utilizada sua estrapolação de -4,90.

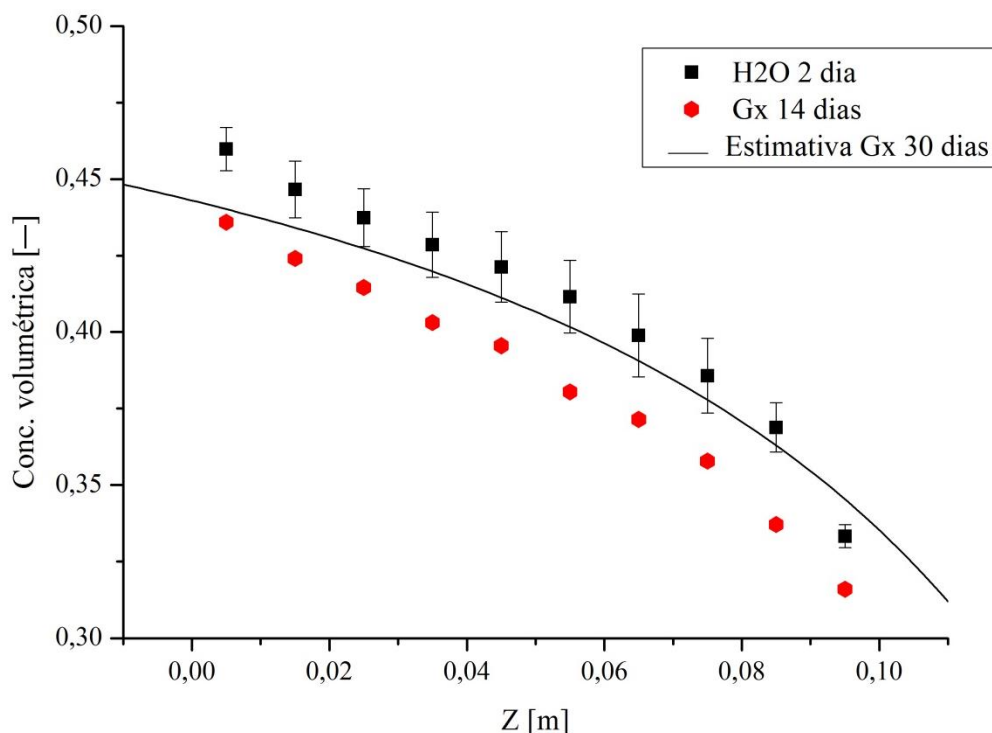


Figura 4.18: Estimativa de tendência do perfil de concentração em goma xantana para 30 dias.

Se pode observar, a estimativa para suspensão de goma xantana em aproximadamente 30 dias é de manter-se bem próximo ao perfil de concentração de sedimentos em suspensões aquosas. Portanto, é provável que o perfil de concentração dos sedimentos tenha uma fraca dependência com o fluido, como mostra os resultados. Já o tempo de sedimentação e compactação tem forte relação com a reologia do meio.

Vale ressaltar que, fluidos com reologia muito acentuada, como soluções aquosas de goma xantana concentradas acima de 0,5%, causariam um retardo tão expressivo na sedimentação, que seria impossível pela técnica aqui abordada (TARG), visualizar uma aproximação dos perfis de concentração de sólidos, quando comprado a suspensões aquosas. Contudo os perfis de concentração de sólidos tendem a se aproximarem estendendo-se o tempo de sedimentação para longos períodos.

Como mostra a Equação (4.4), a pressão nos sólidos depende apenas dos fatores perfil de concentração de sólidos e altura total do sedimento, sendo estes fatores proporcionais entre si. A Figura (4.19) mostra a pressão nos sólidos para sedimento em água após 2 dias e em goma xantana após 14 dias de sedimentação.

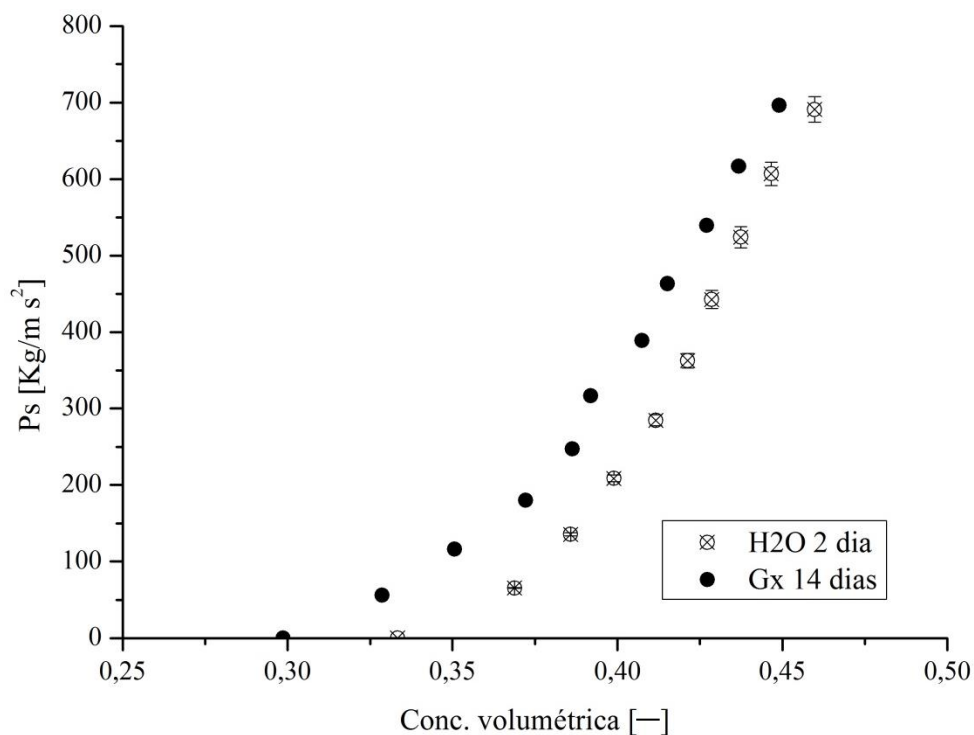


Figura 4.19: Pressão nos sólidos para sedimentos em fluido newtoniano e não-newtoniano.

Assim como o perfil de concentração de sólidos em goma xantana, não houve tempo suficiente para se igualar ao perfil de suspensões aquosas, a pressão nos sólidos também levará um maior tempo para tal. Estima-se que 30 dias seria tempo suficiente para obter uma considerável aproximação entre as pressões nos sólidos. Mas como mencionado na Secção (3.7.2), isso não foi possível devido a mudanças reológicas que ocorrem na solução de goma xantana em água, para longos períodos em repouso, o que inviabilizaria os testes, pois acrescentaria um fator de mudanças reológicas de dedução muito complexa.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1. Conclusões.

- A técnica de atenuação de raios gama mostrou-se eficiente na determinação dos perfis de concentração de sólidos, tanto em suspensões aquosas quanto em suspensões pseudoplásticas.
- Os testes preliminares para a otimização do sistema e de coleta de dados, colaboraram para a redução dos erros e contribuíram para a boa reprodutibilidade dos testes.
- Os resultados mostraram que o sedimento do carbonato de cálcio possui grande compressibilidade.
- O modelo de Tiller e Leu (1980), se ajustou bem aos dados de tensão nos sólidos, tanto em baixas pressões quanto em altas, já o modelo para permeabilidade, proposto por Arouca (2003) mostra maior correlação com os dados, quando comparado ao modelo de Tiller e Leu (1980).
- Assim como relatado e indicado por Arouca (2003), a tensão nos sólidos e a permeabilidade se mostraram-se funções apenas da concentração local e independentes da concentração inicial.
- Com auxílio dos testes na unidade de alta pressão, foi possível determinar equações constitutivas para uma ampla faixa de pressão nos sólidos com um satisfatório ajuste dos parâmetros e reprodutibilidade entre as réplicas.

- O tempo de compactação do sedimento tem forte relação com a reologia do meio, onde uma pequena mudança na reologia provocou um alto retardamento na compactação do meio.
- Os testes com goma xantana, também mostraram a ocorrência da propagação de ondas de concentração mencionadas por Kynch (1952), durante a compactação do meio saindo do fundo da proveta até o topo de sedimento.
- A sedimentação em fluido não newtoniano (goma xantana), quando comparado à sedimentação em água, indicou que o perfil de concentração tem uma fraca dependência com o fluido, causando alterações mais expressivas apenas no tempo de sedimentação e compactação do sedimento.

5.2. Sugestões de Trabalho Futuros.

- Estudar a sedimentação em fluidos não newtonianos, com sólidos de diferentes formas, tamanho e distribuição granulométrica.
- Efetuar simulações para sedimentadores contínuos, utilizando as equações constitutivas aqui originadas tanto em fluidos newtonianos como em não newtonianos.
- Avaliar a permeabilidade, em altas pressões correlacionando com a TARG.
- Estudar a sedimentação, com misturas de sólidos para fluidos newtonianos e não newtonianos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

ARAÚJO, C. A. O. Estudo da Filtração Cruzada em Geometria Cilíndrica. Dissertação (Mestrado), PPGEQ/UFRRJ, 2010.

AROUCA, F. O. Obtenção Experimental das Equações Constitutivas para o Espessamento e Filtração Utilizando Técnica de Atenuação de Radiações de Altas Energias. Dissertação (Mestrado), FEQUI/UFU, 2003.

AROUCA, F. O. Uma Contribuição ao Estudo da Sedimentação Gravitacional em Batelada. Tese (Doutorado), FEQUI/UFU, 2007.

COE, H. S.; CLEVENGER, G. H. Methods of determining the capacities of slime-settling tanks. **Trans. Am. Inst. Min. Engrs.**, p. 356 - 384, 1916.

COMINGS, E. W. Thichening Calcium Carbonate Slurries. **Ind. Eng. Chem.**, p. 663-667, 1940.

CONCHA, F.; BUSTOS, M. C. Modification of the kynch theory of sedimentation. **AIChE Journal**, p. 312-315, 1987.

D'ÁVILA, J. S. Uma análise da teoria de kynch para a sedimentação. **Revista Brasileira de Tecnologia**, p. 447-453, 1976.

D'ÁVILA, J. S. Um Modelo Matemático para a Sedimentação. Tese (Doutorado), COPPE/UFRJ, 1978.

DAMASCENO, J. J. R. Uma Contribuição ao Estudo do Espessamento Contínuo. Tese (Doutorado), COPPE/UFRJ, 1992.

DAMASCENO, J. J. R.; SOUZA, R.; MASSARANI, G. Determinação do perfil de concentrações em sedimentador contínuo através da técnica de atenuação de raios gama. **Anais do XVII Encontro sobre Escoamento em Meios Porosos**, p. 97-108, 1989.

GARDNEY, R.; ELY-JR, R. Radioisotope measurement applications in engineering. **Reinhold Publishing Corporation**, 1967.

HAMACHER, M. E. Um Estudo da Sedimentação Utilizando o Método da Atenuação de Raios Gama. Dissertação (Mestrado), COPPE/UFRJ, 1978.

HAZEM, A. On sedimentation. **Trans. Amer. Soc. Civ. Engrs.**, v. 53, p. 45-71, 1904.

KYNCH, G. J. A theory of sedimentation. **Trans. Amer. Soc.**, p. 166-176, 1952.

- MASSARANI, G. **Fluidodinâmica em Sistemas Particulados**. 2ª. ed. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais Ltda, 2002.
- MELO, K. C. Avaliação e Modelagem Reológica de Fluidos de Perfuração Base Água. Dissertação (Mestrado), DEQ/UFRN, 2008.
- MISHLER, R. T. Settling slimes at the tigre mill. **Engng. Min. J.**, v. 94, p. 643 - 646, 1912.
- MOREIRA, B. A. et al. Comparação da Distribuição de Porosidade em Sedimentos em Fluidos Newtonianos e Não Newtonianos, FEQ/UFU, 2012.
- NASCIMENTO, R. C. A. M.; MAGALHÃES, J.; PEREIRA, E. Degradação térmica de fluidos de perfuração argilosos aditivados com polímeros e lubrificante. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 18, n. 2, p. 1329-1339, 2013.
- NASSER, M. S.; JAMES, A. E. Numerical simulation of the continuous thickening of flocculated. **International Jornal of Mineral Processing**, p. 144-156, 2007.
- RUIZ, M. I. Estudo da Sedimentação em Batelada com o Auxílio da Técnica de Atenuação de Raios Gama. Dissertação (Mestrado), FEQ/UFU, 2000.
- SEABORG, G. T.; JAMES, R. A.; MORGAN, L. O. The New Element Americium (Atomic Number 95). **McGraw-Hill Book**, New York, v. 14 B, 1949.
- STORM, E.; ISRAEL, H. I. Photon cross sections from 1 kev to 1000 mev for elements. **Nuclear Data Tables**, p. 565–681, 1970.
- TILLER, F. M. Theory of Filtration. **IEC**, v. 53, n. 7, 1961. ISSN 529-537.
- TILLER, F. M.; LEU, W. Basic data fitting in filtration. **Journal Chin. Inst. Chem. Engrs.**, p. 61–70, 1980.

APÊNDICE A -

Valores da contagem de pulsos de referencial (R0) corrigida para diversas posições ao longo do tubo de teste

Neste apêndice são apresentadas, as médias de 30 leituras de contagem de pulsos, corrigida pelo tempo morto, efetuadas para cada posição ao longo do tubo de teste, com seus respectivos desvio padrão.

Tabela A1: Média da contagem de pulsos para diversas posições do recipiente de teste

Posição z [cm]	R0 [s-1]	Desvio padrão	Desvio [%]
2	933,76	9,88	1,06%
2,5	930,11	6,19	0,67%
3	931,86	8,64	0,93%
3,5	926,99	7,21	0,78%
4	928,25	7,53	0,81%
4,5	928,16	7,68	0,83%
5	934,17	9,22	0,99%
5,5	932,94	8,03	0,86%
6	933,99	7,80	0,84%
6,5	934,12	10,13	1,08%
7	930,31	8,83	0,95%
7,5	933,09	9,40	1,01%
8	932,85	7,75	0,83%
8,5	936,70	8,37	0,89%
9	932,80	7,99	0,86%
9,5	930,59	5,46	0,59%
10	929,29	8,32	0,90%
10,5	928,57	8,03	0,86%
11	931,86	9,47	1,02%
11,5	935,01	7,89	0,84%
12	931,15	6,76	0,73%
12,5	932,00	6,86	0,74%
13	930,29	5,53	0,59%
13,5	929,35	7,51	0,81%
14	929,09	7,04	0,76%