

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO  
INSTITUTO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**DISSERTAÇÃO**

**Estudo Teórico-Experimental da Sedimentação em Batelada:  
Monitoramento e Modelagem de Perfis de Concentração de Sólidos e  
Análise de Equações Constitutivas**

**ROBSON RAPOSA ROCHA**

**2018**



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO  
INSTITUTO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**Estudo Teórico-Experimental da Sedimentação em Batelada:  
Monitoramento e Modelagem de Perfis de Concentração de Sólidos e  
Análise de Equações Constitutivas**

**ROBSON RAPOSA ROCHA**

*Sob a Orientação do Professor*  
**Luiz Augusto da Cruz Meleiro**

e Co-orientação de  
**Bruno Francisco Oechsler**

Dissertação submetida como requisito parcial  
para a obtenção do grau de **Mestre em**  
**Engenharia Química**, Área de Concentração  
em Tecnologia Química.

Seropédica, RJ  
Dezembro de 2018

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro  
Biblioteca Central / Seção de Processamento Técnico

Ficha catalográfica elaborada  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

R672e Rocha, Robson Raposa, 1990-  
Estudo teórico-experimental da sedimentação em  
batelada: monitoramento e modelagem de perfis de  
concentração de sólidos e análise de equações  
constitutivas / Robson Raposa Rocha. - 2018.  
115 f.: il.

Orientador: Luiz Augusto da Cruz Meleiro.  
Coorientador: Bruno Francisco Oechsler.  
Dissertação(Mestrado). -- Universidade Federal  
Rural do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Química, 2018.

1. Sedimentação em batelada. 2. Técnicas de  
monitoramento de concentração de sólidos. 3. Modelagem  
matemática. 4. Método dos volumes finitos. 5.  
Estimação de parâmetros. I. Meleiro, Luiz Augusto da  
Cruz, 1965-, orient. II. Oechsler, Bruno Francisco,  
1986-, coorient. III Universidade Federal Rural do  
Rio de Janeiro. Programa de Pós-Graduação em Engenharia  
Química. IV. Título.

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO  
INSTITUTO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**ROBSON RAPOSA ROCHA**

Dissertação submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Química**, no Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, área de Concentração em Tecnologia Química.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM: 11/12/2018

---

Luiz Augusto da Cruz Meleiro, D. Sc., DEQ/UFRRJ  
(Orientador)

---

José Carlos Costa da Silva Pinto, D. Sc., COPPE/UFRRJ

---

João Jorge Ribeiro Damasceno, D. Sc., PPG-EQ/UFRRJ

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente agradeço a Deus por ter me concedido a graça de alcançar grandes conquistas na vida, sendo minha força nos momentos difíceis e me cercando de pessoas especiais, as quais gostaria de expressar minha sincera gratidão:

Gostaria de agradecer aos meus amados pais, Carlos e Marli, pelo apoio incondicional em todos os momentos de minha vida e pela dedicação plena (apesar de todas as dificuldades) em oferecer, a mim e à minha irmã, a oportunidade de sermos os primeiros da família com ensino superior; e agora, no meu caso, Mestre em Engenharia Química.

Agradeço profundamente a minha irmã caçula, Jéssica, por toda a paciência (e foi muita), auxílio e conselhos durante essa caminhada.

Agradeço a minha namorada, Gabrielle Fontella, por estar sempre ao meu lado, carinhosamente me apoiando e aconselhando sempre que necessário, pelas palavras de tranquilidade, fundamentais em todos os momentos de estresse pelos quais passei, e por suas atitudes, que muito me ensinaram a ser uma pessoa melhor.

Gostaria de agradecer em especial ao meu orientador, o professor Luiz Augusto da Cruz Meleiro e ao meu co-orientador, Bruno Francisco Oechsler, pelo excelente trabalho em conduzir a minha orientação de mestrado, sobretudo em termos de programação, simulação e estimação de parâmetros, áreas nas quais era totalmente leigo.

Agradeço também as ponderações feitas pelos professores Luís Américo Calçada e Cláudia Míriam Scheid, cujas colaborações foram imprescindíveis à conclusão deste trabalho.

Agradeço aos meus amigos do laboratório, Beatriz Penido, Dalbone, Vanessa, Elias, Eduardo, Sérgio por terem feito do LEF mais do que um ambiente de trabalho, mas também um lugar de descontração.

Gostaria de expressar um agradecimento especial às minhas amigas, Beatriz Penido e Mariana Lima, por todo suporte e por todos os conselhos valiosos durante esse mestrado, os quais me fizeram amadurecer muito, tanto no âmbito pessoal quanto no profissional.

Finalmente agradeço a CAPES e a PETROBRAS pelo apoio financeiro, sem o qual este trabalho não poderia ser realizado

## RESUMO

ROCHA, Robson Raposa. **Estudo Teórico-Experimental da Sedimentação em Batelada: Monitoramento e Modelagem de Perfis de Concentração de Sólidos e Análise de Equações Constitutivas**. 2018. 115 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química, Tecnologia Química). Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2018.

Com o objetivo de assegurar o controle de pressões no interior de um poço de petróleo, minerais de alta densidade, como a barita, são comumente adicionados aos fluidos de perfuração, alterando algumas de suas propriedades físicas, em especial a densidade. Não obstante, um grande número de problemas encontra-se associado à sedimentação sob campo gravitacional desses sólidos adensantes. Dentre os referidos problemas, o foco deste estudo foi a obtenção de informações pertinentes a uma estratégia de mitigação do fenômeno do APB (*Annular Pressure Build-up*). Tal estratégia consiste em garantir a comunicação do fluido de perfuração contido no anular com a formação rochosa, porém a referida estratégia pode vir a falhar caso as partículas adensantes do fluido sedimentem a ponto de obstruir a janela de comunicação fluido-rocha. Isto posto, o presente trabalho teve como objetivo investigar o processo de sedimentação de sólidos adensantes, especificamente a barita, por meio de técnicas teóricas e experimentais. A investigação experimental desse fenômeno baseou-se no emprego da condutividade elétrica como técnica de monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo e em diferentes posições do aparato experimental concebido para o estudo da sedimentação. Uma vez que as partículas de barita não são condutoras de eletricidade, a condutividade do meio é alterada na medida em que ocorre a separação entre as fases contínua e dispersa. Este é o princípio básico de funcionamento da técnica experimental proposta. Nos ensaios experimentais foram utilizadas suspensões aquosas de barita em três diferentes concentrações, a fim de se investigar a influência do teor inicial de sólidos no comportamento do processo de sedimentação do material particulado. Ademais, para auxiliar a descrição física do processo realizou-se a análise da distribuição de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado. No âmbito da modelagem, resultados experimentais de perfis dinâmicos de concentração de sólidos em um fluido de perfuração sintético serviram como base para a representação matemática da sedimentação de agentes adensantes. Tendo como ponto de partida os fundamentos da Mecânica do Contínuo, o modelo proposto foi obtido a partir das leis de conservação da massa e da quantidade de movimento linear para a fase sólida. Além disso, as propriedades materiais dos constituintes sólido e líquido da mistura foram consideradas por meio de hipóteses específicas, introduzidas no modelo através de equações constitutivas. Destaca-se, ainda, que o modelo representativo da sedimentação em batelada aqui proposto leva em conta a compressibilidade dos sólidos em virtude do peso acumulado das partículas, bem como a permeabilidade do sedimento. Por não haver solução analítica para o modelo, técnicas numéricas tiveram de ser utilizadas. A variável espacial das equações foi discretizada por meio do método dos volumes finitos. O conjunto de equações diferenciais ordinárias resultante foi, então, integrado numericamente na variável temporal adimensional. Por fim, os parâmetros das equações constitutivas para a pressão nos sólidos e para a permeabilidade da matriz porosa foram determinados a partir de um rigoroso procedimento de estimação e analisados estatisticamente. Em particular, os resultados obtidos neste trabalho indicam um bom ajuste entre as predições do modelo e os resultados experimentais.

**Palavras-chave:** Condutividade elétrica, Método dos volumes finitos, Estimação de parâmetros.

## ABSTRACT

ROCHA, Robson Raposa. **Theoretical-Experimental Study of Batch Settling: Monitoring and Modeling of Solid Concentration Profiles and Analysis of Constitutive Equations.** 2018. 115 p. Thesis (Master of Science in Chemical Engineering, Chemical Technology). Institute of Technology, Department of Chemical Engineering, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2018.

In order to ensure the control of pressures inside an oil well, high-density minerals such as barite are commonly added to drilling fluids, increasing some of their physical properties, especially density. Nonetheless, a great number of problems has been related to gravitational settling of weighting agents. Among the aforementioned problems, this study focused on obtaining information pertinent to a mitigation strategy of the phenomenon known as APB (Annular Pressure Build-up). This strategy consists of communicating the drilling fluid contained in the annular with the rock formation, but it might be compromised if the weighting particles of the fluid settle to the point of obstructing the fluid-rock communication window. Thus, the present work aimed to investigate the sedimentation process of weighting agents, specifically barite, through theoretical and experimental techniques. The experimental investigation of this phenomenon was based on the use of electrical conductivity as a technique for monitoring the concentration of solids over time and in different positions of the experimental apparatus designed for the study of sedimentation. Since barite particles are non-conducting materials, as the separation between the continuous and the dispersed phases occurs, the conductivity of the medium undergoes changes. This is the basic principle of the technique. In the experimental tests, aqueous suspensions of barite were used in three different concentrations for the purpose of evaluating the initial solids content on the settling behavior of particulate materials. Furthermore, to assist in the physical description of the process, analyses of particle size distribution along the sediment were performed. In terms of modeling, experimental data of dynamic profiles of solids concentration in a synthetic drilling fluid served as the basis for the mathematical representation of settling of weighting agents. Following the standard approach of continuum mechanics, the proposed model was obtained by the conservation laws of mass and linear momentum for the solid phase. Moreover, the material properties of the solid and liquid constituents of the mixture were considered by specific assumptions, which were introduced into the model by constitutive equations. It is also worth noting that the batch sedimentation model proposed herein takes into account the compressibility of solids due to the accumulated weight of particles, as well as the permeability of the sediment. Since there is no analytical solution for the model, numerical techniques had to be employed. The spatial variable of the equations was discretized by the finite volume method. The resulting set of ordinary differential equations was then numerically integrated in the dimensionless temporal variable. Finally, the parameters of the constitutive equations for pressure on solids and permeability of the porous matrix were determined from a rigorous estimation procedure, and statistically analyzed. In particular, the results obtained in this work indicated a good agreement between model predictions and experimental data.

**Keywords:** Electrical conductivity, Finite volume method, Parameter estimation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1:	Projeção da demanda energética global relativa ao ano de 2040.....	17
Figura 1.2:	Plano de Negócios e Gestão 2018-2022 da Petrobras. ....	18
Figura 1.3:	Representação esquemática de um poço de petróleo com sapata aberta. ....	19
Figura 2.1:	Testes de sedimentação em batelada.....	22
Figura 2.2:	Curva de queda da interface superior exibindo linhas de propagação de densidade de sólidos. . . . .	24
Figura 2.3:	Regiões de sedimentação em batelada segundo a teoria de KYNCH (1952)..	25
Figura 2.4:	Comparação dos modelos de Kynch (1952) e d'Ávila (1978) com o fenômeno real. ....	28
Figura 2.5:	Interfaces de sedimentação. ....	30
Figura 2.6:	Representação esquemática das zonas de sedimentação. ....	32
Figura 2.7:	Imagens obtidas por ressonância magnética da sedimentação em fluido newtoniano (A) e fluido viscoelástico (B). ....	39
Figura 2.8:	Representação do deslocamento da interface superior com o tempo. ....	41
Figura 2.9:	Ilustração de uma suspensão opticamente opaca. ....	42
Figura 2.10:	Representação esquemática da atenuação de raios- $\gamma$ por uma coluna de sedimentação.....	42
Figura 2.11:	Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos. ....	44
Figura 2.12:	Resumo das características das técnicas de monitoramento. ....	48
Figura 3.1:	Picnômetro a gás hélio AccuPyc 1330.....	51
Figura 3.2:	Analisador de tamanho de partículas Malvern Mastersizer 2000.....	51
Figura 3.3:	Distribuição granulométrica da barita utilizada nos experimentos.....	52
Figura 3.4:	Curva de estabilização da condutividade de uma suspensão 20% v/v.....	53
Figura 3.5:	Agitador mecânico modelo 722 da Fisatom. ....	54
Figura 3.6:	Representação esquemática da unidade experimental de monitoramento de sólidos. ....	54
Figura 3.7:	Condutivímetro SevenCompact e eletrodo da série InLab 73X utilizados nos ensaios de sedimentação. ....	55
Figura 3.8:	Curva de escoamento para o fluido Br-Mul.....	58
Figura 4.1:	Representação de uma malha discretizada pelo método dos volumes finitos. (a) exemplo unidimensional. (b) exemplo bidimensional. ....	71
Figura 4.2:	Esquema de discretização e adequação da malha pelo Método dos Volumes Finitos. ....	71
Figura 5.1:	Curva de calibração para as suspensões estudadas.....	79
Figura 5.2:	Monitoramento do perfil de concentração de sólidos para uma suspensão aquosa de barita com fração inicial de sólidos de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v, (c) 20% v/v. ....	81
Figura 5.3:	Curvas típicas de concentração local de sólidos ao longo do tempo representativas das regiões I e II para as suspensões de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v e (c) 20% v/v.....	83
Figura 5.4:	Curvas típicas de concentração local de sólidos ao longo do tempo representativas da região III para as suspensões de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v e (c) 20% v/v.....	85
Figura 5.5:	Representação ilustrativa de como as zonas de sedimentação de Kynch (1952) se estabelecem ao longo da região III no tempo final do teste de monitoramento do perfil de concentrações. ....	86

Figura 5.6:	Influência da concentração inicial de sólidos na dinâmica de sedimentação de suspensões aquosas de barita. (a) Região I e (b) Região III. ....	87
Figura 5.7:	Distribuição de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado para as suspensões com concentração inicial de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v e (c) 20% v/v. ....	89
Figura 5.8:	Representação esquemática da segregação das partículas em suspensões com concentrações iniciais de sólidos intermediárias (AMY et al., 2006).....	90
Figura 5.9:	Representação esquemática da não-segregação das partículas em suspensões concentradas (AMY et al., 2006).....	90
Figura 5.10:	Distribuição de tamanhos de partículas ao longo da região III para um tempo de sedimentação de 125 minutos. ....	91
Figura 5.11:	Ajuste do comportamento reológico do Br-Mul pelos modelos da potência e de Herschel-Bulkley. ....	91
Figura 5.12:	Regiões de sedimentação adotadas nas simulações deste trabalho e suas relações com as zonas de sedimentação de Kynch (1952).....	92
Figura 5.13:	Regiões de confiança dos parâmetros baseados no método da máxima verossimilhança: (a) $\epsilon_{sref} = 14,5\% v/v$ , (b) $\epsilon_{sref} = 16\% v/v$ e (c) $\epsilon_{sref} = 17\% v/v$ .....	94
Figura 5.14:	Resultados preditos e experimentais da sedimentação de sólidos adensantes presentes no Br-Mul ( $\epsilon_{sref} = 14,5\% v/v$ ). DE: dados experimentais; z: posição axial.....	96
Figura 5.15:	Permeabilidade da matriz porosa: (a) perfis dinâmicos ao longo da região de espessamento, (b) variação com a concentração de sólidos. z: posição axial...	97
Figura 5.16:	Pressão nos sólidos: (a) perfis dinâmicos ao longo da região de espessamento, (b) variação com a concentração de sólidos. z: posição axial.....	98
Figura 5.17:	Resultados preditos e experimentais da sedimentação de sólidos adensantes presentes no Br-Mul: (a) ausência de gradiente de $P_s$ , (b) equação reparametrizada para $P_s$ . DE: dados experimentais; z: posição axial. ....	99
Figura 5.18:	Análise de convergência dos perfis de concentração preditos ao longo da região de clarificado: (a) ausência de gradiente de $P_s$ , (b) equação reparametrizada para $P_s$ . ....	100
Figura 5.19:	Análise de convergência dos perfis de concentração preditos ao longo da região de espessamento.....	101

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1:	Diâmetros das partículas da barita utilizada nos ensaios de sedimentação.....	52
Tabela 5.1:	Resultados do procedimento de estimação do parâmetro $\beta$ da curva de calibração. .....	80
Tabela 5.2:	Diâmetros característicos obtidos ao longo do sedimento formado para as suspensões de 10%, 15% e 20% v/v. ....	88
Tabela 5.3:	Resultados do procedimento de estimação de parâmetros para os modelos reológicos investigados. ....	92
Tabela 5.4:	Resultados do procedimento de estimação de parâmetros para a região de espessamento.....	93
Tabela 5.5:	Resultados da função objetivo e da correlação paramétrica entre os parâmetros da equação da pressão nos sólidos. ....	95
Tabela 5.6:	Resultados da estimação de parâmetros para a região de clarificado.....	99

## LISTA DE SÍMBOLOS

$A^*$	Área do eletrodo de medição de condutividade
$B$	Matriz de sensibilidade
$C, C_1, C_2$	Fatores Geométricos (adimensionais)
$C_D$	Coefficiente de arraste (adimensional)
$Cond$	Condutividade elétrica
$d$	Distância entre dois eletrodos de medição de condutividade
$De$	Número de Deborah (adimensional)
$d_p$	Diâmetro da partícula (m)
$d_s$	Diâmetro dos sólidos
$F_{obj}$	Função objetivo
$F_s$	Fluxo de sólidos adimensional
$g$	Aceleração da gravidade ( $m.s^{-2}$ )
$GL$	Graus de liberdade
$h$	Altura da interface superior
$h_0$	Altura inicial da suspensão
$h_c$	Altura da zona de compressão
$h_s$	Espessura da zona de sedimentação livre
$K$	Permeabilidade da matriz porosa ( $m^2$ )
$k$	Razão de condutividade elétrica ( $\mu S/cm$ )
$k_c$	Condutividade da fase contínua
$k_{clarif}$	Condutividade do clarificado ( $\mu S/cm$ )
$k_d$	Condutividade da fase dispersa
$k_m$	Condutividade da mistura sólido-líquido
$k_{susp}$	Condutividade da suspensão ( $\mu S/cm$ )
$l$	Termo de interação dinâmica fluido-partícula
$L_0$	Altura inicial da suspensão (m)
$M$	Índice de Consistência do fluido ( $Pa.s^n$ )
$m$	Força resistiva ( $kg.m^{-2}.s^{-2}$ )
$m_1$	Massa do cadinho (g)
$m_2$	Massa do conjunto cadinho mais amostra (g)
$m_3$	Massa de sólidos (g)
$n$	Índice de comportamento do fluido (adimensional)
$NE$	Número de experimentos
$NP$	Número de parâmetros
$NY$	Número de variáveis dependentes
$P_s$	Pressão nos sólidos ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$P_{sa}$	Parâmetro das equações de Tiller e Leu ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$P_{sref}$	Pressão nos sólidos na concentração de referência ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$q$	Velocidade superficial da mistura ( $m.s^{-1}$ )
$q_s$	Fluxo volumétrico de sólidos ( $m.s^{-1}$ )
$q_s^*$	Velocidade superficial de sólidos alimentados em um sedimentador contínuo ( $m.s^{-1}$ )
$R$	Intensidade do feixe de raios gama que passa pela suspensão
$R'$	Resistividade medida entre dois eletrodos
$R_0$	Intensidade do feixe de raios gama que passa pela fase líquida pura
$Re$	Número de Reynolds (adimensional)

$Re_{gen}$	Número de Reynolds generalizado (adimensional)
$Re_p$	Número de Reynolds da partícula
$t$	Tempo (s)
$t_f$	Tempo final (s)
$T_s$	Tensão sobre a fase sólida ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$ )
$\mathbf{T}_s$	Tensor tensão total ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$ )
$\mathbf{T}'_s$	Tensão extra na fase sólida ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$ )
$\mathbf{U}$	Vetor velocidade relativa da mistura sólido-líquido ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$\mathbf{u}$	Vetor velocidade da fase líquida
$u_s$	Velocidade adimensional da fase sólida
$U_z$	Velocidade relativa da mistura ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$\mathbf{v}$	Vetor velocidade da fase sólida
$V_s$	Volume de sólidos (ml)
$v^*$	Velocidade de ascensão de ondas de equi-concentração
$V_l$	Volume de líquido (ml)
$v_l$	Velocidade do líquido/fluido ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$v_l^u$	Velocidade do ultrassom através da fase líquida ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$v_s$	Velocidade de queda/sedimentação dos sólidos/partículas ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$v_{s0}$	Velocidade inicial de sedimentação em um ensaio em batelada ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$v_{stk}$	Velocidade terminal de Stokes
$v_s^u$	Velocidade do ultrassom através da fase sólida ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$v_{sup}$	Velocidade de deslocamento da interface superior
$v_{susp}^u$	Velocidade de propagação da onda sonora/pulso acústico através de uma suspensão ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
$v_{\infty}, v_t$	Velocidade terminal de uma partícula isolada
$V_y$	Matriz de covariância experimental
$\hat{V}_y$	Matriz de covariâncias de predição
$V_{\theta}$	Matriz de covariâncias dos parâmetros
$x$	Posição axial
$\mathbf{x}^m$	Vetor de variáveis independentes medidas
$\mathbf{y}^e$	Vetor de variáveis dependentes experimentais
$\mathbf{y}^m$	Vetor de variáveis dependentes previstas pelo modelo
$z$	Posição axial (m)

### Caracteres gregos

$\alpha, \varphi$	Esfericidade da partícula (adimensional)
$\Delta\eta$	Tamanho do volume de controle
$\varepsilon_s$	Concentração volumétrica de sólidos (adimensional)
$\varepsilon_s^*$	Concentração da fase sólida em condições de pressão nula nas partículas (% v/v)
$\bar{\varepsilon}_s$	Concentração média de sólidos na zona de compressão (% v/v)
$\varepsilon_{s0}$	Concentração inicial de sólidos na suspensão (% v/v)
$\varepsilon_{sc}$	Concentração crítica (% v/v)
$\varepsilon_{sm}$	Concentração máxima de sólidos (% v/v)
$\varepsilon_{su}$	Concentração da lama
$\varepsilon_f$	Concentração volumétrica do fluido (adimensional)
$\varepsilon_{f0}$	Concentração inicial do fluido (% v/v)
$\eta$	Variável posição adimensional

$\Theta(\varphi)$	Fator de forma
$\theta$	Vetor de parâmetros
$\theta^{est}$	Vetor de parâmetro estimados
$\theta_s$	Concentração adimensional da fase sólida
$\lambda, \dot{\gamma}$	Taxa de cisalhamento ( $s^{-1}$ )
$\lambda^*$	Taxa de cisalhamento característica ( $s^{-1}$ )
$\mu$	Viscosidade do líquido (fluido)
$\mu_{ap}$	Viscosidade aparente da fase líquida
$\mu_e, \mu_{eff}$	Viscosidade efetiva do fluido/líquido
$\mu_l$	Função teórica representativa da viscosidade da fase líquida
$\mu_{mix}$	Viscosidade da suspensão representada por regra de mistura
$\mu_s$	Função teórica representativa da viscosidade da fase sólida
$\mu_{susp}$	Viscosidade global da suspensão
$\xi$	Tempo adimensional
$\bar{\rho}$	Coefficiente de correlação paramétrica
$\rho_{Br-Mul}$	Densidade do fluido de perfuração (Br-Mul) ( $g/cm^3$ )
$\rho_l, \rho_f$	Densidade da fase líquida/fluido ( $kg.m^{-3}$ )
$\rho_s, \rho_p$	Densidade dos sólidos/partículas ( $kg.m^{-3}$ )
$\rho_{susp}$	Densidade da suspensão ( $kg.m^{-3}$ )
$\sigma_1, \sigma_2$	Funções materiais que definem as tensões normais ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$\sigma_{\theta j}$	Desvio padrão do parâmetro $\theta_j$
$\tau$	Tensão cisalhante ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$\tau_0$	Tensão limite de escoamento ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$\tau_{11}, \tau_{22}, \tau_{33}$	Tensões normais ( $kg.m^{-1}.s^{-2}$ )
$\chi^2$	Distribuição qui-quadrado
$\psi_1, \psi_2$	Primeiro e segundo coeficientes de tensão normal
$\phi(\alpha), \theta(\alpha)$	Funções dependentes da esfericidade
$\Omega(\varphi), \chi(\varphi)$	

### Subscritos e sobrescritos

$e$	Face $e$ do volume de controle
$E$	Centro $E$ do volume de controle
$f$	Fluido
$l$	Líquido
$P$	Centro $P$ do volume de controle
$s$	Sólido
$w$	Face $w$ do volume de controle
$W$	Centro $W$ do volume de controle

# SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	17
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	22
2.1 Fundamentos da Sedimentação.....	22
2.2 Sedimentação de Sólidos em Meio Não Newtoniano.....	35
2.3 Técnicas de Monitoramento da Concentração de Sólidos .....	41
2.3.1 Atenuação de raios- $\gamma$ .....	42
2.3.2 Ultrassom .....	44
2.3.3 Condutividade elétrica .....	45
2.3.4 Amostragem .....	47
2.3.5 Comparação entre as técnicas de monitoramento .....	47
2.4 Comentários Parciais .....	48
<b>3 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	50
3.1 Ensaio de Sedimentação em Batelada para as Suspensões Aquosas de Barita.....	50
3.1.1 Determinação da densidade dos sólidos.....	51
3.1.2 Determinação da distribuição dos tamanhos de partículas.....	51
3.1.3 Preparo da suspensão .....	52
3.1.4 Unidade experimental .....	54
3.1.5 Monitoramento da concentração volumétrica de sólidos.....	55
3.1.6 Levantamento da curva de calibração para as suspensões estudadas.....	57
3.2 Ensaio de Sedimentação em Batelada para o Fluido Br-Mul.....	57
<b>4 MODELAGEM MATEMÁTICA E ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS</b> .....	59
4.1 Modelo Fenomenológico Representativo do Processo de Sedimentação.....	59
4.1.1 Equações constitutivas .....	60
4.1.1.1 Força resistiva.....	60
4.1.1.2 Pressão nos sólidos .....	64
4.1.1.3 Permeabilidade do meio .....	65
4.1.1.4 Taxa de cisalhamento característica .....	66
4.1.1.5 Função da esfericidade $\theta(\phi)$ .....	67
4.1.2 Inclusão do modelo reológico na modelagem proposta.....	67
4.1.2.1 Modelo da potência de Ostwald e de Waele.....	67
4.1.3 Forma final das equações do modelo .....	68
4.2 Procedimento de Discretização das Equações: O Método dos Volumes Finitos.....	69
4.2.1 Método dos volumes finitos unidimensional (1D): aplicação ao modelo de sedimentação .....	71
4.3 Estimação de Parâmetros .....	74

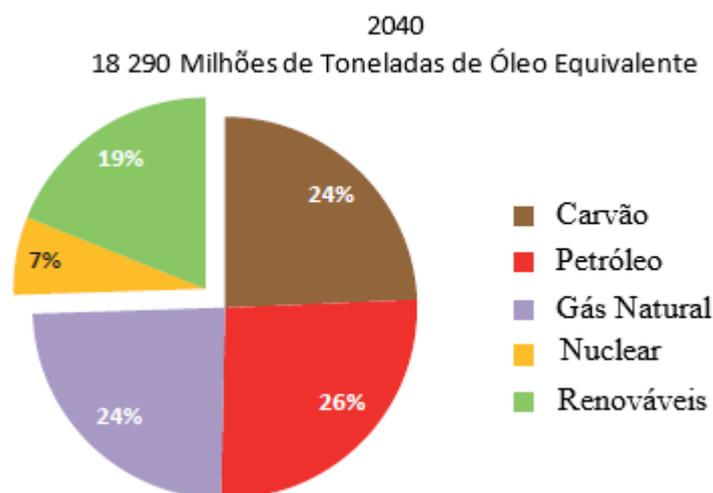
4.3.1	Definição da função objetivo .....	75
4.3.2	Minimização da função objetivo .....	75
4.3.3	Análise estatística dos resultados .....	75
4.3.4	A qualidade do ajuste obtido .....	76
4.3.5	A qualidade dos parâmetros obtidos .....	76
4.3.6	A incerteza de predição .....	77
4.3.7	Intervalo de confiança dos parâmetros estimados .....	77
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>79</b>
5.1	Sedimentação em Batelada: Resultados Experimentais .....	79
5.1.1	Curva de calibração .....	79
5.1.2	Perfis dinâmicos de concentração de sólidos .....	80
5.1.3	Monitoramento ao longo das regiões I e II .....	82
5.1.4	Monitoramento da região III .....	84
5.1.5	Influência da concentração inicial na taxa de sedimentação dos sólidos .....	87
5.1.6	Análise da distribuição de tamanhos de partículas .....	88
5.2	Parâmetros Reológicos do Fluido de Perfuração (Br-Mul) .....	91
5.3	Simulação Numérica da Sedimentação de Sólidos Adensantes Presentes no Br-Mul ...	92
5.3.1	Região de espessamento ( $\varepsilon_s \geq \varepsilon_{s0}$ ) .....	93
5.3.2	Região de clarificado ( $0 \leq \varepsilon_s \leq \varepsilon_{s0}$ ) .....	98
5.3.3	Análise de convergência .....	100
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>102</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>104</b>
<b>8</b>	<b>APÊNDICES .....</b>	<b>112</b>
	Apêndice A - Resultados das análises de distribuição dos tamanhos de partículas.....	113
A.1	Suspensão de 10% v/v .....	113
A.2	Suspensão de 15% v/v .....	114
A.3	Suspensão de 20% v/v .....	115

# CAPÍTULO I

## 1 INTRODUÇÃO

**Resumo:** Neste capítulo apresenta-se uma breve introdução desta dissertação de mestrado, assim como fatores que motivaram a realização do presente estudo e os objetivos que os norteiam.

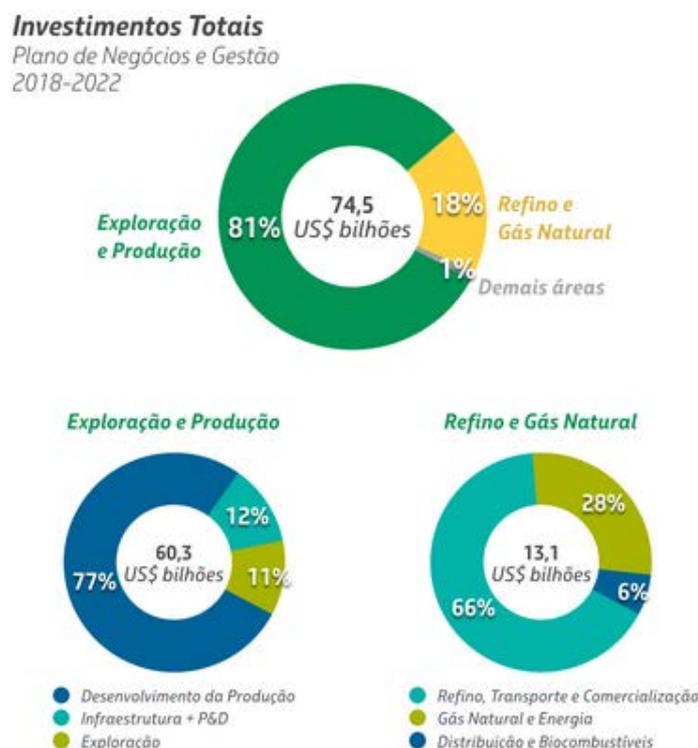
Segundo a Agência Internacional de Energia (*International Energy Agency*) (2018), a demanda global por petróleo cresceu 1,5 milhão de barris/dia em 2017. O correspondente índice de crescimento de 1,6% foi significativamente maior do que a taxa média anual de 1% observada ao longo dos últimos dez anos. As previsões para as próximas décadas ainda apontam para uma hegemonia dos combustíveis fósseis (74%), com destaque para o petróleo (26%), conforme projeção para o ano de 2040 (IEA, 2014) apresentada na Figura 1.1.



**Figura 1.1:** Projeção da demanda energética global relativa ao ano de 2040 (IEA, 2014).

Atrelada à demanda de petróleo encontra-se a produção desse combustível fóssil. Embora a produção mundial, em 2017, tenha exibido um crescimento de apenas 0,7% em relação ao ano anterior (BP, 2018), o cenário produtivo no Brasil apresentou um desempenho consideravelmente melhor. De fato, de acordo com dados da ANP (2018), a produção nacional de petróleo apresentou crescimento pelo quarto ano consecutivo, de 4,2% na comparação anual, atingindo uma média de 2,6 milhões de barris ao dia. Esse desempenho coloca o Brasil na 10ª posição no ranking mundial de produtores de petróleo (ANP, 2018).

Dentre as concessionárias atuantes no país, a Petrobras manteve-se como a empresa que mais produziu petróleo e gás natural: 77,8% e 76,6% de participação no total, respectivamente (ANP, 2018). Para se manter como principal *player*, o Plano de Negócios e Gestão 2018-2022 da empresa prevê investimentos de 74,5 bilhões de dólares, sendo 81% deste valor para a área de exploração e produção (PETROBRAS, 2018), conforme ilustrado na Figura 1.2.



**Figura 1.2:** Plano de Negócios e Gestão 2018-2022 da Petrobras (PETROBRAS, 2018)

Uma forma de investimento em exploração, especificamente na área de P&D, é através de estudos de aperfeiçoamento do fluido de circulação utilizado em perfurações rotativas para desempenhar adequadamente as funções necessárias em operações de perfuração (FINK, 2012). O referido fluido é conhecido na indústria petrolífera como fluido ou lama de perfuração e consiste de misturas de componentes químicos sintéticos e naturais (emulsificantes, viscosificantes, sais, adensantes, etc.), podendo ser base-água ou base-óleo, a depender da fase contínua utilizada (FINK, 2012)

Fluidos de perfuração são empregados na abertura de poços de petróleo com os seguintes objetivos: (a) transportar os cascalhos até a superfície e mantê-los suspensos durante paradas operacionais; (b) exercer pressão hidrostática no anular, evitando o colapso das paredes do poço e prevenindo a invasão de fluidos provenientes da formação rochosa; (c) manter o poço aberto até que o tubo de revestimento seja devidamente cimentado; e (d) resfriar, além de lubrificar a broca e a coluna de perfuração (BOURGOYNE Jr, MILLHEIM, et al., 1986). É natural, portanto, que tais fluidos devam ser preparados de forma a possuírem propriedades físicas controladas, como viscosidade e densidade, garantindo que as referidas funções sejam desempenhadas de modo apropriado. De fato, durante procedimentos convencionais de perfuração minerais de alta densidade como a barita são comumente adicionados para aumentar a densidade dos fluidos, assegurando o controle de pressões no interior do poço (NGUYEN, MISKA, et al., 2009).

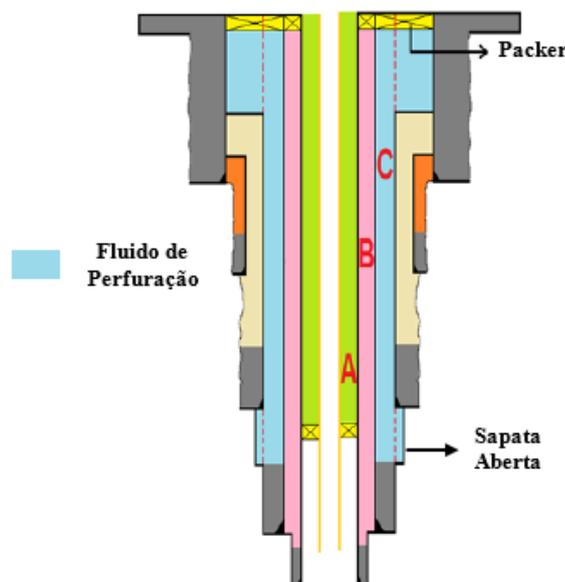
Entretanto, partículas de materiais adensantes presentes nas lamas de perfuração podem sedimentar durante operações que exijam que o fluido permaneça estático por longos períodos de tempo, ou até mesmo em condições de baixas taxas de circulação ou bombeio. O termo no campo petrolífero designado para descrever tal evento é denominado *barite sag*, uma vez que a barita é o sólido tradicionalmente utilizado para o adensamento dos fluidos, embora outros materiais como o carbonato de cálcio e a hematita também sejam empregados.

Sob a ação da força gravitacional, as partículas sólidas se deslocam em direção ao fundo do poço de petróleo formando um leito de partículas conhecido como sedimento. Em virtude

disso, ocorrem flutuações indesejáveis na densidade dos fluidos de perfuração, as quais geram inúmeros problemas operacionais. Particularmente, alguns dos problemas associados à sedimentação de barita e, por conseguinte, às variações de densidade, envolvem: perda de circulação, dificuldades no controle do poço, falhas na cimentação e entupimento de tubulações (NGUYEN, MISKA, et al., 2009). Dessa forma, a sedimentação de sólidos adensantes tem recebido atenção especial por se tratar de um desafio a ser adequadamente compreendido nas etapas de perfuração, completação e produção de petróleo.

Após a cimentação de um poço, parte do fluido de perfuração permanece confinado na região anular entre o revestimento e a formação rochosa. Geralmente, esses poços têm sua produção iniciada em torno de dois a três anos após a fase de completação (CALÇADA et al., 2016), sendo, portanto, um período propenso à ocorrência de sedimentação de barita. Durante a etapa de produção, o fluido confinado é exposto a um gradiente de temperatura resultante do fluxo de óleo da rocha reservatório para o poço. O aumento de temperatura a volume constante, uma vez que o fluido não pode se expandir, resulta em incrementos de pressão na região anular. Esse fenômeno de acréscimo de pressão gerado pelo aumento de temperatura de fluidos confinados é chamado de *Annular Pressure Build-Up* (APB) que, se não controlado, pode resultar em danos aos revestimentos, bem como comprometer a integridade do poço (MOE e ERPELPIG, 2000; MOYER et al., 2000; VARGO et al., 2003).

Embora não seja passível de prevenção, algumas estratégias encontram-se disponíveis para mitigar os efeitos do APB. Dentre elas, a estratégia de comunicar o fluido contido no anular com a formação rochosa é frequentemente considerada. A Figura 1.3 ilustra um esquema típico de poços em águas profundas, em que a região anular C foi projetada de modo a conter uma zona diretamente exposta à formação rochosa. Assim, quando a pressão hidrostática do fluido confinado supera a pressão de fratura da rocha ocorre a drenagem do fluido de perfuração e, como resultado, a pressão é aliviada. Entretanto, conforme reportado por Vargo et al., 2003, Calçada et al., 2016 e Sathuvalli et al., 2016, a deposição de barita no fundo do anular pode resultar na formação de um sedimento impermeável, cuja altura pode obstruir parcial ou totalmente a zona exposta à formação rochosa. Neste cenário, impede-se a drenagem do fluido, com a consequente falha da referida estratégia de mitigação.



**Figura 1.3:** Representação esquemática de um poço de petróleo com sapata aberta (CALÇADA et al., 2016).

Diante do exposto acima, a sedimentação de sólidos adensantes tem se mostrado um dos mais importantes desafios presentes em operações da indústria petrolífera, com destaque para o fenômeno do APB. A complexidade do tema está relacionada com as propriedades físico-químicas e reológicas da suspensão, bem como com as condições operacionais e características dos agentes adensantes. São inúmeras as variáveis que exercem influência sobre como as partículas sedimentam em um determinado fluido, dificultando a descrição física do processo (BERN, et al., 1998).

Neste contexto, o enfoque principal deste trabalho foi avançar no entendimento da dinâmica de separação em campo gravitacional de misturas sólido-líquido. Para este objetivo, uma coluna de sedimentação foi construída, utilizando-se a medida da condutividade elétrica como técnica de monitoramento dos perfis dinâmicos de concentração de sólidos em suspensões aquosas de barita. Os experimentos, realizados no Laboratório de Escoamento de Fluidos Giulio Massarani (LEF) da Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro (UFRRJ), tiveram como objetivo avaliar os efeitos da concentração inicial de sólidos e da distribuição de tamanhos de partículas sobre a dinâmica da sedimentação. Com base nos resultados experimentais foi possível descrever com maiores detalhes o fenômeno de sedimentação em batelada, bem como inferir os perfis de concentração obtidos e a altura de sedimento formado.

No campo da modelagem matemática, alguns autores concentraram seus esforços no desenvolvimento de modelos capazes de caracterizar a deposição de sólidos em função do tempo em suspensões de várias naturezas. Entretanto, ainda não há disponível na literatura um modelo fenomenológico que consiga prever, com baixos desvios, o comportamento de sedimentação de partículas em fluidos de perfuração. Assim, concomitante ao desenvolvimento da parte experimental, o presente trabalho também teve como objetivo a proposição de um modelo, fundamentado na *Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo*, capaz de descrever quantitativamente a dinâmica de sedimentação de agentes adensantes em um fluido de perfuração sintético.

O modelo matemático proposto compreende um sistema de equações diferenciais parciais (EDPs), cuja componente espacial foi discretizada axialmente pelo método dos volumes finitos. O conjunto de equações diferenciais ordinárias (EDOs) resultante foi, então, integrado numericamente na variável temporal adimensional com o auxílio do pacote computacional DASSL (PETZOLD, 1982). Todos os algoritmos foram escritos em linguagem FORTRAN.

A finalização do trabalho dá-se com um rigoroso procedimento de estimação de parâmetros e a validação do modelo matemático proposto tomando-se como base resultados experimentais de testes de sedimentação em batelada. Os dados experimentais da dinâmica de sedimentação de sólidos adensantes no fluido de perfuração (Br-Mul/Petrobras) foram obtidos pela técnica de atenuação de raios gama por Fagundes (2015) no Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia (UFU). Os perfis de concentração de sólidos, obtidos como variáveis de saída do modelo, são capazes de fornecer informações a respeito da altura do sedimento formado. Por outro lado, as equações constitutivas, propostas para a caracterização de propriedades materiais dos constituintes sólido e líquido da mistura, fornecem dados a respeito da permeabilidade da matriz porosa e da pressão nos sólidos. Tais informações são cruciais na avaliação da eficácia da estratégia de mitigação do APB.

A organização textual deste trabalho ocorre da seguinte maneira: no Capítulo II, apresenta-se uma revisão bibliográfica que contempla os principais estudos sobre a sedimentação em batelada, tanto no âmbito experimental quanto no campo da modelagem matemática. Compete ao capítulo III os pormenores da metodologia experimental, bem como dos equipamentos e materiais que possibilitaram realizar os ensaios de monitoramento da concentração local de sólidos. O Capítulo IV, por sua vez, é destinado a uma descrição

detalhada do modelo de sedimentação proposto neste trabalho, assim como do método de resolução numérica e do procedimento de estimação de parâmetros. No Capítulo V, apontam-se e discutem-se os resultados obtidos no estudo teórico-experimental da sedimentação em batelada. Por fim, as principais conclusões e sugestões obtidas com o desenvolvimento deste trabalho encontram-se no Capítulo VI.

Este trabalho foi financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Ensino Superior (CAPES), beneficiando-se também de recursos associados a um projeto da PETROBRAS para implantação e investigação de sistemas de sedimentação de sólidos adensantes em fluidos de perfuração.

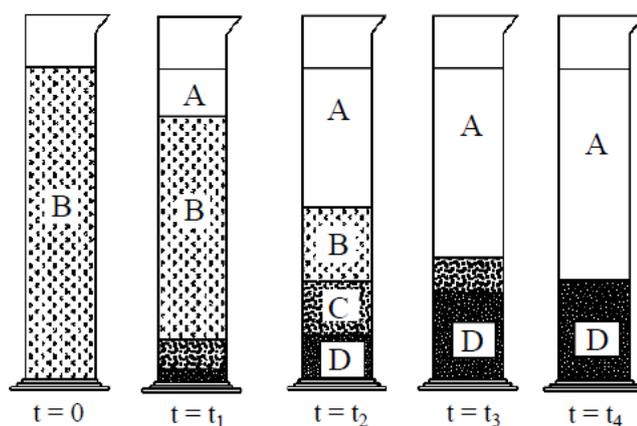
## CAPÍTULO II

### 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

**Resumo:** Este capítulo apresenta o estado da arte referente ao estudo da sedimentação de sólidos em campo gravitacional e a evolução do tema ao longo dos anos. Enfoque especial é dado à Teoria da Sedimentação de Kynch (1952) e aos modelos fenomenológicos propostos para prever o comportamento dinâmico da deposição de partículas. Neste capítulo, destaca-se, também, algumas das principais técnicas de monitoramento da concentração de sólidos em sistemas de sedimentação em batelada.

#### 2.1 Fundamentos da Sedimentação

Um dos trabalhos pioneiros envolvendo a deposição de partículas devido à ação do campo gravitacional em sistemas em batelada foi elaborado por Coe e Clevenger (1916). Os autores estudaram a sedimentação de suspensões floculadas contendo uma distribuição ampla de tamanhos de partícula. No caso de suspensões homogêneas, observou-se que, inicialmente, as partículas sedimentavam a uma velocidade constante, sendo continuamente depositadas na base do recipiente, formando uma camada de partículas dispersas. Em seguida, as partículas depositadas gradualmente consolidavam-se como resultado do próprio peso acumulado dos sólidos, expelindo líquido através dos poros ou canais presentes na região dos sólidos sedimentados até a zona contendo líquido isento de partículas. Diante do observado, os autores identificaram a existência de quatro zonas de sedimentação: uma zona de clarificado A, uma zona de concentração constante B, cuja taxa de sedimentação também é constante, uma zona de concentrações variáveis C e uma zona de compressão (ou compactação) D (Figura 2.1).



**Figura 2.1:** Testes de sedimentação em batelada (COE e CLEVINGER, 1916).

Os resultados dos testes de sedimentação em batelada possibilitaram aos referidos autores desenvolver um método capaz de determinar a capacidade de sedimentadores contínuos. Concluiu-se, então, que a única exigência para o espessamento das suspensões analisadas seria fornecer tempo suficiente para que o líquido escoasse através dos interstícios entre as partículas até a zona de clarificado. Dessa forma, para determinar a capacidade do

sedimentador contínuo, Coe e Clewenger (1916) propuseram uma expressão para a velocidade superficial de sólidos alimentados,  $q_s^*$ :

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

em que  $v_{s0}$  é a velocidade inicial de sedimentação em um ensaio em batelada com concentração inicial  $\varepsilon_{s0}$ , e  $\varepsilon_{su}$  é a concentração da lama.

No entanto, Comings (1940) constatou que a teoria de Coe e Clewenger (1916) é válida apenas para partículas de natureza incompressível. Neste caso, durante a sedimentação, próximo à base do recipiente de testes forma-se uma estrutura de sólidos praticamente rígida, capaz de suportar pressões consideráveis sem se deformar. Portanto, a espessura da zona de compactação terá efeito muito pouco pronunciado na concentração máxima de sólidos, a qual se mantém constante nesta região. Em contrapartida, para os casos de formação de sedimentos compressíveis, a altura da zona de compactação é variável importante ao se determinar a capacidade de um sedimentador contínuo. Comings (1940) observou que quanto mais espesso é o sedimento formado, maior é a concentração máxima obtida nos testes de sedimentação em batelada. Comportamento análogo foi verificado na sedimentação contínua, em que para zonas de compactação mais espessas, maiores foram as concentrações obtidas no *underflow*.

A caracterização hidrodinâmica do escoamento de uma partícula isolada ao longo de um fluido newtoniano é obtida pela lei de Stokes (STOKES, 1850). Quando a concentração de partículas é muito pequena e a distância entre elas é muito maior do que o seu tamanho, a equação de Einstein (Equação (2.2)) torna-se uma alternativa para prever a velocidade de queda dos sólidos,  $v_s$ :

$$v_s = v_{stk}(1 - \alpha\varepsilon_s), \quad (2.2)$$

na qual,  $\alpha = 2,5$  para esferas,  $\varepsilon_s$  é a concentração volumétrica de sólidos e  $v_{stk}$  é a velocidade terminal de Stokes, conforme a Equação (2.3):

$$v_{stk} = \frac{d_p^2(\rho_s - \rho_l)g}{18\mu}. \quad (2.3)$$

Na Equação (2.3),  $d_p$  é o diâmetro da partícula,  $\rho_s$  e  $\rho_l$  são, respectivamente, as densidades do sólido e do líquido,  $\mu$  é a viscosidade do fluido, e  $g$ , a aceleração da gravidade. Contudo, as dificuldades em se descrever a velocidade de sedimentação para sistemas inicialmente concentrados, impulsionou Kynch (1952) a propor uma teoria da sedimentação fundamentada na consideração de que a velocidade de queda dos sólidos apresenta dependência exclusiva com a sua concentração volumétrica local. O estudo baseou-se no monitoramento da interface superior e na admissão das seguintes hipóteses:

- (i) A concentração de sólidos é uniforme ao longo de um plano horizontal, de modo que na sedimentação, os gradientes estão presentes na direção do campo gravitacional;
- (ii) A concentração de sólidos aumenta no sentido da base da coluna;
- (iii) A velocidade das partículas tende a zero à medida em que a concentração de sólidos se aproxima da concentração máxima;
- (iv) A velocidade de sedimentação é função apenas da concentração local de sólidos;
- (v) Os efeitos de parede podem ser negligenciados;
- (vi) As partículas são do mesmo tamanho e forma.

Tais suposições conduziram Kynch (1952) a descrever o processo de sedimentação inteiramente através da equação da conservação da massa (Equação (2.4 a)), sem levar em conta o balanço de forças que atuam sobre as partículas.

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + v^*(\varepsilon_s) \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial x} = 0, \quad (2.4 a)$$

$$v^*(\varepsilon_s) = \frac{dq_s}{d\varepsilon_s} = \frac{dx}{dt}. \quad (2.4 b)$$

Embora não tenham sido explicitamente indicadas no trabalho original, as condições iniciais e de contorno necessárias para a resolução da Equação (2.4 a) podem ser facilmente deduzidas:

$$\varepsilon_s(t = 0, x) = \varepsilon_{s0}, \quad (2.4 c)$$

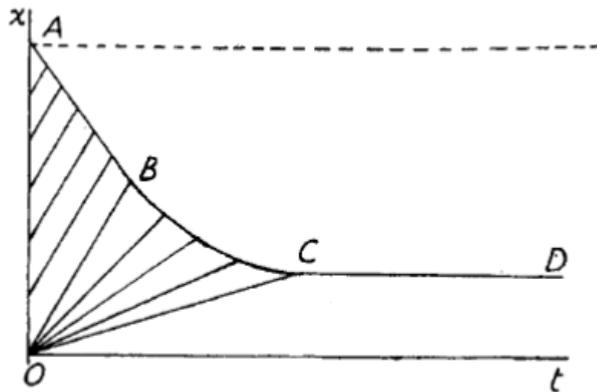
$$\varepsilon_s(t > 0, x = 0) = \varepsilon_{sm}. \quad (2.4 d)$$

Na Equação (2.4),  $\varepsilon_s$  é a concentração volumétrica de sólidos,  $x$  é a posição medida a partir da base da coluna,  $v^*(\varepsilon_s)$  é a velocidade de ascensão de ondas de mesma concentração ou equi-concentração,  $q_s = \varepsilon_s v_s$  é o fluxo de sólidos, sendo  $v_s$ , a velocidade de queda das partículas, e  $\varepsilon_{s0}$  e  $\varepsilon_{sm}$  são, respectivamente, as concentrações inicial e máxima observadas no processo de sedimentação.

O equacionamento proposto por Kynch (1952), descreve, portanto, apenas a interface ascendente (ou inferior), ao passo que a interface descendente (ou superior) pode ser prevista somente mediante análise empírica. Isso equivale a dizer que, a teoria anunciada por Kynch (1952), prediz apenas a propagação de ondas de equi-concentração partindo do fundo do recipiente até o topo do sedimento.

A Figura 2.2 apresenta uma curva típica de sedimentação, na qual a posição da interface descendente com o tempo é dada pela seguinte equação:

$$\frac{dx}{dt} = -v_s(\varepsilon_s). \quad (2.5)$$



**Figura 2.2:** Curva de queda da interface superior exibindo linhas de propagação de densidade de sólidos. (KYNCH, 1952).

A análise da Figura 2.2 possibilita observar o comportamento das linhas de propagação de densidade de sólidos, bem como inferir a existência de quatro regiões de sedimentação:

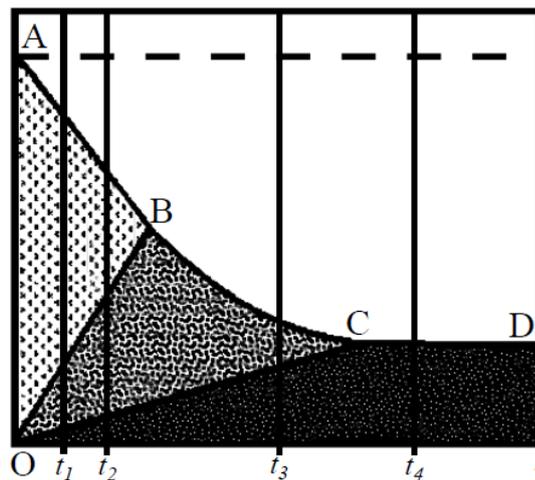
**Região de líquido clarificado:** Região acima dos pontos ABCD e onde a concentração de sólidos e a velocidade de sedimentação são nulas;

**Região de sedimentação livre:** Área delimitada pelos pontos AOB, em que a concentração de sólidos é a mesma da suspensão inicial e a velocidade de sedimentação é constante. Nesta região, as curvas características possuem inclinação constante no plano x-t;

**Região de transição:** Zona de concentrações variáveis e delimitada pelos pontos BOC. Nesta região, a inclinação das curvas características diminui, à medida que a concentração de sólidos aumenta até atingir a concentração máxima de sólidos;

**Região de formação de sedimento:** Região abaixo da linha OCD, na qual a concentração de sólidos é máxima e a velocidade de sedimentação é nula.

As quatro regiões de sedimentação são apresentadas na Figura 2.3, onde é feita uma comparação com as regiões propostas por Coe e Clewenger (1916).



**Figura 2.3:** Regiões de sedimentação em batelada segundo a teoria de KYNCH (1952). (MESSIAS Jr., 2016).

Apesar de “*A Theory of Sedimentation*” (KYNCH, 1952) ter representado um marco nos estudos da sedimentação em batelada, tal teoria não é capaz de representar adequadamente o fenômeno para os casos de formação de sedimentos compressíveis, conforme atestado por Fitch (1966). A limitação desta teoria para sólidos incompressíveis ocorre pois, o modelo matemático de Kynch (1952) é uma abordagem puramente cinemática, que desconsidera os efeitos inerciais, as forças de interação sólido-líquido, sólido-sólido e os efeitos gravitacionais inerentes ao processo de sedimentação (AROUCA, 2007).

Em 1954, Richardson e Zaki analisaram experimentalmente o efeito da concentração de sólidos sobre a taxa de deposição das partículas em processos de sedimentação em batelada e de fluidização sólido-líquido. Os autores sugeriram que, sob condições viscosas ( $Re_p < 0,2$ ), a velocidade de sedimentação,  $v_s$ , relativa à velocidade terminal de uma partícula isolada,  $v_\infty$ , exibe dependência única com a concentração volumétrica de sólidos,  $\varepsilon_s$ , conforme Equação (2.6)<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Na Equação (2.6), a velocidade dos sólidos é negativa, uma vez que o referencial da posição na coluna de sedimentação foi arbitrariamente escolhido como sendo positivo para cima.

$$\frac{v_s}{v_\infty} = -(1 - \varepsilon_s)^{4,7}. \quad (2.6)$$

Talmage e Fitch (1955) propuseram um procedimento gráfico para o cálculo da área de sedimentadores contínuos e utilizaram ensaios de sedimentação em batelada a fim de comparar os métodos de Cloe e Clevenger (1916) e Kynch (1952). Os resultados dos testes demonstraram a equivalência entre as duas metodologias apenas para baixas concentrações e indicaram maior adequabilidade do método de Kynch (1952). A teoria de Kynch (1952) também foi validada em experimentos com esferas de vidro rígidas realizadas por Shannon et al. (1964), Tory e Shannon (1965), Shannon e Tory (1965).

Scott (1968) avaliou o comportamento de suspensões de sílica em um sedimentador contínuo, comparando a área efetiva com a predita através de métodos baseados em ensaios de sedimentação em batelada, tais como os de Cloe e Clevenger (1916) e Talmage e Fitch (1955). Para o caso estudado, notaram-se discrepâncias entre a teoria e a prática, embora a metodologia de Talmage e Fitch (1955), dentre as avaliadas, tenha se mostrado mais precisa. Os desvios observados confirmam o comportamento não ideal da sedimentação de suspensões flocculantes, como a formação de canais estreitos conhecidos como *channelling*, os quais aceleram a taxa de sedimentação das partículas sólidas.

Chakravarti e Dell (1969) investigaram o comportamento de suspensões com elevada formação de flocos. Os experimentos realizados pelos autores mostraram que a taxa de formação de sedimento decresce exponencialmente com o tempo desde o início de um ensaio em batelada, enquanto teorias estabelecidas até aquele momento, prediziam que, inicialmente, tal taxa deveria permanecer constante. Os autores associam o decréscimo exponencial da taxa de formação de sedimento com os mecanismos de compressão e escoamento ascensional do líquido sendo expelido dos flocos através de fissuras ou canais característicos da zona de compressão. Ambos mecanismos, em última instância, dependem da massa total de sólidos na coluna de sedimentação.

Corroborando os resultados pertinentes ao trabalho de Chakravarti e Dell (1969) encontram-se as conclusões observadas por Harris et al. (1975). Ao analisar curvas de sedimentação de materiais compressíveis, os autores identificaram várias regiões de sedimentação, cada qual, governada por um mecanismo específico predominante numa faixa de concentração, e sem que nenhuma delas exibisse velocidade de sedimentação constante. Foram propostas, ainda, equações fenomenológicas para caracterizar cada região, as quais foram formuladas com base na taxa de líquido (água) que se desloca para cima, e na resistência a esse escoamento. Para tanto, os autores consideraram que durante qualquer estágio no processo de sedimentação, a taxa na qual a água é expulsa da suspensão e cruza a interface superior depende da quantidade de água contida logo abaixo desta interface. Por outro lado, a resistência a esse escoamento ascensional da fase contínua depende da quantidade de água que anteriormente cruzou a interface e encontra-se, portanto, acima da mesma. Baseado nesse mecanismo, os autores representaram o modelo em relação à fração de água recuperável da suspensão (água abaixo da interface descendente) e as reescreveram em termos de alturas correspondendo aos limites das regiões de sedimentação teorizadas. Ajustes satisfatórios a dados experimentais de decaimento da interface superior foram obtidos através do modelo.

Dixon (1977) elaborou um estudo teórico considerando o balanço de forças atuantes no fenômeno da sedimentação em batelada de suspensões inicialmente homogêneas. No desenvolvimento de sua teoria, as fases líquida e sólida foram tratadas como contínuas e interagindo entre si. A interação entre as fases, descrita pela força de arraste sobre os sólidos em qualquer ponto, foi considerada como função da concentração e da velocidade relativa. Diante destas hipóteses, a principal conclusão do argumento teórico apresentado pelo autor foi a impossibilidade de se formar um gradiente de concentração na zona de sedimentação livre. A

hipótese usual aplicada para essa região é de que a velocidade de sedimentação depende exclusivamente da concentração local de sólidos (KYNCH, 1952; RICHARDSON e ZAKI, 1954). A abordagem de Dixon (1977) foi interpretar as implicações desta hipótese em termos de forças atuando sobre as partículas. Ao fazê-lo, o autor concluiu que, desprezando os efeitos iniciais de aceleração das partículas, as forças gravitacional e de arraste encontram-se em equilíbrio na zona de sedimentação livre. A primeira, é constante, enquanto a segunda é função da velocidade e da fração volumétrica de sólidos. A característica essencial do argumento desenvolvido por Dixon (1977) baseia-se no fato de que velocidades não podem variar sem a atuação de forças, o que, claramente é uma afirmação da primeira Lei de Newton. Uma vez que na zona de sedimentação livre, a resultante das forças que agem sobre o sistema é nula (equilíbrio), a velocidade dos sólidos é constante, assim como a concentração local. Portanto, quando um gradiente de concentração é formado, deve ser necessariamente na zona de compressão. Isso, pois apenas nesta região é que se encontram presentes as forças necessárias (interações partícula-partícula e, conseqüentemente, a transmissão de pressão entre elas) para produzir um aumento na concentração de sólidos. Neste momento, é oportuno destacar, que para Dixon (1977), a região de compressão envolve as zonas C e D observadas por Coe e Clevenger (1916).

Baseado na *Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo*, d'Ávila (1978) apresentou um modelo matemático para descrever o processo de sedimentação em batelada levando em conta o balanço de forças que atuam sobre as partículas. Esse sistema de forças atuantes no sistema foi incorporado por meio da equação do movimento, aumentando o grau de complexidade do modelo. Sendo assim, visando simplificar a análise do problema, d'Ávila (1978) considerou as seguintes hipóteses básicas:

- (i) A sedimentação é um fenômeno unidimensional;
- (ii) As fases são incompressíveis;
- (iii) Os tensores tensões nos constituintes sólido e líquido são funções apenas da porosidade do meio, isto é:

$$T_s = T_s(\varepsilon_s) = -P_s(\varepsilon_s); \quad (2.7)$$

- (iv) Os efeitos de parede podem ser negligenciados.

Além disso, d'Ávila (1978) constatou que na base do recipiente de testes as velocidades do sólido e do fluido são nulas, condição conhecida como restrição cinemática. O uso desta restrição permite que os perfis de concentração e velocidade sejam completamente descritos e determinados por intermédio das equações da continuidade e do movimento relativas à fase sólida. A formulação completa do problema requer o uso de equações constitutivas correspondentes à tensão nos sólidos e à força resistiva. Considerando escoamento darcyano, o modelo adimensionalizado desenvolvido por d'Ávila (1978) é representado pelo seguinte conjunto de equações:

$$-M \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial T} + (1 - \varepsilon_f) \frac{\partial V}{\partial Z} - V \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial Z} = 0, \quad (2.8)$$

$$(1 - \varepsilon_f) \left( M \frac{\partial V}{\partial T} + V \frac{\partial V}{\partial Z} \right) + S \frac{dP}{d\varepsilon_f} \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial Z} = -AV + B(1 - \rho_f), \quad (2.9)$$

no qual o grupo de variáveis adimensionais é definido como:

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

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

O sistema composto pelas equações (2.8) e (2.9) é um problema de valor de contorno associado às seguintes condições iniciais:

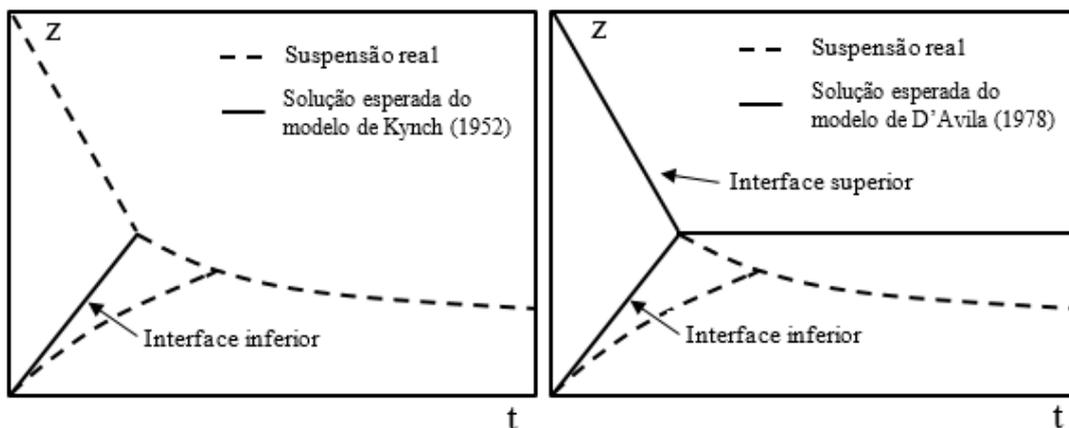
$$T = 0, \quad V = V_0(Z) \quad e \quad \varepsilon_f = \varepsilon_{f0}(Z),$$

em que  $V_0$  e  $\varepsilon_{f0}$  são os perfis de velocidade e concentração volumétrica do fluido no início da sedimentação.

Ao contrário da teoria de Kynch (1952), o modelo de d'Ávila (1978) prevê teoricamente a existência de duas discontinuidades (interfaces) que se propagam em sentidos opostos na distribuição de concentrações. As duas famílias de características descrevendo o movimento das interfaces são dadas pelas equações (2.10) e (2.11), as quais originaram-se da aplicação do método das características nas equações (2.8) e (2.9). A primeira representa a interface superior, enquanto a segunda, descreve o deslocamento ascensional da interface inferior. Ambas são representadas na Figura 2.4, na qual uma comparação entre os modelos de Kynch (1952) e d'Ávila (1978) é estabelecida.

$$\frac{dZ}{dT} = \frac{1}{M} \left( V - \sqrt{-K \frac{dP}{d\varepsilon_f}} \right), \quad (2.10)$$

$$\frac{dZ}{dT} = \frac{1}{M} \left( V + \sqrt{-K \frac{dP}{d\varepsilon_f}} \right). \quad (2.11)$$



**Figura 2.4:** Comparação dos modelos de Kynch (1952) e d'Ávila (1978) com o fenômeno real. (AROUCA, 2007).

Assim sendo, d'Ávila (1978) demonstrou matematicamente a formação de duas discontinuidades no processo de sedimentação, as quais delimitam três regiões distintas, a citar: a região de líquido clarificado, a região de sedimentação propriamente dita e uma terceira região constituída de um depósito de sólidos com algum líquido retido (zona de compressão). Cada

região delimitada pelas interfaces pode ser modelada valendo-se das equações da continuidade e do movimento, além de equações constitutivas específicas. Contudo, as descontinuidades, por tratarem-se de superfícies singulares, não admitem o uso das leis de conservação, posto que, acima e abaixo das interfaces ocorrem saltos nos valores de propriedades, como concentração e pressão nos sólidos, que caracterizam cada uma das regiões. Dessa forma, d'Ávila (1978) apresentou as chamadas equações de salto, isto é, equações que relacionam as propriedades das regiões permitindo que o problema seja resolvido por sistemas independentes acoplados por condições de contorno comuns entre as mesmas. Em virtude das descontinuidades se deslocarem no espaço delimitando as três regiões mencionadas acima, a abordagem proposta por d'Ávila apresenta subdomínios variáveis que qualificam a sedimentação como um problema de fronteira móvel. Finalmente, vale destacar que o método utilizado pelo autor não possibilita a obtenção de informações a respeito da zona de compressão, visto que o problema se encerra no ponto de encontro das duas descontinuidades.

Hamacher (1978, apud AROUCA, 2007), através de ensaios de sedimentação em batelada, determinou equações empíricas para descrever o perfil de concentração de sólidos como função da posição e do tempo. Ao fazer uso das equações da continuidade e do movimento, concluiu-se que a velocidade de sedimentação e a pressão nos sólidos não podem ser expressas exclusivamente como funções da fração volumétrica local dos sólidos. Outra conclusão do trabalho desenvolvido por Hamacher (1978) foi que os termos inerciais, isto é, os termos referentes a aceleração local e convectiva da equação do movimento, são desprezíveis em comparação com os demais.

Em 1980, Tiller e Leu concentraram seus esforços na determinação de equações constitutivas para a tensão nos sólidos e permeabilidade do meio, bem como na obtenção dos relativos parâmetros por meio de dados de porosidade média obtidos em experimentos de filtração. Os autores sugeriram que tanto a permeabilidade quanto a pressão exercida sobre a fase dispersa dependem unicamente da concentração local de sólidos,  $\epsilon_s$ . A permeabilidade do meio foi representada pela seguinte expressão:

$$K = K_{sc} \left( \frac{\epsilon_s}{\epsilon_c} \right)^{-\Psi}, \quad (2.12)$$

constituída de três parâmetros, a citar,  $K_{sc}$ ,  $\epsilon_c$  e  $\eta$ . Já para caracterizar a pressão nos sólidos, foram estabelecidas as relações constitutivas dadas pelas equações abaixo:

$$P_s = P_{sa} \left[ \left( \frac{\epsilon_s}{\epsilon_s^*} \right)^{\frac{1}{\beta}} - 1 \right], \quad (2.13)$$

$$P_s = P_{sa} \exp \left( -\frac{1}{\epsilon_s} \right), \quad (2.14)$$

$$P_s = P_{sa} \exp(\beta \epsilon_s), \quad (2.15)$$

em que  $P_s$  e  $\epsilon_s^*$  representam, respectivamente, a pressão e a concentração da fase sólida em condições de pressão nula nas partículas.  $P_{sa}$  e  $\beta$  são parâmetros a serem determinados.

Embora originalmente propostas para a filtração, as equações constitutivas para a pressão nos sólidos podem ser utilizadas em estudos de sedimentação em batelada,

especialmente ao longo da zona de compressão ou formação de sedimento. Nesse sentido, a condição de pressão nula nos sólidos é admitida ocorrer no início da referida região.

Tiller (1981) revisou a teoria de Kynch (1952) e desenvolveu um equacionamento para representar o processo de sedimentação de sólidos compressíveis. Ao contrário de Kynch (1952), que propôs que a propagação das características (ondas de equi-concentração) é iniciada no fundo do recipiente, no desenvolvimento de seu modelo, Tiller (1981), assumiu que origem das características ocorre na superfície do sedimento, onde a velocidade do líquido ascendente afeta a taxa de sedimentação das partículas. Embora considere os efeitos de compressão, o método de Tiller (1981) exige o monitoramento das interfaces descendente,  $H$ , e ascendente,  $L$ , conforme ilustrado na Figura 2.5, o que limita a sua aplicação prática.

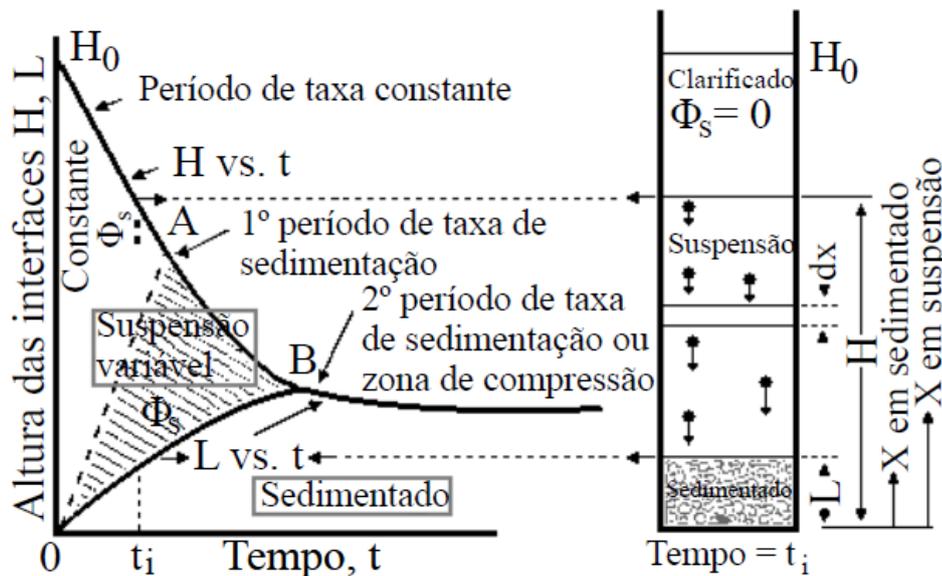


Figura 2.5: Interfaces de sedimentação. (Adaptado de TILLER, 1981).

O modelo de Fitch (1983) é uma generalização do modelo de Kynch (1952), que possui como objetivo estendê-lo para o caso da formação de uma zona de sedimento compressível na base da coluna de sedimentação. Assim como Tiller (1981), Fitch (1983) assumiu que as curvas características são propagadas a partir da interface inferior, porém tangencialmente à superfície do sedimento. O autor sugeriu uma forma de determinar a altura do sedimento através de uma série de ensaios de sedimentação em batelada usando a mesma concentração inicial de sólidos, porém com diferentes alturas iniciais da coluna de suspensão.

Wakeman e Holdich (1984 apud AROUCA, 2007; MESSIAS Jr., 2016), através de dados experimentais de concentração de sólidos com a posição e com o tempo, mostraram que na zona de compactação os termos inerciais da equação do movimento possuem pouca influência na dinâmica de sedimentação das partículas, quando comparadas com as forças gravitacional e de arrasto. Entretanto, em regiões acima da zona de compactado, os termos inerciais da equação do movimento não podem ser negligenciados devido a mudança abrupta na concentração de sólidos.

Concha e Bustos (1987), visando incorporar as características compressíveis de suspensões reais, propuseram uma modificação da condição de contorno de Kynch (1952) na base da coluna. Assumindo que a pressão nos sólidos depende exclusivamente da concentração, a condição de contorno modificada proposta pode ser obtida pela aplicação da equação do movimento na fronteira especificada, conforme apresentado a seguir:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} = \frac{(\rho_s - \rho_f)g\varepsilon_s}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s}}, \quad (z = 0, t), \quad (2.16)$$

em que  $\varepsilon_s$  e  $\rho_s$  são a concentração volumétrica e a densidade de sólidos, respectivamente,  $\rho_f$  é a densidade do líquido,  $g$  é a aceleração da gravidade e  $P_s$  é a pressão nos sólidos. Os autores mostraram que essa abordagem conduz a resultados mais fidedignos ao comportamento de suspensões floculadas, indicando ainda que, para suspensões com elevada compressibilidade, as características são linhas curvas, contrapondo, portanto, a hipótese apresentada por Kynch (1952).

Expressões matemáticas relacionando a concentração de sólidos com a altura das interfaces de clarificado (superior) e de sedimento (inferior) foram apresentadas por Font (1988). O modelo foi desenvolvido para uso quando a medição da altura da interface inferior não é possível. Além disso, foi proposto um procedimento para o cálculo da concentração de sólidos no topo do sedimento.

Com o objetivo de prever a dinâmica da sedimentação em batelada de suspensões polidispersas, Stamatakis e Tien (1992), desenvolveram um método baseado na solução da equação da continuidade para as fases sólida e líquida, acoplada com o uso de correlações empíricas para estimar a velocidade de sedimentação, a lei de Darcy para o movimento relativo fluido/partícula, e equações constitutivas relacionando a permeabilidade e a pressão de sólidos com a porosidade do sedimento. Não obstante, para tornar possível a aplicabilidade do modelo, fez-se necessário o uso de fronteiras móveis para descrever as regiões de sedimentação, o que aumenta drasticamente a sua dificuldade de implementação.

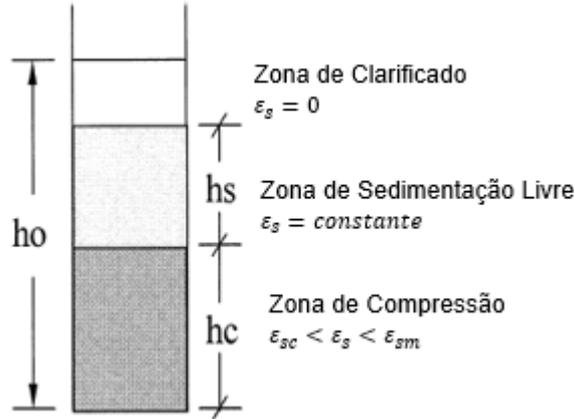
Holdich e Butt (1995) investigaram o efeito da formação de canais (*channeling*) no processo de sedimentação de suspensões de calcita, talco e aragonita, e constataram que esse fenômeno conduz a um aumento significativo na taxa de queda da interface superior e, portanto, no fluxo de sedimentação de sólidos. Isso, pois o canal constitui um meio pelo qual o líquido escoar para a região de clarificado sem ter que percolar o meio poroso formado pelas partículas da suspensão. Os autores observaram, ainda, que promover agitação amena durante o processo em batelada pode ocasionar a disrupção dos canais, aumentando substancialmente a concentração de sedimento.

Bürger e Concha (1998) desenvolveram um modelo fenomenológico para a sedimentação de suspensões floculadas, considerando a compressibilidade dos flocos devido ao seu próprio peso e a permeabilidade do sedimento. O modelo resultante é constituído por uma equação diferencial parcial hiperbólica de primeira ordem para a zona de sedimentação livre, e uma equação diferencial parcial parabólica de segunda ordem para a região de formação de sedimento. A localização da interface entre essas duas regiões é, em geral, previamente desconhecida, constituindo a principal dificuldade na formulação matemática do modelo.

Zheng e Bagley (1999) simularam o processo de sedimentação em batelada fazendo uso de um modelo dinâmico descrevendo as zonas de sedimentação livre e compactação. As simulações mostraram a capacidade do modelo em descrever adequadamente a queda da interface superior, bem como o perfil de concentração de sólidos. Segundo os autores, as vantagens do método apresentado envolvem a sua fácil implementação e a possibilidade de se determinar os parâmetros da compressão do sedimento diretamente dos dados de decaimento da interface superior.

França, Massarani e Biscaia Jr. (1999) propuseram uma metodologia para estimar os parâmetros das equações constitutivas de permeabilidade e pressão nos sólidos. A metodologia envolve um modelo representativo do processo de sedimentação em batelada, o qual considera a coexistência das zonas de sedimentação livre e de compressão (Figura 2.6). Em termos matemáticos, o modelo segue uma abordagem fenomenológica, utilizando as equações de

conservação de quantidade de movimento e massa para as fases sólida e líquida em cada região. Na zona de sedimentação livre, a concentração volumétrica de sólidos é constante e as partículas sedimentam livremente sem interação uma com as outras. Sob essas considerações, esses autores estabeleceram equações descrevendo a velocidade de deslocamento da interface superior,  $v_{sup}$ , Equação (2.17), bem como a variação de sua altura,  $h$ , com o tempo, Equação (2.18).



**Figura 2.6:** Representação esquemática das zonas de sedimentação. (FRANÇA, MASSARANI e BISCAIA Jr., 1999).

$$v_{sup} = k_2 \left( \frac{1 - e^{-k_1 t}}{k_1} \right), \quad (2.17)$$

$$h = h_0 - \lambda \left( t - \frac{1 - e^{-k_1 t}}{k_1} \right). \quad (2.18)$$

Nas equações (2.17) e (2.18),  $k_1$ ,  $k_2$  e  $\lambda$  são representados por:

$$k_1 = \frac{\mu}{K(\varepsilon_{s0})\rho_s \varepsilon_{s0}}; \quad k_2 = \frac{(\rho_s - \rho_l)g}{\rho_s}; \quad \lambda = \frac{k_1}{k_2},$$

em que  $\mu$  é a viscosidade do líquido,  $\varepsilon_{s0}$  é a concentração inicial de sólidos na suspensão,  $g$  indica a aceleração da gravidade e  $\rho_s$  e  $\rho_l$  são, respectivamente, as densidades dos sólidos e do líquido.  $K(\varepsilon_{s0})$  refere-se à permeabilidade do meio. Sua dependência com a porosidade foi estabelecida por uma expressão do tipo Kozeny-Carman e envolve a determinação de dois parâmetros ( $\alpha$  e  $\gamma$ ):

$$K(\varepsilon_s) = (\alpha + \gamma \varepsilon_s) \frac{(1 - \varepsilon_s)^3}{\varepsilon_s^2}. \quad (2.19)$$

No entanto, os efeitos de interação sólido-sólido tornam-se significativos na zona de compressão e a concentração das partículas varia com o tempo e com o espaço. As equações descrevendo a dinâmica de sedimentação nessa zona são:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} - \frac{\partial q_s}{\partial z} = 0, \quad (2.20)$$

e

$$\rho_s \left[ \frac{\partial q_s}{\partial t} - \frac{\partial}{\partial t} \left( \frac{q_s^2}{\varepsilon_s} \right) \right] = \frac{\partial P_s}{\partial z} - \frac{\mu q_s}{K(\varepsilon_s)} + (\rho_s - \rho_l) g \varepsilon_s, \quad (2.21)$$

sujeitas às seguintes condições de contorno:

$$z = 0; \quad q_s = 0, \quad (2.22)$$

$$z = h_c(t); \quad \varepsilon_s = \varepsilon_{sc}; \quad P_s = 0, \quad (2.23)$$

em que  $\varepsilon_{sc}$  é a concentração volumétrica crítica de sólidos.

A pressão nos sólidos presente no balanço de quantidade de movimento foi obtida, primeiramente, através de uma correlação empírica (ver Equação (2.13)) proposta por Tiller e Leu (1980) para a filtração, porém frequentemente empregada por outros autores para estudos de sedimentação em batelada. França, Massarani e Biscaia Jr. (1999) avaliaram, ainda, uma segunda expressão, do tipo Langmuir, para a pressão nos sólidos:

$$P_s(\varepsilon_s) = P_a \frac{(\varepsilon_s - \varepsilon_{sc})}{(\varepsilon_{sm} - \varepsilon_s)}. \quad (2.24)$$

O fato da altura da zona de compressão,  $h_c$ , ser função do tempo caracteriza a abordagem de França, Massarani e Biscaia Jr. (1999) como um problema de fronteira móvel. Uma vez que o uso de condições de salto resulta em dificuldades numéricas na solução do problema, os autores propuseram equações de balanço global, permitindo o acoplamento das zonas de sedimentação livre e de compressão: uma equação de restrição das alturas (Equação (2.25)) e uma equação de balanço de massa global (Equação (2.26)).

$$h_s(t) + h_c(t) = h(t), \quad (2.25)$$

$$\varepsilon_{s0} h_s(t) + \bar{\varepsilon}_s h_c = \varepsilon_{s0} h_0, \quad (2.26)$$

em que:

$$\bar{\varepsilon}_s = \frac{1}{h_c(t)} \int_0^{h_c} \varepsilon_s(z, t) dz. \quad (2.27)$$

Os parâmetros relativos à permeabilidade do meio e pressão de sólidos foram determinados a partir de simulações realizadas com o objetivo de ajustar os dados experimentais disponíveis de monitoramento da interface superior.

Utilizando propriedades fundamentais, como a densidade dos sólidos secos, a densidade dos flocos, a permeabilidade e a resistência à compressão, Kinnear (2002, apud CLERCQ, 2006) desenvolveu um modelo para descrever as características e a velocidade de sedimentação

de lodo ativado. O modelo foi obtido a partir da equação da continuidade e do movimento para as fases líquida e sólida; a força resistiva foi descrita pela lei de Darcy, a permeabilidade pela equação empírica de Kozeny-Carman e a pressão nos sólidos, pela função, também empírica, de Buscall e White (1987). Inicialmente, a expressão para a velocidade foi capaz de prever precisamente a altura da interface superior ao longo da zona de sedimentação livre. Contudo, o modelo não apresenta o mesmo desempenho ao descrever as regiões de transição e compactação. Kinnear (2002) demonstrou, entretanto, que as respostas do modelo podem ser consideravelmente aperfeiçoadas, se a concentração crítica apresentar dependência com o tempo.

Chercq (2008) investigou o comportamento da sedimentação de lodos ativados provenientes de duas estações de tratamento de efluentes por meio um modelo conservativo baseado nos balanços de massa e quantidade de movimento para as fases sólida e líquida. O modelo faz uso de uma função de densidade de fluxo de Kynch para a zona de sedimentação livre e uma função correspondente à pressão efetiva nos sólidos para a zona de compactação. Os ajustes das previsões do modelo aos dados experimentais de monitoramento da interface superior e de perfis de concentração de sólidos em função da altura em diferentes tempos de sedimentação mostraram que resultados satisfatórios são obtidos quando se considera a concentração crítica dependente do tempo, conforme atestado por Kinnear (2002).

Nocoñ (2010) mostrou ser possível acompanhar o progresso da sedimentação em batelada através de medições da pressão hidrostática à uma certa distância da base do recipiente de testes. Para tanto, o autor propôs que a influência do processo de sedimentação sobre a variável medida resulta apenas da distribuição de sólidos ao longo da posição e do tempo. Assim, por meio da equação da continuidade e uma correlação empírica para a velocidade de sedimentação desenvolvida por Metzger (1997) foram determinados os perfis de concentração de sólidos, os quais, juntamente com as aferições de pressão hidrostática, possibilitaram computar a posição da interface superior.

Ramin et al. (2014) avaliaram a acurácia de modelos de velocidade de sedimentação disponíveis na literatura e propuseram um novo modelo constituído de três equações descrevendo as regiões de sedimentação livre, de transição (concentrações variáveis) e de compressão, respectivamente. Para a zona de sedimentação livre, os autores fizeram uso da correlação de Takács et al. (1991). A velocidade das partículas na zona de transição foi descrita por uma equação exponencial análoga ao modelo de Takács et al. (1991). No caso da zona de compactação de sólidos, uma modificação do equacionamento de Clercq (2008) foi empregada para representar apropriadamente esta região. A fim de evitar uma descontinuidade entre as zonas de sedimentação livre e de concentrações variáveis, Ramin et al. (2014) assumiram que as velocidades computadas pela correlação de Takács et al. (1991) e pela referida equação exponencial são iguais no ponto de transição. Ajustados os parâmetros, o novo modelo apresentou boa concordância com os dados experimentais de monitoramento da interface descendente disponíveis para uma suspensão de lodo ativado.

Calçada et al. (2016) apresentaram uma metodologia para avaliar a capacidade de drenagem de fluidos de perfuração, do poço para a formação rochosa, como estratégia de mitigação do fenômeno APB (*Annular Pressure Build-up*). Tal metodologia envolveu o desenvolvimento de um modelo a fim de prever a sedimentação em batelada de sólidos adensantes presentes no fluido de perfuração. O modelo segue uma abordagem fenomenológica, utilizando as equações da continuidade e do movimento para descrever, respectivamente, o balanço de massa e o balanço de forças atuantes no sistema. Considerando deslocamento unidirecional dos sólidos, as seguintes equações foram propostas:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} = -\varepsilon_s \frac{\partial v_s}{\partial z} - v_s \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z}, \quad (2.28)$$

$$C.I.: \varepsilon_s(t = 0, z) = \varepsilon_{s0},$$

$$C.C.: \varepsilon_s(z = 0, t) = 0,$$

e

$$\frac{\partial v_s}{\partial t} = g - \frac{1}{\rho_s} \left[ \frac{18\mu_{ap}(v_l - v_s)}{d_s^2(1 - \varepsilon_s)^{2,7}} - a\varepsilon_s^b \right], \quad (2.29)$$

$$C.I.: v_s(t = 0, z) = 0,$$

em que,  $\varepsilon_s$ ,  $v_s$ ,  $\rho_s$  e  $d_s$  indicam, nessa ordem, a concentração, a velocidade, a densidade e o diâmetro dos sólidos.  $v_l$  é a velocidade da fase líquida,  $g$ , a aceleração gravitacional, e  $a$  e  $b$  são parâmetros do modelo.

O primeiro termo entre colchetes na Equação (2.29) refere-se à força de interação sólido-líquido para  $Re_p < 0,2$ , conforme estabelecido por Richardson e Zaki (1954), e o segundo, à força de interação sólido-sólido proposta pelos autores. A viscosidade aparente,  $\mu_{ap}$ , foi calculada em função da tensão ( $\tau$ ) e da taxa de cisalhamento ao redor da partícula ou característica ( $\lambda^*$ ) de acordo com a seguinte equação:

$$\mu_{ap} = \frac{\tau}{\lambda^*} = \frac{\tau\sqrt{K}}{v_s}, \quad (2.30)$$

na qual a permeabilidade do meio,  $K$ , foi representada pela equação de Kozeny-Carman.

## 2.2 Sedimentação de Sólidos em Meio Não Newtoniano

Massarani e Telles (1978) desenvolveram uma expressão para o termo de interação dinâmica fluido-partícula ( $\mathbf{l}$ ) através da Análise Dimensional e de um ciclo de experiências conduzidas com partículas esféricas e em forma de discos, com diferentes esfericidades ( $\alpha$ ). Os resultados se restringiram ao movimento lento (sedimentação) de partículas isoladas em meio fluido não newtoniano e permitiram obter:

$$\mathbf{l} = \frac{18\tau(\lambda^*)}{d_p\|\mathbf{u} - \mathbf{v}\|} \frac{\phi(\alpha)}{\theta(\alpha)} (\mathbf{u} - \mathbf{v}), \quad (2.31)$$

sendo a taxa de cisalhamento característica dada por:

$$\lambda^* = \frac{\|\mathbf{u} - \mathbf{v}\|}{d_p} \theta(\phi). \quad (2.32)$$

Nas equações acima, as variáveis em negrito indicam vetores:  $\mathbf{l}$ , o termo de interação e  $\mathbf{u}$  e  $\mathbf{v}$ , as velocidades do fluido e da partícula, respectivamente.  $\tau$  refere-se à tensão de cisalhamento;  $d_p$ , ao diâmetro da partícula e  $\phi(\alpha)$  e  $\theta(\alpha)$  são funções dependentes da esfericidade.

Medidas de velocidade terminal das partículas,  $v_t$ , em queda livre permitiram a determinação das funções  $\phi(\alpha)$  e  $\theta(\alpha)$ . A primeira foi obtida através da equação do movimento

para a partícula, na qual o termo de interação sólido-fluido é dado pela Equação (2.31), ambas aplicadas quando o meio fluido é newtoniano:

$$\phi(\alpha) = \frac{(\rho_s - \rho_f)gd_p^2}{18v_t\mu}, \quad (2.33)$$

em que  $\rho_s$  e  $\rho_f$  são, respectivamente, as densidades do sólido e do fluido, e  $\mu$  é a viscosidade da fase líquida.

Determinado  $\phi(\alpha)$ , experiências com fluidos não newtonianos de reologia conhecida ( $\tau(\lambda)$ ) conduziram a  $\theta(\alpha)$  através da seguinte equação:

$$(\rho_s - \rho_f)g = \frac{18\phi(\alpha)\tau(\lambda)}{d_p\theta(\alpha)}, \quad \lambda = \frac{v_t}{d_p}\theta(\phi). \quad (2.34)$$

Buscall et al. (1982) investigaram experimentalmente a sedimentação de partículas de poliestireno em soluções aquosas salinas e em meio polimérico pseudoplástico. Fazendo uso de um catetômetro<sup>2</sup>, a altura da interface superior foi medida em função do tempo, a partir da qual foi proposta uma expressão para representar a velocidade relativa de sedimentação. Para os sistemas poliméricos estudados, concluiu-se que tal velocidade exhibe dependência com a viscosidade aparente equivalente à taxa de deformação zero da suspensão.

O efeito de parede na velocidade terminal de partículas esféricas em fluidos não newtonianos foi estudado por Lali et al. (1989), variando-se a razão entre o diâmetro dos sólidos,  $d_p$ , e o diâmetro do recipiente de testes,  $D$ , em um intervalo de 0,05 a 0,78. Uma correlação foi obtida para o efeito de parede como função da referida razão e do número de Reynolds de partícula. Demonstrou-se, que para uma faixa do número de Reynolds entre 0,005 e 0,5, o valor máximo da razão  $d_p/D$ , para o qual o efeito de parede foi ausente, variou de 0,05 a 0,02. Portanto, tal efeito é usualmente negligenciado nos processos de sedimentação em batelada, dado que o diâmetro dos sólidos é, em geral, expressivamente menor quando comparado com o da coluna de sedimentação (ver KYNCH, 1952; d'ÁVILA, 1978; BÜRGER e CONCHA, 1998)

Laruccia (1990) propôs uma correlação para o cálculo do coeficiente de arraste,  $C_D$ , de partículas não esféricas sedimentando em fluidos não newtonianos independentes do tempo. A utilização da Análise Dimensional e de dados experimentais que cobrem os regimes laminar, de transição e o turbulento conduziram a uma correlação generalizada para  $C_D$  indicada a seguir:

$$C_D = \left\{ \left[ \frac{24\Omega(\varphi)}{Re_{gen}} \right]^p + [\chi(\varphi)]^p \right\}^{1/p}, \quad (2.35)$$

sendo o número de Reynolds generalizado,  $Re_{gen}$ , definido por:

$$Re_{gen} = \frac{\rho v_t^2 \Theta(\varphi)}{\tau(\dot{\gamma})}. \quad (2.36)$$

Na Equação (2.36),  $\Theta(\varphi)$  é um fator de forma e  $\tau(\dot{\gamma})$  é a tensão cisalhante correspondente a uma taxa de cisalhamento  $\dot{\gamma}$ . O parâmetro  $\dot{\gamma}$ , por sua vez, apresenta

<sup>2</sup> Catetômetro é um instrumento com o qual se medem distâncias verticais.

dependência com o diâmetro  $d_p$  do sólido e com a velocidade terminal da partícula,  $v_t$ , de acordo com a seguinte expressão:

$$\dot{\gamma} = \frac{v_t}{d_p} \Theta(\varphi). \quad (2.37)$$

Na Equação (2.35), as funções  $\Omega(\varphi)$  e  $\chi(\varphi)$ , as quais dependem da esfericidade,  $\varphi$ , da partícula, foram determinadas a partir de experimentos que consideram os casos limites de escoamento laminar e turbulento, respectivamente. Em particular,  $\Omega(\varphi)$  é obtida através de medidas de velocidade terminal da partícula em fluidos newtonianos. Conhecida a função  $\Omega(\varphi)$ , é possível obter o fator de forma  $\Theta(\varphi)$  presente na Equação (2.36) por meio de medidas de  $V_t$  em fluidos não newtonianos de reologia conhecida. Já, o parâmetro  $m$  e a função  $\chi(\varphi)$  são característicos do regime turbulento. No caso de escoamento em regime laminar, como é o caso da sedimentação,  $p$  é igual a unidade e a função  $\chi(\varphi)$  é nula. Assim, a Equação (2.35) para o coeficiente de arraste se reduz à:

$$C_D = \frac{24\Omega(\varphi)}{Re_{gen}}. \quad (2.38)$$

Diante do exposto acima, nota-se que as correlações para  $C_D$  propostas por Laruccia (1990) são de natureza experimental, condição necessária ao se analisar partículas irregulares na forma. No decorrer do seu trabalho, uma vez conhecidos o coeficiente de arraste e a reologia da fase contínua, o autor mostrou ser possível obter a velocidade de sedimentação da partícula isolada em uma série de fluidos não newtonianos.

Segundo Chien (1994), o coeficiente de arraste,  $C_D$ , representa, basicamente, a fração da energia cinética da velocidade de sedimentação que é utilizada para vencer a força de arraste atuando sobre um corpo sólido. Para partículas de diâmetro  $d_p$  e densidade  $\rho_p$ , o coeficiente de arraste em processos de sedimentação é definido como:

$$C_D = \frac{4 d_p g (\rho_p - \rho_f)}{3 v_t^2 \rho_f}, \quad (2.39)$$

onde  $\rho_f$  e  $g$  são, respectivamente, a densidade do fluido e a aceleração da gravidade;  $v_t$  indica a velocidade terminal da partícula.

Para a determinação da velocidade terminal da partícula sedimentando em um fluido quiescente geralmente considera-se uma relação entre o coeficiente de arraste e o número de Reynolds. Assim, Chien (1994) desenvolveu uma nova correlação para prever a velocidade de sedimentação de partículas de forma irregular ( $\alpha \neq 1$ ) em meio fluido newtoniano e não newtoniano. A metodologia empregada pelo autor envolveu, inicialmente, o uso de dados experimentais de velocidade terminal da partícula isolada,  $v_t$ , para determinar uma correlação empírica entre o coeficiente de arraste e o número adimensional de Reynolds ( $Re$ ) da seguinte forma:

$$C_D = \frac{30}{Re} + \frac{67,289}{e^{5,030\alpha}}, \quad (0,2 \leq \alpha \leq 1,0), \quad (2.40)$$

sendo Reynolds definido por:

$$Re = \frac{d_p v_t \rho_f}{\mu_e}, \quad (2.41)$$

em que  $\mu_e$  representa a viscosidade efetiva do fluido.

A Equação (2.40) é válida para partículas irregulares em fluidos newtonianos e não newtonianos e  $Re$  entre 0,001 e 10.000.

Por sua vez, a correlação proposta pelo autor para a velocidade de sedimentação das partículas é obtida ao se introduzir as definições do coeficiente de arraste e de Reynolds (equações (2.39) e (2.41), nessa ordem) na correlação estabelecida experimentalmente para  $C_D$  (2.40):

$$v_t^2 + 4,458e^{5,030\alpha} \left( \frac{\mu_e}{d_p \rho_f} \right) v_t - 19,449e^{5,030\alpha} d_p \left( \frac{\rho_p}{\rho_f} - 1 \right) = 0. \quad (2.42)$$

Assim, a velocidade de sedimentação das partículas é o valor positivo obtido através da resolução da Equação (2.42).

Nota-se que até o momento nenhuma menção foi feita a respeito da viscosidade efetiva ( $\mu_e$ ) do meio contínuo. Para fluidos newtonianos, ela é a mesma que a viscosidade dinâmica (constante). Por outro lado, no caso de fluidos não newtonianos, a viscosidade efetiva depende da taxa de cisalhamento. Em seu trabalho, Chien (1994) definiu a taxa de cisalhamento ( $\lambda$ ) como a razão entre a velocidade terminal e o diâmetro das partículas:

$$\lambda = \frac{v_t}{d_p}, \quad (2.43)$$

Finalmente, a Equação (2.43) foi inserida em modelos reológicos bem consolidados na literatura, como os modelos de Power-law e Herschel-Bulkley, a fim de se determinar a viscosidade efetiva do fluido:

Power-law:

$$\mu_e = M(\lambda)^{n-1} = M \left( \frac{v_t}{d_p} \right)^{n-1}. \quad (2.44)$$

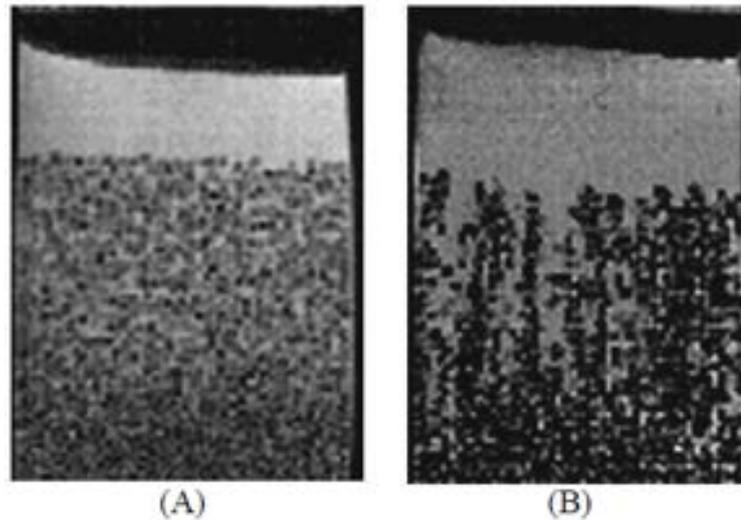
Herschel-Bulkley:

$$\mu_e = \frac{\tau_0}{\lambda} + M(\lambda)^{n-1} = \tau_0 \frac{d_p}{v_t} + M \left( \frac{v_t}{d_p} \right)^{n-1}. \quad (2.45)$$

Nas equações (2.44) e (2.45)  $M$  e  $n$  são os índices de consistência e de comportamento do fluido, respectivamente,  $\tau_0$  indica a tensão limite de escoamento, isto é, a tensão a partir da qual o fluido começa a escoar.

Bobroff e Phillips (1998), através de imagens obtidas por ressonância magnética nuclear, examinaram a taxa de sedimentação de suspensões concentradas e não coloidais em fluidos viscoelásticos. Ao realizar ensaios em condições abaixo e acima da taxa de cisalhamento crítica – taxa a partir da qual nota-se o aparecimento do comportamento reológico pseudoplástico – observou-se, respectivamente, o efeito isolado da elasticidade e da viscosidade na queda da interface superior. Constatou-se, então, que ambas as características reológicas podem resultar em uma taxa de sedimentação dependente do tempo, diferentemente do que

ocorre em fluidos newtonianos Apesar de tanto a elasticidade quanto a pseudoplasticidade elevarem a velocidade de decaimento da interface superior, os resultados de Bobroff e Phillips (1998) indicam um efeito mais pronunciado do caráter pseudoplástico. Os autores não apresentam uma justificativa para tal observação. Além disso, imagens em 2D de seções verticais das suspensões mostraram o desenvolvimento de uma microestrutura não homogênea durante a sedimentação em um fluido viscoelástico. Nestes casos, os autores notaram uma tendência significativa das partículas se agregarem em longas colunas alinhadas na direção do escoamento e separadas pela fase líquida, ao contrário do que ocorre em fluido newtoniano (Figura 2.7).



**Figura 2.7:** Imagens obtidas por ressonância magnética da sedimentação em fluido newtoniano (A) e fluido viscoelástico (B). (BOBROFF e PHILLIPS, 1998).

Assim, segundo Bobroff e Phillips (1998), as diferenças qualitativas entre a sedimentação em fluidos newtonianos e não newtonianos se devem às mudanças microestruturais ao nível dos sólidos, ocasionadas por interações hidrodinâmicas e não-newtonianas entre as partículas.

Daugan et al. (2002) apresentaram um estudo experimental sobre o comportamento da sedimentação de duas partículas ao longo de seus eixos centrais em fluidos não newtonianos com fracas características elásticas, porém fortemente pseudoplásticos. Assim, a contribuição reduzida da elasticidade permitiu que os autores isolassem o efeito da pseudoplasticidade na dinâmica de sedimentação das partículas. Daugan et al. (2002) mostraram a existência de uma distância inicial de separação crítica, abaixo da qual as partículas se aglomeram. O fenômeno da aglomeração é resultado da formação de um “corredor de baixa viscosidade” criado pela passagem da primeira partícula, e através do qual a segunda partícula sedimenta com maior velocidade até encontrar a primeira. A partir desse ponto, as duas partículas se encadeiam e passam a sedimentar com velocidade constante e aproximadamente duas vezes maior do que a velocidade de uma partícula isolada.

Resultados semelhantes foram obtidos por Gueslin et al. (2006) ao avaliarem a influência da tensão imposta pelas partículas na formação e estrutura dos corredores de baixa viscosidade. Assim, os autores fizeram o uso de esferas com diferentes densidades escoando em um fluido com propriedades pseudoplástica, tixotrópica e de tensão limite de escoamento. Para uma distância vertical de separação inferior a quinze vezes o raio da partícula, as esferas se agregavam independentemente do campo de velocidades originado ao seu redor. Outra constatação do trabalho de Gueslin et al. (2006) foi o movimento radial descrito pelas partículas

mais densas: neste caso, a primeira esfera lançada moveu-se lateralmente criando um corredor de viscosidade reduzida na mesma direção. Como resultado, após a aglomeração das partículas, estas passavam a sedimentar deslocadas radialmente do ponto inicial de lançamento.

Shah et al. (2007) correlacionaram dados (disponíveis na literatura) de velocidade de sedimentação da partícula isolada escoando em fluidos não newtonianos com duas quantidades adimensionais: o coeficiente de arraste,  $C_D$  e o número de Reynolds da partícula,  $Re$ . Entretanto, a abordagem dos autores consistiu relacionar tais variáveis na forma de  $C_D^{2-n}$  versus  $Re$  em detrimento da metodologia convencional de plotar  $C_D$  versus  $Re$ . Neste momento, é oportuno destacar que  $n$  representa o índice de comportamento do fluido, parâmetro que indica o quanto este fluido difere reologicamente do comportamento newtoniano ( $n = 1$ ). Ao adotar a referida abordagem, Shah et al., (2007) observaram o aparecimento de um conjunto de curvas dependentes de  $n$ , característica que não evidenciada na metodologia  $C_D$  versus  $Re$ . Além disso, os autores propuseram um novo modelo para determinar a velocidade terminal da partícula isolada em fluidos power-law:

$$\sqrt{C_D^{2-n} Re^2} = A(n) Re^{B(n)}, \quad (2.46)$$

em que os parâmetros  $A(n)$  e  $B(n)$ , os quais são função do índice de comportamento do fluido, são dadas pelas equações a seguir:

$$A = 6,9148(n^2) - 24,838(n) + 22,642, \quad (2.47)$$

$$B = -0,5067(n^2) + 1,3234(n) - 0,1744. \quad (2.48)$$

É importante destacar que as equações (2.47) e (2.48) foram obtidas por regressão linear dos dados experimentais utilizados pelos autores para os diferentes fluidos power-law investigados, o que justifica a dependência de  $A$  e  $B$  com  $n$ .

Por sua vez, o número de Reynolds presente no modelo proposto é determinado por meio da Equação (2.41), na qual a viscosidade efetiva do fluido foi definida como segue:

$$\mu_e = M(\lambda)^{n-1} = M \left( 2 \frac{v_t}{d_p} \right)^{n-1}. \quad (2.49)$$

Note que a taxa de cisalhamento utilizada por Shah et al., (2007) é o dobro da empregada por Chien (1994).

Phillips (2010) estabeleceu uma teoria destinada a descrever a instabilidade estrutural tipicamente observada na sedimentação de sólidos em fluidos viscoelásticos. A teoria foi baseada na premissa de que o fenômeno de aglomeração das partículas e formação de canais surgem, sobretudo, como resultado de um mecanismo de competição entre as interações hidrodinâmicas, responsáveis pelo processo agregativo das partículas, e a dispersão hidrodinâmica, a qual atua na manutenção de uma microestrutura homogênea. Desse modo, Phillips (2010) propôs uma equação de conservação da massa do material particulado, em termos de propriedades físicas e reológicas mensuráveis, como o raio das partículas e o número de Deborah. Este modelo foi capaz de prever certas características da instabilidade estrutural, tais como o seu início, a distância de separação entre duas colunas adjacentes formadas e o

tempo de formação das mesmas. Os resultados obtidos pela teoria apresentaram um ajuste satisfatório a dados experimentais relativos ao número de colunas formadas e ao tempo de formação das mesmas na sedimentação de suspensões diluídas e com fraco caráter elástico.

Em 2014, Moreira apresentou um estudo acerca da obtenção de informações a respeito da interação e da dinâmica de sedimentação de sólidos em fluidos exibindo comportamento reológico pseudoplástico. Corroborando as constatações de Daugan et al. (2002), Moreira (2014) concluiu que a pseudoplasticidade dos fluidos não newtonianos investigados afeta consideravelmente a taxa de sedimentação das partículas. O material particulado, ao sedimentar, impõe uma taxa de cisalhamento ao fluido, deformando-o e diminuindo sua viscosidade aparente. Na região de viscosidade reduzida, as partículas se aglomeram e deslocam-se com maior velocidade de sedimentação, fazendo com que algumas delas atinjam mais rapidamente a base da proveta de testes. O autor observou, ainda, que a formação do sedimento no fluido pseudoplástico ocorreu de forma mais rápida no início do ensaio relativamente ao fluido newtoniano de viscosidade semelhante investigado. Entretanto, o tempo final necessário para a total compactação do sedimento foi significativamente maior para o fluido não newtoniano, comportamento não justificado pelo autor.

Santos et al. (2018) investigaram a dinâmica de sedimentação de partículas sólidas em dois fluidos de perfuração sintéticos à base de olefinas, diferenciados pela presença de carbonato de cálcio como agente espessante. Apesar das características pseudoplásticas de ambos os fluidos, a formação de corredores de baixa viscosidade e o fenômeno de aglomeração das partículas não foram observados conforme constatado por Moreira (2014). Santos et al. (2018) justificaram tal comportamento pelas baixas taxas de deposição dos sólidos durante os ensaios experimentais. Logo, o processo de sedimentação do material particulado atendeu a características típicas de fluidos newtonianos: quanto maior a fração volumétrica de sólidos, menor a taxa de sedimentação.

### 2.3 Técnicas de Monitoramento da Concentração de Sólidos

Métodos convencionais utilizados na descrição quantitativa da dinâmica de sedimentação de sólidos em líquidos envolvem a observação experimental das alturas das interfaces com o tempo, conforme ilustrado na Figura 2.8.

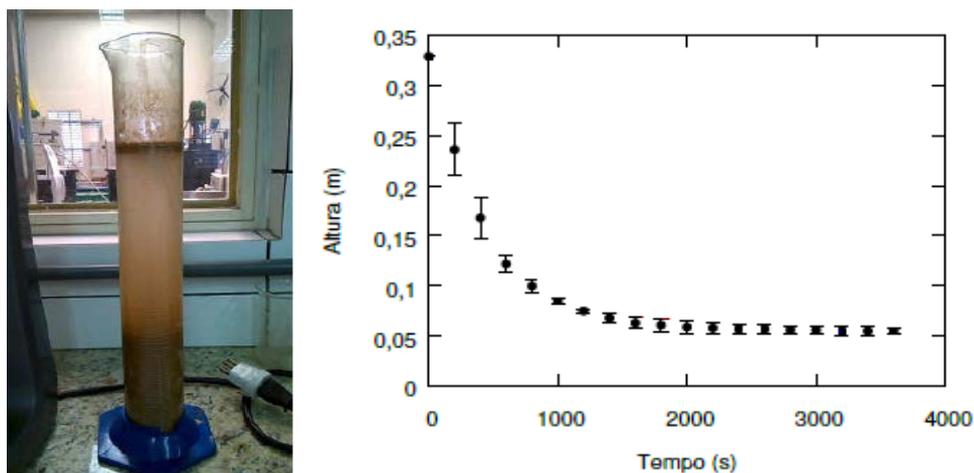


Figura 2.8: Representação do deslocamento da interface superior com o tempo (MESSIAS Jr., 2016).

No entanto, a visualização das interfaces e, conseqüentemente, o estabelecimento do fluxo de sólidos, tornam-se impraticáveis em situações nas quais a fase líquida (ou a suspensão) é opaca (Figura 2.9).



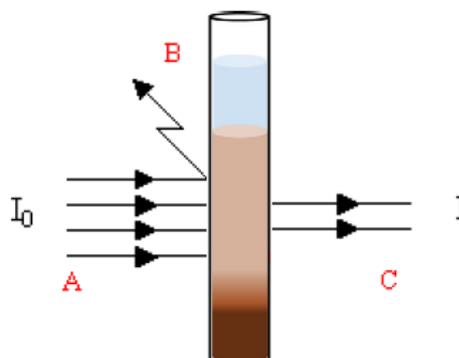
**Figura 2.9:** Ilustração de uma suspensão opticamente opaca (CLERCQ, 2006).

Sendo assim, neste item são apresentadas algumas das técnicas desenvolvidas para o monitoramento da concentração ou fluxo de sólidos em suspensões opticamente opacas como alternativas ao acompanhamento visual das interfaces durante o fenômeno de sedimentação em batelada.

### 2.3.1 Atenuação de raios- $\gamma$

A atenuação de raios gama é uma técnica empregada para obter indiretamente a concentração local de sólidos presentes em um sistema de sedimentação em batelada. Sua forma de operação não implica no contato entre o equipamento e a suspensão, de modo que a estabilidade e configuração do meio não é perturbada. Tais características tornam a atenuação de raios gama um método não invasivo e não destrutivo (FAGUNDES, 2015). Seu princípio de funcionamento baseia-se no fato de que, quando um feixe de fótons emitidos por uma fonte de raios- $\gamma$  atinge um meio físico qualquer, a radiação é atenuada de maneira proporcional à concentração do meio (AROUCA, 2007).

A Figura 2.10 ilustra a atenuação de um feixe colimado de raios- $\gamma$  através de uma coluna de sedimentação. Dependendo da quantidade de sólidos, parte da radiação emitida (A) que incide sobre a coluna de sedimentação com intensidade  $I_0$  pode se espalhar (B), ser absorvida ou atravessar o meio sem sofrer espalhamento (C) (AROUCA, 2007).



**Figura 2.10:** Representação esquemática da atenuação de raios- $\gamma$  por uma coluna de sedimentação.

A variação da intensidade de um feixe monoenergético colimado de raios- $\gamma$  que atravessam um material qualquer é obtida por meio da equação de Lambert. Quando o material sobre o qual incide o feixe de raios- $\gamma$  é uma suspensão sólido-líquido e o estado de referência é o fluido livre de sólidos, obtém-se uma expressão que mostra que o logaritmo da atenuação dos raios- $\gamma$  é uma função linear da concentração volumétrica de sólidos nela contidos (MOREIRA et al., 2017), ou seja,

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = B\varepsilon_s. \quad (2.50)$$

Na Equação (2.50),  $R_0$  e  $R$  são respectivamente, as intensidades (corrigidas pelo tempo de resolução do sistema) do feixe que passa pela proveta sem concentração de sólidos e com a presença dos mesmos;  $\varepsilon_s$  é a fração volumétrica de sólidos e  $B$ , um parâmetro determinado via de ensaios de calibração.

Segundo Williams et al. (1990), a principal vantagem da técnica de atenuação de raios- $\gamma$  é a sua não dependência com as propriedades físicas da suspensão, tais como temperatura, pressão, viscosidade e composição eletrolítica. No entanto, sua aplicabilidade pode se limitar a processos cuja dinâmica de sedimentação seja lenta, a fim de garantir uma alta precisão na obtenção dos dados.

Bergstrom (1992) empregou o Cs-137 como fonte radioativa para a determinação dos perfis de concentração de sólidos em função da altura para suspensões floculadas de alumina. O autor reportou erros relativos de 2% nas medições.

O uso da técnica de atenuação de raios- $\gamma$  também foi efetuado por Arouca et al. (2006), que avaliaram o desempenho desta técnica na determinação de perfis de concentração e de curvas de equi-concentração na sedimentação de suspensões aquosas de carbonato de cálcio. Fagundes (2015) fez uso de um equipamento emissor de raios- $\gamma$ , conforme ilustrado na Figura 2.11, a fim de monitorar a variação da concentração volumétrica de sólidos na sedimentação de adensantes em um fluido de perfuração real à base de olefinas (Br-Mul, fornecido pela Petrobras S/A). Diferentemente de Bergstrom (1992), Fagundes (2015) utilizou o Am-241 como radioisótopo, mostrando que, para o caso investigado, essa fonte de radiação- $\gamma$  é eficaz na obtenção de perfis de concentração de sólidos em função do tempo e da altura na coluna de sedimentação.

Moreira et al. (2017) investigaram a dinâmica da sedimentação de materiais particulados em fluidos newtonianos e não newtonianos com comportamento pseudoplástico. Para esta finalidade, informações a respeito da variação da concentração de sólidos em diferentes regiões da coluna de sedimentação e ao longo do tempo foram coletadas por intermédio da técnica de atenuação de raios- $\gamma$ . Os resultados reportados por Moreia et al. (2017) indicam que os maiores desvios observados na condução dos experimentos e no emprego da referida técnica de monitoramento encontram-se no momento da passagem da interface pelo sistema de detecção. Ademais, desvios maiores foram computados para região de clarificado comparativamente à zona de formação de sedimento.



Figura 2.11: Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (FAGUNDES, 2015).

### 2.3.2 Ultrassom

Transdutores ultrassônicos podem fornecer indiretamente medições não invasivas e não destrutivas de perfis de concentração de sólidos (HOWE e ROBINS, 1990; WILLIAMS, XIE, et al., 1990; McCLEMENTS, 1991). Neste caso, o uso das técnicas ultrassônicas é baseado nas medições de variações na velocidade de propagação de ondas sonoras, bem como por meio de seu grau de atenuação ao atravessarem um meio físico qualquer. Tais grandezas são, então, relacionadas com a concentração de sólidos presentes em um fluido através de equações teóricas ou empíricas (McCLEMENTS, 1991).

Em geral, ao atravessar uma suspensão a uma dada frequência, a velocidade do ultrassom exibe uma dependência complexa com a concentração, a distribuição do tamanho de partículas e com propriedades físicas das fases dispersa e contínua. Todavia, nos casos em que o tamanho dos sólidos é menor do que o comprimento de onda do ultrassom, a distribuição do tamanho das partículas e seu estado de agregação apresentam um efeito desprezível na velocidade, sendo a concentração o fator predominante. Frequentemente, uma simples equação de mistura descreve a relação entre a velocidade do ultrassom e a fração volumétrica de sólidos:

$$(v_{susp}^u)^2 = \frac{(v_l^u)^2}{\left(1 - \varepsilon_s \left(\frac{1 - \rho_s}{\rho_l}\right)\right) \left(1 - \varepsilon_s \left(1 - \left(\frac{v_l^u}{v_s^u}\right)^2 \frac{\rho_l}{\rho_s}\right)\right)}, \quad (2.51)$$

em que,  $v_{susp}^u$  é a velocidade de propagação da onda sonora através de uma suspensão com concentração de sólidos  $\varepsilon_s$ , enquanto  $\rho$  e  $v^u$  referem-se à densidade e à velocidade do ultrassom, respectivamente. Os subscritos  $s$  e  $l$  são remetidos, nessa ordem, às fases sólida e líquida (HOWE e ROBINS, 1990).

Ao atravessar um material, uma onda ultrassônica também sofre atenuação, isto é, sua amplitude diminui com a distância percorrida. Absorção e espalhamento são os principais responsáveis pelo fenômeno (McCLEMENTS, 1991). Neste caso, o princípio de funcionamento dos instrumentos ultrassônicos baseia-se no fato de que, quando um pulso

sonoro muito curto e de alta frequência é emitido, as partículas da suspensão espalham parte da energia de volta para o transdutor. A magnitude do sinal espalhado que retorna é, portanto, relacionada com a concentração e o tamanho das partículas presentes (THORNE et al., 1991).

Howe e Robins (1990) investigaram a sedimentação gravitacional de uma suspensão 8% v/v de partículas de poliestireno em água durante 220 dias. A velocidade do ultrassom foi medida em diversas alturas ao longo do recipiente de testes e, os dados, convertidos em perfis de concentração.

Stolojanu e Prakash (2001) mensuraram a concentração e a variação na distribuição do tamanho das partículas em suspensões sólido-líquido concentradas por meio de sensores ultrassônicos. As medidas foram baseadas em mudanças na velocidade, atenuação e frequência média do pulso acústico imposto ao sistema. Foram utilizadas suspensões com um teor de sólidos de até 45% v/v e partículas com diâmetros de 35, 70 e 180  $\mu\text{m}$ . Para os três tipos de suspensões estudadas, obtiveram-se curvas de calibração correlacionando a fração volumétrica de sólidos ( $\varepsilon_s$ ) e a velocidade de propagação do pulso acústico/onda sonora ( $v_{susp}^u$ ):

$$\frac{1}{(v_{susp}^u)^2} = \frac{1}{(v_l^u)^2} + \beta_1 \varepsilon_s + \beta_2 \varepsilon_s^2, \quad (2.52)$$

em que  $\beta_1$  e  $\beta_2$  são parâmetros determinados experimentalmente em função do tamanho da partícula.

Hunter et al. (2012) utilizaram transdutores-receptores de 2, 4 e 5 MHz para emitirem pulsos ultrassônicos de alta frequência e detectarem o eco dos sinais espalhados. Os autores observaram que, para suspensões de esferas de vidro (2-10% m/m) flocculadas por um polímero aniônico, a intensidade dos sinais espalhados diminuiu de forma aproximadamente linear com o aumento da concentração das partículas. Por sua vez, o gradiente de atenuação dos pulsos ultrassônicos também exibiu um comportamento aproximadamente linear com a concentração, o que possibilitou definir uma relação direta entre essas duas variáveis, bem como obter perfis de concentração ao longo do tempo.

Embora possuam considerável aplicação nos processos de sedimentação em batelada, as técnicas ultrassônicas encontram dificuldades no monitoramento da concentração de sólidos à medida em que a fração volumétrica do material particulado se aproxima da unidade devido à ausência de fluido para propagação das ondas sonoras (WILLIAMS, XIE, et al., 1990).

### 2.3.3 Condutividade elétrica

A condutividade elétrica tem sido considerada como técnica de monitoramento em alguns estudos da dinâmica de separação de sólidos em processos de sedimentação gravitacional. Os eletrodos de medição necessitam permanecer em contato com a suspensão de interesse durante os ensaios experimentais. Desse modo, a condutividade é classificada como um método invasivo, porém não destrutivo. Apesar de invasiva, a estrutura simples do eletrodo e o baixo custo do equipamento, comparado com a atenuação de raios- $\gamma$  e o ultrassom, tornam a condutividade uma técnica atrativa para esse fim (WILLIAMS, XIE, et al., 1990).

Outra importante característica da técnica é a sua dependência com a temperatura. De acordo com Holdich e Sinclair (1992), faz-se necessário o controle adequado dessa propriedade física durante os ensaios de sedimentação. O motivo é o efeito da temperatura sobre a condutividade dos fluidos e sobre a solubilidade de determinados sólidos na fase contínua. Assim, flutuações na temperatura podem ocasionar variações indesejáveis na condutividade de uma mistura sólido-líquido.

Por definição, a condutividade elétrica expressa a habilidade de um material em conduzir corrente elétrica (PINCELLI, 2004) e é matematicamente representada pela Equação (2.53) (HOLDICH e SINCLAIR, 1992; URIBE-SALAS, VERMET e FINCH, 1993):

$$Cond = \frac{d}{R'A^*}, \quad (2.53)$$

em que,  $Cond$  e  $R'$  são, respectivamente, a condutividade e a resistividade medida entre dois eletrodos,  $A^*$  refere-se à área do eletrodo de medição e  $d$  à distância entre eles.

A determinação precisa da concentração de sólidos exige uma equação de calibração confiável correlacionando concentração e condutividade. Claramente, a condutividade de uma suspensão pode variar entre a da mistura de sólidos e fluido ( $k_m$ ) e a da fase contínua ( $k_c$ ), isto é, a do fluido isento de sólidos (NASR-EL-DIN, SHOOK e COLWELL, 1987; HOLDICH e SINCLAIR, 1992). Na literatura são encontradas diversas correlações para a concentração de sólidos como uma razão entre  $k_m$  e  $k_c$ . Algumas delas são originalmente teóricas, desenvolvidas ao tratar as partículas como esferas interferindo no fluxo do campo elétrico (HOLDICH e SINCLAIR, 1992).

Maxwell (1873) foi o primeiro a investigar o fenômeno, derivando uma correlação, dada pela (2.54), válida para suspensões diluídas formadas por partículas esféricas de tamanho uniforme:

$$k = \frac{1 + 2\beta\varepsilon_s}{1 - \beta\varepsilon_s}, \quad (2.54)$$

em que

$$\beta = \frac{k_d - k_c}{k_d + 2k_c}, \quad (2.55)$$

e

$$k = \frac{k_m}{k_c}, \quad (2.56)$$

sendo,  $k_d$ , a condutividade da fase dispersa.

Para suspensões formadas de partículas sólidas não condutoras, a Equação (2.54) torna-se:

$$k = \frac{1 - \varepsilon_s}{1 + 0,5\varepsilon_s}. \quad (2.57)$$

Outras equações de respaldo teórico foram estabelecidas para quantificar o efeito da presença de sólidos no fluxo de campo elétrico, tais como a de Bruggeman (1935, apud NASR-EL-DIN et al., 1987):

$$(k_m - k_d) \left( \frac{k_m}{k_c} \right)^{-\frac{1}{3}} = (1 - \varepsilon_s)(k_c - k_d). \quad (2.58)$$

A equação proposta por Bruggeman (1935, apud NASR-EL-DIN et al., 1987) é uma extensão do trabalho de Maxwell para o caso de misturas constituídas de esferas de tamanhos

variados e com qualquer concentração. Quando a fase dispersa é não condutora, a Equação (2.58) se reduz a:

$$k_m = k_c(1 - \varepsilon_s)^{\frac{3}{2}}. \quad (2.59)$$

Nasr-El-Din et al. (1987) desenvolveram uma técnica simples e precisa para a determinação da concentração local de sólidos em suspensões. O instrumento de medição consistiu em eletrodos de geometria fixa, através dos quais aplicou-se um potencial elétrico, cujo valor depende da resistividade do meio. Portanto, a técnica fundamenta-se na variação da resistividade e, por conseguinte, da condutividade, de misturas sólido-líquido à medida em que a concentração de sólidos varia. Nos testes de sedimentação, os autores fizeram uso de partículas de poliestireno (não condutoras) de 0,3 mm de diâmetro, dispersas em água e em uma solução de glicol. Os resultados de calibração indicaram ajuste satisfatório com a relação de Maxwell (Equação (2.54)). Além disso, o dispositivo condutimétrico foi testado em comparação com as técnicas de amostragem e absorção de raios- $\gamma$ , fornecendo resultados semelhantes.

Holdich e Sinclair (1992) empregaram a condutividade elétrica como um indicativo da concentração local de sólidos na sedimentação de quatro diferentes tipos de minerais dispersos em água. São eles: a balotina, a calcita, a dolomita e o talco. A técnica se mostrou eficaz na determinação da concentração de sólidos, fornecendo resultados confiáveis para valores de até 56% v/v durante a sedimentação. O aparato experimental envolveu o uso de pares de eletrodos posicionados diametralmente opostos em uma coluna de sedimentação, de uma ponte de *wheatstone* e de um computador para a aquisição dos dados. Tal ponte sofreu a aplicação de uma corrente alternada de 2000 Hz a um potencial de 9V.

Uribe-Salas et al. (1993) desenvolveram uma célula condutimétrica composta de dois eletrodos gradeados, posicionados um acima do outro e ocupando toda a área da seção transversal da coluna de sedimentação. Assumindo que as condutividades da fase líquida e da suspensão inicial permanecem constantes ao longo de todo o processo de sedimentação, Uribe-Salas et al. (1993) determinaram a posição da interface superior, a sua velocidade de deslocamento, bem como a deposição de sólidos na base do recipiente de testes. Esta última informação foi obtida com o auxílio da equação de Maxwell relacionando concentração de sólidos e condutividade elétrica (Equação (2.54)).

#### **2.3.4 Amostragem**

A amostragem é uma das técnicas mais antigas e simples utilizadas na investigação do comportamento de suspensões opticamente opacas. Esse método de monitoramento faz uso de pipetas como dispositivos (embora existam outros meios) para coletar amostras da coluna de sedimentação em alturas pré-estabelecidas e ao longo do tempo. Como resultado, a amostragem consiste em uma técnica invasiva e destrutiva, ainda que algumas metodologias de coleta perturbem menos o processo (WILLIAMS, XIE, et al., 1990).

Apesar das limitações destacadas no parágrafo anterior, o método de monitoramento por amostragem permite obter informações de alta precisão a respeito do perfil concentração de sólidos, bem como da distribuição de tamanho de partículas, sendo, portanto, uma técnica com boa aplicabilidade, de operação simples e de baixo custo (WILLIAMS, XIE, et al., 1990).

#### **2.3.5 Comparação entre as técnicas de monitoramento**

Este tópico é destinado a uma breve comparação entre as técnicas de monitoramento da concentração de sólidos em processos de sedimentação em batelada. A Figura 2.12 traz, além

das características discutidas anteriormente, informações referentes a complexidade e risco de operação, ao custo, ao tipo de dinâmica de sedimentação, entre outras.

 Indica que a técnica apresenta as características que aparecem à esquerda  
 Indica que a técnica apresenta as características que aparecem à direita  
 Ambas características

		Raios- $\gamma$	Ultrasom	Radiação Externa	Propriedades Elétricas	Métodos Diretos
Geometria	Invasivo					Não-invasivo
	Destrutivo					Não-destrutivo
Informação Experimental	$\varepsilon_s(z, t)$ Baixa precisão					Alta precisão
	$d_p(z, t)$ Impossível de ser obtida					Possível de ser obtida
Versatilidade	Operação Complexa					Operação Simples
	Dinâmica de sedimentação lenta					Dinâmica de sedimentação rápida
	Risco de segurança					Sem risco
Aplicação	Raramente usada					Amplamente usada
	Pesquisa					Uso Comercial
	Custo elevado					Baixo Custo

Figura 2.12: Resumo das características das técnicas de monitoramento (WILLIAMS, XIE, et al., 1990).

A fim de facilitar a compreensão da Figura 2.12 é importante esclarecer a simbologia adotada. O símbolo  sinaliza que a técnica sob análise apresenta a característica imediatamente à esquerda (invasivo, destrutivo, baixa precisão, pesquisa, etc.). De modo análogo, quando uma técnica de monitoramento é marcada com o símbolo , a característica que a representa encontra-se à direita (não-invasivo, não destrutivo, alta precisão, uso comercial, etc.). Já quando as características da esquerda e da direita se aplicam à técnica em consideração, esta é marcada com um círculo totalmente preenchido (). Para efeitos de exemplificação, pode-se afirmar que o raio- $\gamma$  é uma técnica não invasiva e não destrutiva, que pode fornecer dados de concentração ao longo do tempo e do espaço ( $\varepsilon_s(z, t)$ ) com uma alta precisão, porém a elevados custos.

Conforme destacado pela Figura 2.12, são diversas as vantagens obtidas ao se utilizar a condutividade elétrica como técnica de monitoramento da concentração de sólidos. Apesar de ser uma técnica invasiva, a condutividade possibilita a realização de ensaios não destrutivos e a obtenção de perfis de concentração de sólidos com uma alta precisão, independente da dinâmica de sedimentação ser rápida ou lenta. No viés econômico, a condutividade pode ser uma técnica de alto ou baixo custo, a depender dos equipamentos e do número de eletrodos utilizados, porém uma técnica quase sempre financeiramente mais viável do que as técnicas de radiação externa, como o raio- $\gamma$ . Tão ou mais importante do que o baixo custo de operação é a ausência de riscos relacionados ao emprego da condutividade elétrica, diferentemente do que acontece no caso das técnicas que fazem uso de radioisótopos.

## 2.4 Comentários Parciais

No processo de decantação de partículas em meio líquido, tal como a sedimentação em batelada sob campo gravitacional, a separação das fases está fortemente relacionada à diferença

de densidade entre elas, a qual constitui a forma motriz do processo. No entanto, são inúmeros os mecanismos e as variáveis que governam a sedimentação, dificultando a sua descrição física e a sua representação matemática. Dessa forma, a sedimentação em batelada é um fenômeno de separação bem mais complexo do que aparenta ser à primeira vista, o que justifica o grande número de estudos referentes ao tema.

Diante do exposto ao longo do Capítulo II, há alguns pontos a serem destacados como resultado da revisão bibliográfica realizada neste trabalho:

- i. Nota-se a ausência de modelos de sedimentação de sólidos para fluidos de perfuração na literatura aberta. Os estudos de modelagem estão focados, principalmente, em suspensões floculadas, como as de lodo ativado e outros tipos de partículas em meio newtoniano;
- ii. Os trabalhos de modelagem envolvendo a sedimentação de sólidos em fluidos não-newtonianos estão focados em estudos envolvendo partículas isoladas;
- iii. No que se refere aos modelos de sedimentação para suspensões concentradas, não há uma metodologia rigorosa para a estimação dos parâmetros e validação de equações constitutivas para a permeabilidade e pressão nos sólidos. Tipicamente, são validados pontos experimentais de decaimento da interface superior. Esses pontos são bastante questionáveis, visto que: (a) quando passíveis de monitoramento visual, não são dados confiáveis no caso da sedimentação em fluidos de perfuração ou em suspensões opacas de um modo geral; (b) as equações constitutivas geralmente apresentam dependência funcional com a concentração de sólidos.
- iv. De acordo com os trabalhos consultados, não há validação dos perfis dinâmicos e axiais de concentração de sólidos em colunas de sedimentação em batelada com modelos matemáticos ou uso destes dados em procedimentos rigorosos de estimação e análise estatística de parâmetros, tendo em vista a validação de equações constitutivas para permeabilidade e pressão de sólidos.

Portanto, diante das lacunas destacadas acima, o presente trabalho pretende investigar o fenômeno da sedimentação em batelada através de perfis dinâmicos de concentração de sólidos obtidos por intermédio da técnica de condutividade elétrica. Desse modo, elimina-se a necessidade de acompanhamento visual da interface superior, tornando mais adequada a descrição física da sedimentação. A partir dos resultados experimentais de concentração ao longo do tempo e da posição, busca-se determinar altura do sedimento formado, informação crucial para a estratégia de mitigação do APB baseada na drenagem do fluido de perfuração para a formação rochosa.

No âmbito da modelagem, as principais contribuições do modelo proposto estão na incorporação do comportamento não newtoniano da suspensão através de um modelo reológico apropriado, e na adoção de novas equações constitutivas para a permeabilidade e pressão nos sólidos. Assim, no caso de fluidos não newtonianos, a representação da sedimentação é feita sob a perspectiva de suspensões concentradas e não mais fundamentada na dinâmica de decantação de uma partícula isolada.

Por fim, emprega-se um rigoroso procedimento de estimação de parâmetros a fim de se adequadamente caracterizar a permeabilidade da matriz porosa (sedimento formado) e a interação entre as partículas, levada em consideração no modelo desenvolvido, através da equação proposta para a pressão nos sólidos.

## CAPÍTULO III

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

**Resumo:** Conhecer as distribuições de concentração de sólidos ao longo do tempo e da posição é essencial para a compreensão de como as partículas sedimentam em uma mistura sólido-líquido. Dessa forma, este capítulo é destinado à descrição dos equipamentos e materiais que tornaram possível o monitoramento dinâmico da fração volumétrica de sólidos, bem como da metodologia empregada nos ensaios experimentais. Na seção final é apresentada, também, a descrição das propriedades físicas e reológicas do fluido de perfuração utilizado na avaliação do modelo fenomenológico proposto neste trabalho para prever a sedimentação de sólidos presentes em uma suspensão.

#### 3.1 Ensaios de Sedimentação em Batelada para as Suspensões Aquosas de Barita

Os testes de sedimentação em batelada deste trabalho foram realizados utilizando-se suspensões aquosas de diferentes concentrações volumétricas de sólido. A barita 810/100, adquirida junto a mineradora BrasilMinas, foi empregada como material particulado das referidas suspensões. O propósito de utilização da barita está na sua função de sólido adensante em fluidos de perfuração, contribuindo para o equilíbrio de pressões em um poço de petróleo e gás (NGUYEN, MISKA, et al., 2009). O controle da densidade do fluido torna-se importante devido à pressão hidrostática requerida na coluna de lama de perfuração para evitar a ocorrência de *blowouts* devido ao influxo de gás, óleo ou água da formação rochosa para o poço (LUZ e LINS, 2005).

As características que tornam a barita um sólido altamente indicado para tal função são a sua elevada densidade, pouca abrasividade, inércia química e não suscetibilidade magnética (LUZ e LINS, 2005). Atualmente, existem substitutos para a barita como o carbonato de cálcio, a hematita, o MICROMAX (tetróxido de manganês), entre outros. Contudo, a barita é o sólido mais comumente utilizado para adensar fluidos de perfuração por possuir alta densidade e estar amplamente disponível, por ser viável economicamente e não causar danos ao ambiente (NGUYEN, 2009).

A caracterização da barita foi realizada a partir das medições da densidade e da distribuição do tamanho de partícula. O monitoramento dinâmico da concentração de sólidos ao longo da posição axial na coluna foi efetuado através de medidas de condutividade elétrica nos experimentos de sedimentação envolvendo as suspensões investigadas. A unidade experimental construída para a condução dos experimentos, bem como a metodologia empregada na calibração das medidas de condutividade elétrica são apresentadas nas seções 3.1.4 e 3.1.6. A distribuição do tamanho de partículas ao longo da coluna de sedimentação foi levantada a partir de amostragem em posições pré-estabelecidas no tempo final de sedimentação.

### 3.1.1 Determinação da densidade dos sólidos

A densidade da barita foi determinada por intermédio de um picnômetro a gás hélio, modelo AccuPyc 1330 (Micromeritics) (Figura 3.1), com o apoio técnico do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Petrobras (Cenpes). Foram realizadas cinco medidas distintas de uma mesma amostra obtendo como resultado uma densidade de  $(3,80 \pm 0,0006) \text{ g/cm}^3$ .

O princípio de operação do instrumento baseia-se na lei dos gases ideais e na técnica de deslocamento do gás para medir precisamente o volume e calcular a densidade absoluta da amostra. Hélio é normalmente utilizado como gás de deslocamento por ser inerte e facilmente penetrar os poros do material de interesse (MICROMERITICS, 2018).



**Figura 3.1:** Picnômetro a gás hélio AccuPyc 1330.

Para a determinação da densidade, uma massa conhecida dos sólidos é selada na câmara porta amostra e o gás hélio é, então, admitido no sistema, pressurizando a referida câmara até uma pressão de equilíbrio. Em seguida, o gás é descarregado para uma câmara de expansão. As pressões observadas ao se preencher a câmara porta amostra com gás inerte e expandi-lo na câmara de expansão permite determinar o volume, e conseqüentemente, a densidade da amostra. É importante salientar que, são conhecidos os volumes de ambas as câmaras, previamente determinados por calibração.

### 3.1.2 Determinação da distribuição dos tamanhos de partículas

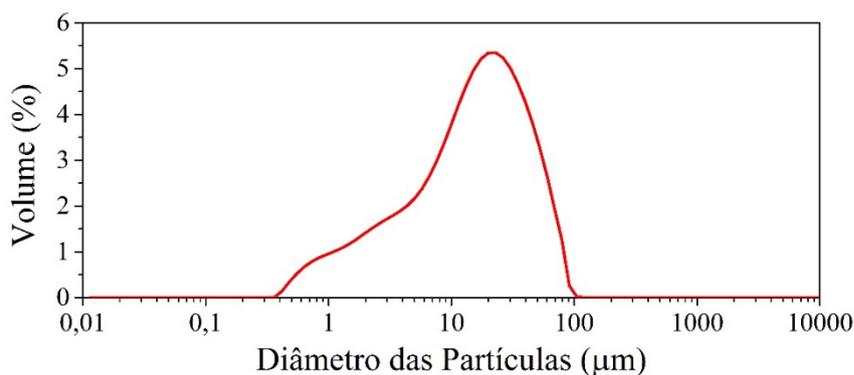
A distribuição de tamanhos de partículas do material sólido presente nas suspensões foi obtido pela técnica de difração a laser através do analisador de partículas Malvern Mastersizer 2000 (Figura 3.2).



**Figura 3.2:** Analisador de tamanho de partículas Malvern Mastersizer 2000.

O princípio de funcionamento da técnica baseia-se na variação angular da luz espalhada quando um feixe de raios laser atravessa a amostra de partículas dispersas. Portanto, ao deparar-se com a partícula, o feixe de luz incidente sofre espalhamento e os ângulos dos raios difratados são medidos por detectores. O nível de espalhamento ocorre de maneira proporcional ao tamanho das partículas: enquanto as maiores espalham a luz sob pequenos ângulos, as menores desviam os raios em ângulos de maior amplitude.

Para efetuar uma análise via técnica de difração a laser prosseguiu-se, primeiramente, com a limpeza do equipamento, circulando água filtrada durante 30 minutos e lavando, em seguida, a célula do equipamento com água deionizada. Após o procedimento de limpeza, adicionou-se em um béquer contendo 800 ml de dispersante (água deionizada), uma quantidade da amostra de partículas até que o nível de obscuração requerido pelo equipamento fosse atingido. Vale destacar que, a adição da amostra foi feita sob agitação e com incidência de ondas ultrassônicas a fim de separar as partículas eventualmente aglomeradas. A partir desse ponto, o material de interesse foi analisado no equipamento, sendo obtidas a curva granulométrica e o diâmetro médio das partículas. Para a barita utilizada nos testes de sedimentação, os resultados estão disponíveis na Figura 3.3 e na Tabela 3.1.



**Figura 3.3:** Distribuição granulométrica da barita utilizada nos experimentos.

**Tabela 3.1:** Diâmetros das partículas da barita utilizada nos ensaios de sedimentação.

Sólido	Diâmetro Médio ( $\mu m$ )			
	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	d[3,2]
Barita	1,88	14,44	44,61	4,99

Neste ponto, torna-se oportuno mencionar que d(0,1), d(0,5) e d(0,9) designam, respectivamente, os diâmetros das partículas em 10%, 50% e 90% na distribuição cumulativa; d[3,2] indica o diâmetro médio de Sauter.

### 3.1.3 Preparo da suspensão

Para cada ensaio de sedimentação em batelada foram preparados 4500 ml de suspensão aquosa nas concentrações de 10%, 15% e 20% v/v de sólidos. A escolha dos valores de concentração inicial foi baseada no teor volumétrico de sólidos para o Br-Mul, um fluido de perfuração típico em operações da Petrobras. As propriedades do Br-Mul foram caracterizadas por Fagundes (2015) e estão descritas na Seção 3.2.

O preparo das suspensões envolveu a aferição da massa de barita em balança (LBP-15, Balmak), correspondente à concentração volumétrica desejada, seguida da sua adição gradual ao volume correspondente de água. A agitação da suspensão, durante um tempo previamente definido e a uma determinada velocidade, representaria a etapa subsequente à adição do constituinte sólido. Não obstante, embora a barita seja composta majoritariamente por sulfato de bário ( $BaSO_4$ ), sal praticamente insolúvel em água, existem outros componentes, que por sua solubilidade parcial ou total, afetam as medidas de condutividade elétrica.

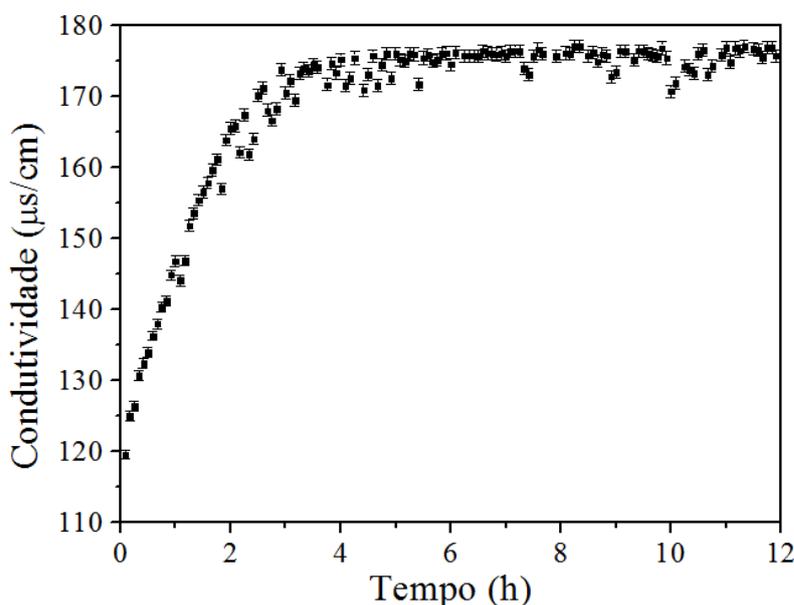
De fato, o setor industrial requer certas especificações de barita de acordo com a finalidade de uso do mineral. Para a indústria petrolífera, conforme normas API (*American Petroleum Institute*) Standard 13A, as especificações são (LUZ e LINS, 2005):

- $BaSO_4$ : teor mínimo de 92%;
- Metais alcalinos terrosos solúveis em água: máximo de 250 mg/kg;
- Resíduos acima de 75  $\mu m$ : máximo de 3%;
- Partículas menores do que 6  $\mu m$ : máximo de 30%.

Já, para a indústria química, a barita deve possuir as seguintes especificações (LUZ e LINS, 2005):

- $BaSO_4$ : teor maior do que 94%;
- Sais solúveis: menor do que 0,2%
- $FeO$ : menor do que 0,05%;
- Outros componentes: menor do que 2%;

Os parâmetros de composição exigidos pelo setor industrial indicam que a barita é uma mistura de sólidos, alguns deles solúveis em meio aquoso. Um dos objetivos concernentes à parte experimental é monitorar a concentração de sólidos por intermédio de leituras de condutividade elétrica. Portanto, é imprescindível que tais leituras estejam única e exclusivamente associadas à dinâmica de sedimentação das partículas. Para garantir que isso acontecesse, a suspensão foi agitada até a estabilização de sua condutividade, como mostrado na Figura 3.4.



**Figura 3.4:** Curva de estabilização da condutividade de uma suspensão 20% v/v.

Ressalta-se que, a curva de estabilização da condutividade apresentada na Figura 3.4 foi obtida para uma suspensão com um teor inicial de sólidos de 20% v/v. O emprego dessa suspensão justifica-se na medida em que, quanto maior a concentração de sólidos, maior a quantidade de compostos solúveis interferindo na condutividade do meio.

Assim, adotou-se como metodologia de preparo da suspensão a sua agitação por 7 horas, a uma velocidade de 1600 RPM, imposta pelo agitador mecânico modelo 722, fornecido pela Fisatom (Figura 3.5).

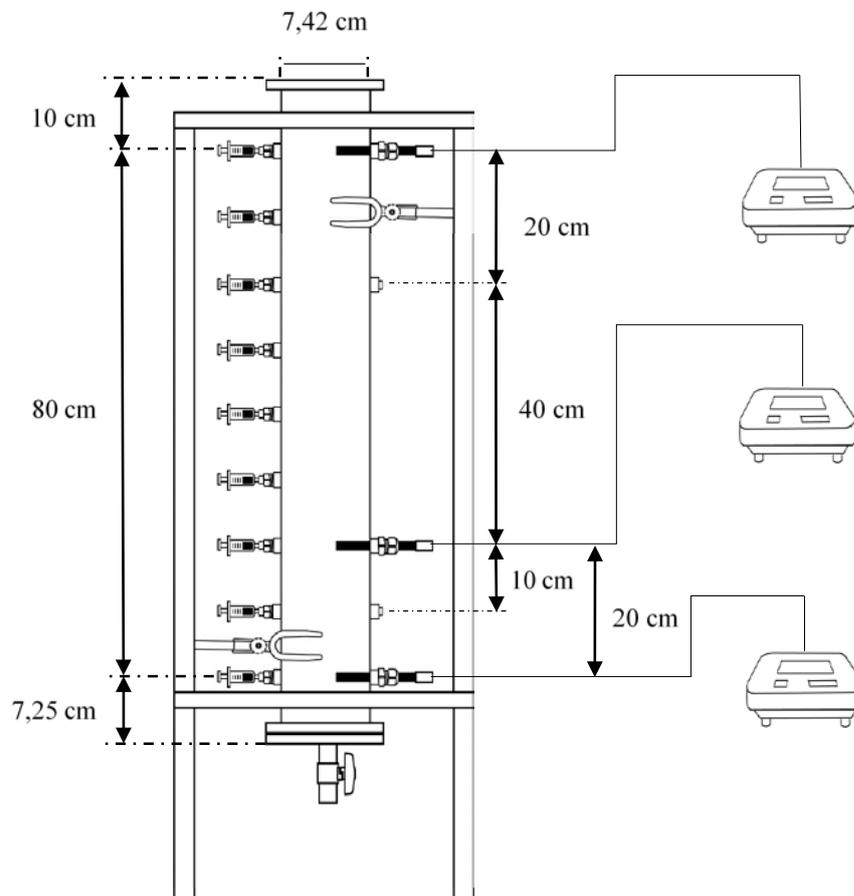
Em decorrência do longo tempo de agitação, os ensaios de sedimentação em batelada foram realizados sempre no dia seguinte ao preparo da suspensão. A unidade experimental, bem como o procedimento adotado na execução dos experimentos são descritos nas próximas seções.



**Figura 3.5:** Agitador mecânico modelo 722 da Fisatom.

### 3.1.4 Unidade experimental

O sistema experimental construído para a obtenção dos perfis de concentração dos sólidos consiste basicamente de uma unidade de aplicação conjunta das técnicas de condutividade elétrica e amostragem, conforme ilustrado na Figura 3.6.



**Figura 3.6:** Representação esquemática da unidade experimental de monitoramento de sólidos.

Um cilindro de acrílico com dimensões de 97,25 cm de altura e 7,42 cm de diâmetro interno, adquirido junto da empresa Incomplast, foi utilizado como recipiente de testes. A coluna de sedimentação (recipiente de testes) é provida de 14 saídas laterais, sendo 5 delas, posições para a inserção dos eletrodos de medição da condutividade. Nas 9 saídas restantes foram adaptadas seringas de 10 ml destinadas à coleta de amostras para os ensaios de gravimetria e tamanho de partícula. A adaptação das seringas foi realizada com o auxílio de peças conectoras, especificamente, de *plugs* de ar comprimido acoplados a luvas previamente soldadas nas saídas laterais da coluna. Por sua vez, a conexão dos eletrodos foi realizada através de prensa-cabos. Ambos dispositivos permitem a inserção e retirada das seringas e dos sensores de medição de acordo com a necessidade do usuário da unidade.

Os pontos de leitura da condutividade estão diametralmente posicionados com os respectivos pontos de coleta de amostras. As cotas de amostragem estão separadas entre si por uma distância de 10 cm, totalizando 80 cm da coluna. Os demais intervalos de separação entre as saídas laterais do recipiente de testes estão indicados Figura 3.6.

A coluna foi projetada de maneira a permitir testes de ampliação de escala e a sedimentação de partículas em fluidos relativamente voláteis. Para isso, a parte superior da coluna é flangeada, possibilitando a conexão de uma segunda coluna ou de uma tampa de vedação. Já na parte inferior, existe uma válvula esfera instalada com o propósito de facilitar o esvaziamento e limpeza do recipiente de testes.

Os três condutivímetros utilizados nos experimentos são do modelo SevenCompact fornecidos pela Mettler Toledo. Os eletrodos foram obtidos da mesma empresa e fazem parte da série InLab 73X. São constituídos por quatro polos e feitos de carbono, aptos para medições no intervalo de 0,01 a 1000 mS/cm e temperaturas entre 0 e 100 °C. Ambos são mostrados na Figura 3.7.



**Figura 3.7:** Condutivímetro SevenCompact e eletrodo da série InLab 73X utilizados nos ensaios de sedimentação.

### **3.1.5 Monitoramento da concentração volumétrica de sólidos**

A fim de realizar os testes de monitoramento da concentração local de sólidos recorreu-se à técnica de condutividade elétrica, cujos princípios de funcionamento e características encontram-se descritos no capítulo II. O primeiro passo no procedimento experimental consistiu em suspender novamente as partículas, as quais sedimentaram durante o período ocioso entre o término do preparo da suspensão e a realização do experimento. As partículas foram ressuspensas e o fluido homogeneizado impondo uma velocidade de 1600 RPM durante 30 minutos por meio do agitador mecânico da Fisatom (Figura 3.5). Logo depois, a suspensão foi rapidamente vertida no recipiente de testes até uma altura inicial de 94 cm, momento em que se deu a partida no sistema de medição e registrou-se a condutividade no

tempo zero, isto é, o valor associado à concentração inicial da suspensão. A leitura da condutividade foi efetuada automaticamente em intervalos de 5 minutos, perfazendo um tempo total de experimento de 300 minutos. No tempo final, amostras foram coletadas em diferentes alturas da coluna de sedimentação com o auxílio de seringas, conforme ilustrado Figura 3.6, sempre do topo para a base da coluna. Parte da amostra em cada seringa foi adicionada em cadinhos para a análise gravimétrica.

A gravimetria é um método analítico quantitativo, empregado neste trabalho como técnica de referência para a medição da concentração volumétrica de sólidos no procedimento de calibração das medidas de condutividade elétrica. A metodologia para a realização dos ensaios gravimétricos consistiu basicamente na:

- a) Aferição da massa do cadinho,  $m_1$ ;
- b) Aferição da massa do conjunto cadinho mais amostra,  $m_2$ , e
- c) Secagem da amostra em estufa a 100 °C, aferindo a massa do conjunto até que a mesma permanecesse constante,  $m_3$ .

De posse das massas aferidas e das densidades do sólido ( $\rho_s$ ) e do líquido ( $\rho_l$ ) foi possível determinar a concentração volumétrica dos sólidos,  $\varepsilon_s$ , a partir da seguinte equação:

$$\varepsilon_s = \frac{V_s}{V_s + V_l}, \quad (3.1)$$

em que

$$V_s = \frac{m_3 - m_1}{\rho_s}, \quad (3.2)$$

e

$$V_l = \frac{m_2 - m_3}{\rho_l}. \quad (3.3)$$

Nas equações acima,  $V_s$  e  $V_l$  são os volumes do sólido e do líquido, respectivamente.

Ademais, nos pontos de amostragem em que constatou-se a presença de sólidos, a parte remanescente da amostra contida nas seringas foi destinada ao analisador de partículas Mastersizer 2000 (Figura 3.2), com o intuito de obter as curvas de distribuição do tamanho de partícula ao longo da coluna de sedimentação. O procedimento para as análises foi o mesmo descrito na Seção 3.1.2.

Uma vez que havia apenas três condutivímetros disponíveis, os eletrodos foram permutados entre os cinco pontos de medição de condutividade, a fim de investigar o comportamento de sedimentação das partículas tanto nas regiões próximas à base da coluna, quanto nas próximas ao topo da suspensão. Portanto, para uma mesma concentração inicial foram realizados dois experimentos: o primeiro com os eletrodos localizados nas posições de 7,25 cm, 17,25 cm e 27,25 cm e o segundo com os eletrodos inseridos nos pontos referentes às alturas de 67,25 cm e 87,25 cm (rever Figura 3.6).

Com tal procedimento e com o auxílio da curva de calibração construída para as suspensões estudadas (seção a seguir) foi possível mapear o perfil de concentração de sólidos com o tempo para cada posição do recipiente de testes,  $\varepsilon_s = \varepsilon_s(t, z)$ . É importante destacar que foram realizadas três réplicas no ponto central, isto é, em  $\varepsilon_{s0} = 15\% v/v$ , a fim de se avaliar os erros inerentes à condução dos experimentos.

### 3.1.6 Levantamento da curva de calibração para as suspensões estudadas

A curva de calibração é a principal ferramenta utilizada na determinação indireta da concentração local de sólidos por meio de técnicas de monitoramento como a condutividade. A sua construção exigiu associar, para cada ponto de medição e no tempo final de cada ensaio, o valor de concentração volumétrica obtido por gravimetria com a respectiva razão de condutividade,  $k = \frac{K_{susp}}{k_{clarif}}$ , sendo  $k_{susp}$  e  $k_{clarif}$ , as condutividades da suspensão e do clarificado, respectivamente. Uma vez que a barita é um sólido não condutor, é consistente afirmar que um aumento de concentração acarretaria no decréscimo da condutividade elétrica do meio. No entanto, conforme discutido na Seção 3.1.3, a barita é composta por uma mistura de sólidos, de modo que alguns deles apresentam solubilidade em água. Portanto, quanto maior a concentração inicial da suspensão, maior o teor de sólidos solúveis.

A solubilização desses compostos faz com que os eletrodos mensurem valores absolutos de condutividade crescentes na zona de clarificado (ausência de partículas), quando a concentração inicial de sólidos da suspensão é aumentada. Com o intuito de evitar tal dificuldade nas medições do clarificado, a concentração volumétrica de sólidos foi relacionada com a razão de condutividade,  $k$ , e não com a condutividade absoluta da mistura sólido-líquido,  $K_{susp}$ . Dessa forma, a razão de condutividade do clarificado é sempre o valor unitário (independente do teor inicial de sólidos na suspensão), enquanto o acúmulo de partículas reduz as leituras de condutividade. Outros pontos utilizados no levantamento da curva de calibração foram as concentrações iniciais da suspensão e as correspondentes aferições de  $k$  no tempo  $t = 0$  s.

O modelo utilizado para ajustar os resultados experimentais da calibração foi o modelo de Maxwell (1881) dado pela Equação (2.54).

## 3.2 Ensaios de Sedimentação em Batelada para o Fluido Br-Mul

A dinâmica de separação de sólidos adensantes no fluido de perfuração Br-Mul foi avaliada pela Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, por Fagundes (2015). Durante o processo de sedimentação, o monitoramento da concentração volumétrica de sólidos para diferentes posições do recipiente de testes e ao longo do tempo foi realizado pela técnica da atenuação de raios gama. A fonte de emissão de raios gama e o sistema de detecção foram postos sobre uma plataforma capaz de ser movida verticalmente da base do recipiente de testes ( $z = 0$ ) até o topo da suspensão ( $z = L_0 = 21$  cm). Os princípios de funcionamento da referida técnica estão descritos na Seção 2.3.1.

O Br-Mul é um fluido de perfuração sintético composto por uma mistura de sólidos, sendo a barita o componente majoritário. De acordo com o procedimento de caracterização de propriedades físicas conduzido por Fagundes (2015), a densidade média dos sólidos presentes no Br-Mul foi de  $2,71 \pm 0,0020$  g/cm<sup>3</sup>. Este resultado corrobora que os sólidos adensantes presentes no fluido de perfuração são, de fato, constituídos por diferentes partículas sólidas, uma vez que a densidade da barita pura é de aproximadamente 4,5 g/cm<sup>3</sup> (LUZ e LINS, 2005).

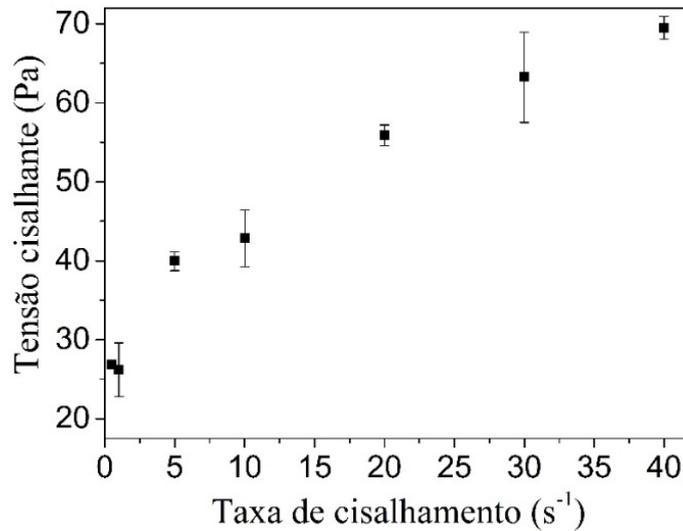
O material particulado foi suspenso em uma fase líquida formada por uma mistura de água e n-parafina, cuja razão óleo/água é de 1,36% m/m. A concentração inicial de sólidos no fluido de perfuração foi de 13,91% v/v.

Ainda segundo Fagundes (2015), a densidade do fluido de perfuração, isto é, a mistura sólidos-parafina-água, foi determinada em picnômetro de vidro, fornecendo o valor de 1,15 g/cm<sup>3</sup>. A partir das densidades da fase sólida,  $\rho_s$ , e do Br-Mul,  $\rho_{Br-Mul}$ , foi possível obter a densidade da fase líquida,  $\rho_l$ . Supondo válida a regra de mistura dada pela Equação (3.4), na qual  $\varepsilon_{s0}$  representa a fração volumétrica inicial de sólidos no fluido de perfuração, a densidade da fase líquida calculada foi de 0,89 g/cm<sup>3</sup>.

$$\rho_{Br-Mul} = \varepsilon_{s0}\rho_s + (1 - \varepsilon_{s0})\rho_l \quad (3.4)$$

A análise do tamanho de partículas foi efetuada por meio do equipamento Mastersizer Microplus MAF 5001, da Malvern Panalytical. Os diâmetros das partículas em 10% ( $D_{0,1}$ ), 50% ( $D_{0,5}$ ) e 90% ( $D_{0,9}$ ) na distribuição cuulativa foram  $3,008 \mu m$ ,  $40,803 \mu m$  e  $232,247 \mu m$  respectivamente. Neste ponto, é pertinente destacar que o diâmetro médio utilizado para caracterizar o tamanho do material particulado do Br-Mul em todas as equações do modelo proposto no capítulo quatro foi o  $D_{0,5} = 40,80 \mu m$ .

Os testes reológicos do fluido de perfuração foram conduzidos a  $25^\circ C$  em um sistema de sensores do tipo cone-placa (Low-viscosity Digital Viscometer LVDV2T, Brookfiled R/S Plus), equipado com um banho termostático, modelo Programmable Controller TC-6021, da Brookfiled, para controle de temperatura. Os dados experimentais de tensão cisalhante e taxa de cisalhamento apresentados na Figura 3.8 foram obtidos com o apoio técnico de pesquisadores do Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.



**Figura 3.8:** Curva de escoamento para o fluido Br-Mul.

## CAPÍTULO IV

### 4 MODELAGEM MATEMÁTICA E ESTIMAÇÃO DE PARÂMETROS

**Resumo:** Este capítulo é destinado a uma descrição minuciosa do modelo proposto para representar o fenômeno da sedimentação em batelada. Baseado, nos princípios da mecânica do contínuo, o modelo compreende um sistema de equações diferenciais parciais e um conjunto de equações constitutivas para caracterizar as propriedades materiais dos constituintes sólido e líquido de uma suspensão. Nas seções finais do capítulo são retratados com detalhes o método utilizado na resolução numérica do problema, bem como o procedimento de estimação de parâmetros.

#### 4.1 Modelo Fenomenológico Representativo do Processo de Sedimentação

A modelagem matemática desenvolvida para descrever a dinâmica de sedimentação dos sólidos presentes no fluido Br-Mul consiste de um sistema de equações diferenciais parciais (EDPs) representado pelas equações de conservação da massa e da quantidade de movimento linear, além de correlações empíricas e constitutivas para descrever a permeabilidade do meio e as forças de interação sólido-sólido e sólido-líquido.

No caso de escoamento unidimensional na direção  $z$ , as equações da continuidade (4.1) e do movimento (4.2) para a fase sólida, considerando a densidade dos sólidos constante, são dadas por:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + \frac{\partial (\varepsilon_s v_s)}{\partial z} = 0, \quad (4.1)$$

$$\rho_s \varepsilon_s \left( \frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) = \frac{\partial T_s}{\partial z} + m + \varepsilon_s (\rho_s - \rho_l) g. \quad (4.2)$$

Nas equações (4.1) e (4.2),  $t$ ,  $z$  e  $g$  referem-se, respectivamente, ao tempo, à posição axial na coluna de sedimentação e à aceleração da gravidade, enquanto que  $\varepsilon_s$ ,  $\rho_s$ ,  $v_s$  e  $T_s$ , designam a concentração (ou fração) volumétrica, densidade, velocidade e tensão nos sólidos. A densidade do líquido é designada por  $\rho_l$  e a força resistiva ou de interação sólido-líquido por  $m$ .

A hipótese básica de que o sistema sólido-fluido é um meio isotrópico (suas propriedades físicas não variam com a direção considerada) e estudos de restrições internas de natureza mecânica (constância das densidades das fases) conduziram d'Ávila e Sampaio (1977, apud DAMASCENO, 1992 e AROUCA, 2007) a representarem os tensores tensão da seguinte forma:

$$\mathbf{T}_s = -p_s \mathbf{I} + \mathbf{T}'_s, \quad (4.3)$$

em que  $p_s$ ,  $\mathbf{T}'_s$  e  $\mathbf{I}$  são, respectivamente, a pressão (parte arbitrária do tensor), a tensão extra (parte constitutiva do tensor) e a matriz identidade. Os autores enunciaram e demonstraram,

ainda, três teoremas de representação das tensões dos componentes de uma suspensão. O primeiro teorema constitui outra hipótese na formulação do modelo proposto para descrever os perfis de concentração do fluido Br-Mul. O enunciado deste teorema estabelece que:

*“Se a tensão extra no constituinte da mistura depende apenas da porosidade do meio, então o tensor tensão total possui apenas componentes normais à superfície de contato, que dependem apenas da porosidade, isto é,”*

$$\mathbf{T}_s(\varepsilon_s) = -P_s(\varepsilon_s)\mathbf{I} = -\begin{bmatrix} p_{x,s} & 0 & 0 \\ 0 & p_{y,s} & 0 \\ 0 & 0 & p_{z,s} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} T_{xx,s} & 0 & 0 \\ 0 & T_{yy,s} & 0 \\ 0 & 0 & T_{zz,s} \end{bmatrix}. \quad (4.4)$$

A partir do enunciado do teorema acima, nota-se que o tensor tensão total pode ser interpretado como pressão,  $P_s$ , a qual possui dependência exclusiva com a concentração volumétrica dos sólidos. Como a fração de sólidos é definida pela função  $\varepsilon_s = \varepsilon_s(t, z)$ , a regra da cadeia estabelece que a Equação (4.4) pode ser reescrita como (direção  $z$ ):

$$\frac{\partial T_s}{\partial z} = -\frac{\partial P_s}{\partial z} = -\frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z}. \quad (4.5)$$

A substituição da Equação (4.5) em (4.2) fornece:

$$\rho_s \varepsilon_s \left( \frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) = -\frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} + m + \varepsilon_s (\rho_s - \rho_l) g. \quad (4.6)$$

Damasceno (1992) e Bürger e Concha (1998) demonstraram que os termos de aceleração local e transporte convectivo de quantidade de movimento presentes nos balanços de força para os constituintes sólidos são desprezíveis e podem ser negligenciados para escoamento significativamente lento, como é o caso da sedimentação em batelada:

$$\frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \cong 0. \quad (4.7)$$

Portanto, a Equação (4.6) pode ser simplificada e rearranjada para obter:

$$m = -\left[ \varepsilon_s (\rho_s - \rho_l) g - \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} \right]. \quad (4.8)$$

#### 4.1.1 Equações constitutivas

A Equação (4.8) foi estabelecida sem algumas referências às propriedades materiais dos constituintes sólido e líquido da mistura. Por essa razão, o modelo matemático faz uso, ainda, de equações constitutivas para caracterizar a força resistiva, a pressão nos sólidos e a permeabilidade do meio.

##### 4.1.1.1 Força resistiva

O conhecimento da força de interação sólido-líquido é uma das condições necessárias para a completa especificação do sistema composto pelas equações da continuidade (4.1) e do

movimento para a fase sólida (4.8). Um grande número de pesquisadores utiliza a Equação (4.9) como forma de representação da força resistiva no escoamento lento de fluidos newtonianos em meios porosos (DAMASCENO, 1992; BÜRGER e CONCHA, 1998, FRANÇA, MASSARANI e BISCAIA Jr., 1999, AROUCA, 2007):

$$m = \frac{\mu}{K} q, \quad (4.9)$$

em que  $\mu$  é a viscosidade da fase líquida,  $K$  é a permeabilidade do meio poroso e  $q$  é a velocidade superficial da mistura.

Proposta por Darcy (1856), a forma de caracterização da força resistiva dada pela expressão (4.9) torna-se inadequada para descrever a dinâmica de sedimentação de sólidos em fluidos de perfuração, cujo comportamento reológico é não newtoniano. Assim, buscou-se na formulação de Telles e Massarani (1979) uma alternativa para definir a força resistiva obtida por análise dimensional, aqui escrita para o escoamento em uma direção:

$$m = \frac{1}{K} \frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*} \left[ 1 + c \frac{\rho_l \sqrt{K} \|q\|}{\frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*}} + c_1 \frac{\sigma_1(\lambda^*)}{\tau(\lambda^*)} + c_2 \frac{\sigma_2(\lambda^*)}{\tau(\lambda^*)} \right] q, \quad (4.10)$$

em que  $\rho_l$  é a densidade da fase contínua e  $c$ ,  $c_1$  e  $c_2$  são fatores geométricos a serem determinados.  $\tau(\lambda^*)$ ,  $\sigma_1(\lambda^*)$  e  $\sigma_2(\lambda^*)$  são três funções materiais dependentes da taxa de cisalhamento característica,  $\lambda^*$ . A primeira define as tensões cisalhantes, enquanto as duas últimas, as tensões normais (BIRD, STEWART e LIGHTFOOT, 2002):

$$\tau(\lambda^*) = \tau_{12} = \tau_{21} = \mu_{eff} \lambda^*, \quad (4.11)$$

$$\sigma_1(\lambda^*) = \tau_{11} - \tau_{22} = \psi_1(\lambda^*)^2, \quad (4.12)$$

$$\sigma_2(\lambda^*) = \tau_{22} - \tau_{33} = \psi_2(\lambda^*)^2. \quad (4.13)$$

Nas equações (4.11) à (4.13),  $\mu_{eff}$  indica a viscosidade aparente do fluido,  $\psi_1$  é o primeiro coeficiente de tensão normal e  $\psi_2$  é o segundo coeficiente de tensão normal.

Uma observação atenta da Equação (4.10) permite constatar a presença de efeitos inerciais, através do número de Reynolds:

$$Re = c \frac{\rho_l \sqrt{K} \|q\|}{\tau(\lambda^*)/\lambda^*}, \quad (4.14)$$

e de efeitos de tensões normais, por meio dos números de Deborah:

$$De_i = c_i \frac{\sigma_i(\lambda^*)}{\tau(\lambda^*)}, \quad i = 1, 2. \quad (4.15)$$

Particularmente, a Equação (4.10) permite a obtenção da equação de Darcy no caso escoamento lento de fluidos newtonianos em uma matriz porosa e da forma quadrática de Forchheimer (Equação (4.16)) no caso do escoamento de fluidos newtonianos em meios porosos quando  $Re \gg 1$ .

$$m = \frac{\mu}{K} \left[ 1 + c \frac{\rho_l \sqrt{K} \|q\|}{\tau(\lambda^*)/\lambda^*} \right] q. \quad (4.16)$$

Não obstante, para fins de simplificação do modelo, os números de Reynolds e Deborah foram omitidos da força de interação sólido-líquido proposta neste trabalho. Como os efeitos viscosos são elevados, a velocidade de sedimentação e a taxa de cisalhamento são suficientemente baixas. Neste caso, os limites das funções materiais quando  $\lambda^* \rightarrow 0$  (tendo em vista as equações (4.11) à (4.13)) estabelecem que (TELLES e MASSARANI, 1979):

$$\lim_{\lambda^* \rightarrow 0} \frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*} = \mu_{eff}, \quad (4.17)$$

$$\lim_{\lambda^* \rightarrow 0} \frac{\sigma_i(\lambda^*)}{\tau(\lambda^*)} = 0. \quad (4.18)$$

Portanto, os números de Deborah ( $De_i$ ) podem ser negligenciados na Equação (4.10). Como os fluidos de perfuração apresentam comportamento pseudoplástico, as viscosidades aparentes aumentam exponencialmente com a diminuição da taxa de cisalhamento. Logo, é razoável admitir que o escoamento seja suficientemente lento, de tal modo que ( $Re \ll 1$ ). Com base nessas hipóteses, a representação matemática da força resistiva passa a ser obtida pela Equação (4.19).

$$m = \frac{1}{K} \frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*} q. \quad (4.19)$$

Seguindo a rigorosa formulação conduzida por Telles e Massarani (1979), o termo  $\tau(\lambda^*)/\lambda^* = \mu_{eff}(\lambda^*)$  na Equação (4.19) deve ser interpretado como a viscosidade aparente do líquido. Entretanto, dado o fato de que o meio contínuo é cisalhado pelo próprio material particulado da suspensão, neste trabalho,  $\mu_{eff}(\lambda^*)$  foi substituído por  $\mu_l(\lambda^*, \varepsilon_s)$ , uma função inteiramente teórica, que expressa a viscosidade da fase líquida na presença dos constituintes sólidos. De fato, de acordo com Ungarish (1993), o líquido defronta-se com as partículas dispersas, as quais causam deflexões nas linhas de corrente da fase líquida. Como resultado, a maneira com que partes do líquido em escoamento interagem entre si e com as paredes das partículas é quantitativamente diferente do comportamento do líquido puro sob circunstâncias semelhantes. Ademais, assumindo a suspensão como um fluido visco-linear de uma única fase, é razoável supor que a sua viscosidade representada por uma simples regra de mistura,  $\mu_{mix}(\lambda^*, \varepsilon_s)$ , coincide com a viscosidade global da suspensão,  $\mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s)$  (BÜRGER, 2000):

$$\mu_{mix}(\lambda^*, \varepsilon_s) = \mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s) = \mu_l(\lambda^*, \varepsilon_s) + \mu_s(\lambda^*, \varepsilon_s). \quad (4.20)$$

Na Equação (4.20),  $\mu_s(\lambda^*, \varepsilon_s)$  é uma função de respaldo teórico retratando a viscosidade da fase sólida. Por outro lado, é importante destacar, que  $\mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s)$  é a viscosidade de uma suspensão homogênea com concentração volumétrica de sólidos,  $\varepsilon_s$ . Assim, ao contrário de  $\mu_l(\lambda^*, \varepsilon_s)$  e  $\mu_s(\lambda^*, \varepsilon_s)$ , a viscosidade global da suspensão é experimentalmente quantificável. Para o fluido de perfuração investigado neste trabalho,  $\mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s)$ , encontra-se indiretamente reportado na Seção 3.2, por meio da curva de escoamento dada pela Figura 3.8. Em vista dessas

hipóteses, e conforme discutido em mais detalhes por Bürger (2000), a viscosidade da fase líquida deformada pela presença dos sólidos é fornecida pela Equação (4.21):

$$\mu_l(\lambda^*, \varepsilon_s) = \mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s) - \frac{\rho_s \varepsilon_s}{\rho_{susp}} \mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s), \quad (4.21)$$

sendo o último termo correspondente à viscosidade da fase sólida:

$$\mu_s(\lambda^*, \varepsilon_s) = \frac{\rho_s \varepsilon_s}{\rho_{susp}} \mu_{susp}(\lambda^*, \varepsilon_s). \quad (4.22)$$

É possível observar que a soma das equações (4.21) e (4.22) permite obter a regra de mistura dada pela expressão (4.20).

Em termos da tensão cisalhante e da taxa de cisalhamento, a Equação (4.22) pode ser reescrita como:

$$\left( \frac{\tau(\lambda^*, \varepsilon_s)}{\lambda^*} \right)_l = \left( \frac{\tau(\lambda^*, \varepsilon_s)}{\lambda^*} \right)_{susp} \left( 1 - \frac{\rho_s \varepsilon_s}{\rho_{susp}} \right). \quad (4.23)$$

Uma vez que as propriedades reológicas do Br-Mul foram obtidas à uma concentração inicial de sólidos de 13,91% v/v ( $\varepsilon_{s0}$ ), esse valor foi substituído na Equação (4.23) a fim de se estabelecer uma relação entre as viscosidades aparentes da fase líquida e da suspensão:

$$\left( \frac{\tau(\lambda^*, \varepsilon_{s0})}{\lambda^*} \right)_l = \left( \frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*} \right)_{susp} \left( 1 - \frac{\rho_s \varepsilon_{s0}}{\rho_{susp}} \right). \quad (4.24)$$

Deve-se notar, que ao substituir  $\varepsilon_s$  por  $\varepsilon_{s0}$  na Equação (4.23), a necessidade em se demonstrar explicitamente a dependência da viscosidade aparente da suspensão com a concentração inicial de sólidos na Equação (4.24) se torna redundante. Isto posto, a forma final da força resistiva utilizada para caracterizar a interação sólido-líquido do sistema é obtida ao substituir a Equação (4.24) na (4.19):

$$m = \frac{1}{K} \left( \frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*} \right)_{susp} \left( 1 - \frac{\rho_s \varepsilon_{s0}}{\rho_{susp}} \right) q, \quad (4.25)$$

onde  $q = \varepsilon_l U_z = (1 - \varepsilon_s) U_z$ , sendo

$$U_z = v_l - v_s, \quad (4.26)$$

a velocidade relativa da mistura sólido-líquido. Na Equação (4.26),  $v$  é a variável utilizada para representar a velocidade e os subscritos  $l$  e  $s$  designam as fases líquida e sólida, respectivamente.

Por sua vez, a introdução da força resistiva na Equação (4.8) permite definir o balanço de forças atuantes no processo de sedimentação como segue:

$$(v_l - v_s) = - \frac{K}{(1 - \varepsilon_s)(\tau(\lambda^*)/\lambda^*)_{susp}} \left( \frac{\rho_{susp}}{\rho_{susp} - \rho_s \varepsilon_{s0}} \right) \left[ \varepsilon_s (\rho_s - \rho_l) g - \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} \right]. \quad (4.27)$$

Nota-se a partir da Equação (4.27), que a velocidade de queda dos sólidos em um processo de sedimentação em batelada depende, entre outros fatores, da velocidade de ascensão do líquido,  $v_l$ . Uma das formas de se determinar essa velocidade seria através das equações da continuidade e do movimento para a fase líquida. No entanto, tal abordagem torna o modelo e, conseqüentemente, a sua resolução numérica, bastante complexos.

Outra alternativa é recorrer à combinação das equações da continuidade para as fases sólida e líquida (considerando que o fluido e as partículas são incompressíveis), o que leva ao seguinte resultado:

$$\frac{\partial[\varepsilon_s + (1 - \varepsilon_s)]}{\partial t} + \frac{\partial[\varepsilon_s v_s + (1 - \varepsilon_s)v_l]}{\partial z} = 0. \quad (4.28)$$

A integração da Equação (4.28) fornece:

$$\varepsilon_s v_s + (1 - \varepsilon_s)v_l = q(t), \quad (4.29)$$

em que a constante de integração é a velocidade superficial da mistura,  $q(t)$ , que precisa ser determinada.

Como no fundo do recipiente tanto a velocidade dos sólidos quanto a do líquido são nulas, pode-se concluir que  $q(t) = \varepsilon_s v_s|_{z=0,t} - (1 - \varepsilon_s)v_l|_{z=0,t} = 0$  e, portanto,

$$v_l = -\frac{\varepsilon_s}{(1 - \varepsilon_s)} v_s. \quad (4.30)$$

A Equação (4.30) expressa uma relação entre as velocidades dos dois constituintes conhecida como restrição cinemática. Apresentada por d'Ávila (1978), a restrição cinemática parte do pressuposto de que na base da coluna de sedimentação não há fluxo de material, o que equivale a dizer que as velocidades intersticiais do sólido e do líquido são nulas em  $z = 0$ . Além disso, o autor mostra, por meio da adição das equações da continuidade para ambas as fases, que a velocidade superficial total da mistura é nula e não dependente da posição. Isso faz com que a restrição cinemática seja válida ao longo de toda a coluna.

A substituição da restrição cinemática na Equação (4.27) elimina a dependência direta da velocidade das partículas com a velocidade do fluido, permitindo obter a seguinte expressão:

$$v_s = \frac{K}{(\tau(\lambda^*)/\lambda^*)_{susp}} \left( \frac{\rho_{susp}}{\rho_{susp} - \rho_s \varepsilon_{s0}} \right) \left[ \varepsilon_s (\rho_s - \rho_f) g - \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} \right]. \quad (4.31)$$

A completa caracterização do balanço de forças dado pela Equação (4.31) requer, ainda, a definição de equações constitutivas para a pressão nos sólidos, a permeabilidade do meio e para a taxa de cisalhamento característica, além de um modelo reológico para caracterizar o comportamento não newtoniano da suspensão.

#### 4.1.1.2 Pressão nos sólidos

Processos de sedimentação em batelada são caracterizados pela coexistência das zonas de líquido clarificado, de sedimentação livre, de transição e de compressão ou formação de sedimento (rever Figura 2.3). Tais regiões, apesar de serem governadas por mecanismos de sedimentação distintos, podem ser descritas pelo mesmo conjunto de equações diferenciais parciais formado pelas equações (4.1) e (4.31), com a exceção de hipóteses constitutivas específicas. Na zona de compressão (e em certos casos, também nas zonas de sedimentação

livre e transição<sup>3</sup>), onde fortes interações sólido-sólido existem, a seguinte Equação constitutiva proposta por Tiller e Leu (1980) pode ser aplicada:

$$P_s = P_{sa} \exp(\beta \varepsilon_s), \quad (4.32)$$

na qual,  $P_{sa}$  e  $\beta$  representam parâmetros a serem estimados.

A abordagem deste trabalho, por sua vez, consistiu em modificar e propor uma reparametrização para a Equação (4.32) fornecendo:

$$P_s = P_{sref} \exp \left[ -\beta \left( \frac{1}{\varepsilon_s} - \frac{1}{\varepsilon_{sref}} \right) \right]. \quad (4.33)$$

O termo  $P_{sref}$  designa a pressão dos sólidos em uma concentração de referência,  $\varepsilon_{sref}$ , e pode ser relacionado à equação original (4.32) da seguinte maneira:

$$P_{sref} = P_{sa} \exp \left( -\frac{\beta}{\varepsilon_{sref}} \right). \quad (4.34)$$

Vale destacar que a expressão (4.33) é um tipo de reparametrização equivalente à forma funcional aplicada na equação de Arrhenius. Reparametrizações na forma sugerida são empregadas com o intuito de minimizar a correlação entre parâmetros (como observado entre os parâmetros  $P_{s0}$  e  $\beta$  na Equação (4.32)), conforme apontam diversos estudos de cinética de reações químicas (KITRELL, 1970; PRITCHARD e BACON, 1975; AGARWAL e BRISK, 1985; SCHWAAB e PINTO, 2007a).

De posse da correlação apropriada para descrever a força de interação sólido-sólido, torna-se possível inferir os incrementos de pressão decorrentes do acúmulo de partículas, isto é, o gradiente de pressão nos sólidos. Pelo Teorema I, enunciado por d'Ávila e Sampaio (1977), a pressão nos sólidos é função exclusiva da concentração. Assim, a diferenciação da Equação (4.33) em relação à  $\varepsilon_s$  permite escrever:

$$\frac{dP_s}{d\varepsilon_s} = \frac{P_{sref} \beta}{\varepsilon_s^2} \exp \left[ -\beta \left( \frac{1}{\varepsilon_s} - \frac{1}{\varepsilon_{sref}} \right) \right] = \frac{A}{\varepsilon_s^2} \exp \left[ -\beta \left( \frac{1}{\varepsilon_s} - \frac{1}{\varepsilon_{sref}} \right) \right], \quad (4.35)$$

que deve ser substituída no balanço de quantidade de movimento para a fase sólida (Equação (4.31)).

#### 4.1.1.3 Permeabilidade do meio

Tiller e Leu (1980) desenvolveram empiricamente uma equação constitutiva para a permeabilidade de sedimentos compressíveis. De acordo com os autores, a permeabilidade do meio é função apenas da concentração de sólidos, hipótese que permitiu obter como resultado a seguinte expressão:

$$K = K_{sc} \left( \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_c} \right)^{-\Psi}, \quad (4.36)$$

<sup>3</sup> É razoável assumir que para suspensões concentradas, o efeito de pressão nos sólidos seja significativo também nas regiões de sedimentação livre e transição.

na qual,  $K_{sc}$  é a permeabilidade do sedimento quando a concentração é  $\epsilon_c$  e  $\Psi$  é um parâmetro empírico.

É interessante observar que o uso da Equação (4.36) levaria o modelo a computar uma permeabilidade diferente de zero quando a concentração de sólidos atingisse o valor máximo. O cômputo de permeabilidades não-nulas em regiões da coluna de sedimentação nas quais a concentração é máxima ( $\epsilon_s = \epsilon_{sm}$ ) tem como consequência o cálculo de velocidades não-nulas (como pode ser constatado através da Equação (4.31)). É importante salientar que a determinação de velocidades diferentes de zero quando a concentração de sólidos é máxima descaracteriza a zona de formação de sedimento segundo a teoria de Kynch (1952) e a hipótese de que na base do recipiente a velocidade intersticial dos sólidos é nula. Logo, para atribuir consistência física à representação matemática proposta, a equação abaixo parece ser mais apropriada:

$$K = K_0 d_p^2 \left( \frac{\epsilon_{sm}}{\epsilon_s} - 1 \right)^\Lambda \quad (4.37)$$

De respaldo teórico, a Equação (4.37) é constituída dos parâmetros  $K_0$  e  $\Lambda$  e mostra a dependência da permeabilidade do meio não só com a concentração, mas também com o diâmetro médio das partículas,  $d_p$ . Tal dependência com o tamanho dos sólidos é consolidada na literatura, sendo a Equação de Kozeny (1927) e Carman (1937) um dos principais exemplos:

$$K = \frac{(\phi d_p)^2 (1 - \epsilon_s)^3}{36B\epsilon_s^2}, \quad (4.38)$$

em que  $\phi$  é a esfericidade da partícula e  $B$  é uma constante adimensional característica do meio poroso, por vezes referida por “fator estrutural”.

#### 4.1.1.4 Taxa de cisalhamento característica

A taxa de cisalhamento característica presente nas equações de (4.10) à (4.26), (4.27) e (4.31) é uma grandeza cinemática e possui dependência funcional com a geometria (tamanho e forma), bem como com a velocidade das partículas. Considerando válida essa hipótese, Massarani e Telles (1978) estabeleceram que para o escoamento de fluidos não newtonianos na vizinhança de partículas sólidas, a taxa de cisalhamento característica pode ser definida por:

$$\lambda^* = \frac{\|\mathbf{U}\|}{d_p} \theta(\phi), \quad (4.39)$$

em que  $d_p$  é o diâmetro médio das partículas,  $\theta$  é uma função da esfericidade,  $\phi$ , e  $\mathbf{U}$  é o vetor velocidade relativa da mistura sólido-líquido.

Para coordenadas cartesianas, a norma do vetor velocidade relativa é calculada de acordo com a Equação (4.40):

$$\|\mathbf{U}\| = \sqrt{U_x^2 + U_y^2 + U_z^2}, \quad (4.40)$$

que, para um escoamento unidimensional na direção  $z$ , torna-se:

$$\|\mathbf{U}\| = \sqrt{U_z^2}. \quad (4.41)$$

Por meio da restrição cinemática (Equação (4.30)), a velocidade relativa da mistura pode ser reescrita apenas em função da velocidade dos sólidos, fornecendo:

$$U_z = -\frac{v_s}{(1 - \varepsilon_s)}. \quad (4.42)$$

A equação final para a taxa de cisalhamento característica adotada neste trabalho é obtida substituindo-se as Equações (4.41) e (4.42) na Equação (4.39):

$$\lambda^* = \frac{v_s}{(1 - \varepsilon_s)} \frac{\theta(\phi)}{d_p}. \quad (4.43)$$

#### 4.1.1.5 Função da esfericidade $\theta(\phi)$

O efeito da forma da partícula no modelo proposto é levado em conta por intermédio da Equação (4.44), sugerida por Laruccia (1990):

$$\theta(\phi) = -3,45\phi^2 + 5,25\phi - 1,41. \quad (4.44)$$

A função  $\theta(\phi)$  foi obtida com experimentos utilizando diferentes formas de partículas escoando em diferentes fluidos não newtonianos. Ela é válida para  $\phi$  na faixa de 0,5 a 1.

#### 4.1.2 Inclusão do modelo reológico na modelagem proposta

O sistema de equações representativo do fenômeno da sedimentação apresentado até o momento foi desenvolvido de maneira a acomodar qualquer modelo reológico caracterizando o comportamento não newtoniano de uma suspensão. A seguir será descrito o desenvolvimento para o modelo *power-law*.

##### 4.1.2.1 Modelo da potência de Ostwald e de Waele

Conforme será reportado na Seção 5.2, o fluido de perfuração Br-Mul apresenta comportamento pseudoplástico, satisfatoriamente previsto pelo modelo da potência de Ostwald de Waele, também conhecido como modelo *power-law*.

O modelo *power-law* é o modelo mais simples na descrição dos comportamentos pseudoplástico e dilatante de fluidos não newtonianos (MACHADO, 2002). Foi proposto independentemente por OSTWALD (1925) e DE WAELE (1923) e é dado pela seguinte equação:

$$\tau(\lambda^*) = M(\lambda^*)^{n-1}\lambda^*, \quad (4.45)$$

ou:

$$\left(\frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*}\right)_{susp} = M(\lambda^*)^{n-1}. \quad (4.46)$$

em que, os parâmetros reológicos são o índice de consistência,  $M$ , e o índice de comportamento do fluido,  $n$ .

Propriedades pseudoplásticas surgem para índices de comportamento menores do que a unidade, enquanto que para propriedades dilatantes,  $n$  assume valores maiores do que 1 (MACHADO, 2002).

Considerando a taxa de cisalhamento característica dada pela Equação (4.43), a relação funcional entre a viscosidade aparente da suspensão e a velocidade de sedimentação, os parâmetros reológicos e os de forma da partícula é representada por:

$$\left(\frac{\tau(\lambda^*)}{\lambda^*}\right)_{susp} = M \left(\frac{v_s}{(1-\varepsilon_s)} \frac{\theta(\phi)}{d_p}\right)^{n-1}. \quad (4.47)$$

#### 4.1.3 Forma final das equações do modelo

Na forma final do conjunto de equações estabelecidas para prever o comportamento de sedimentação dos sólidos adensantes, o balanço de massa permanece na sua forma conservativa dada pela Equação (4.1), aqui reproduzida para propósito de organização:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + \frac{\partial \varepsilon_s v_s}{\partial z} = 0. \quad (4.1)$$

Por outro lado, a introdução do modelo reológico (Equação (4.47)) na Equação (4.31), permite definir completamente o balanço de forças atuantes no sistema que, por sua vez, fornece a expressão empregada para determinar a velocidade de sedimentação da fase sólida:

$$v_s = \left\{ \frac{K}{M(1-\varepsilon_s)^{1-n}} \left[ \frac{d_p}{\theta(\phi)} \right]^{n-1} \left( \frac{\rho_{susp}}{\rho_{susp} - \rho_s \varepsilon_{s0}} \right) \left[ \varepsilon_s (\rho_s - \rho_f) g - \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} \right] \right\}^{\frac{1}{n}}, \quad (4.48)$$

na qual a função  $\theta(\phi)$  da esfericidade é dada pela Equação (4.44), a permeabilidade do meio pela Equação (4.37) e o gradiente de pressão nos sólidos pela Equação (4.35).

O sistema constituído pelas equações (4.1) e (4.48) é válido no domínio  $0 \leq t \leq t_f$  e  $0 \leq z \leq L_0$ , sendo  $L_0$  a altura da suspensão e  $t_f$  o tempo final de sedimentação. Para resolvê-lo, necessita-se da especificação de uma condição inicial e duas condições de contorno:

$$C. I.: \quad \varepsilon_s(z, t = 0) = \varepsilon_{s0}, \quad (4.49)$$

$$C. C. I: \quad q_s = \varepsilon_s v_s (z = 0, t) = 0, \quad (4.50)$$

$$C. C. II: \quad q_s = \varepsilon_s v_s (z = L_0, t) = 0. \quad (4.51)$$

A condição inicial indica a homogeneidade de uma suspensão com concentração inicial  $\varepsilon_{s0}$ . Já as condições de contorno I e II expressam a nulidade de fluxo de sólidos,  $q_s$ , na base e no topo da coluna de sedimentação.

A fim de facilitar a resolução numérica, as equações acima foram adimensionalizadas. Para tanto, propuseram-se as seguintes mudanças de variáveis:

$$\xi = \frac{t}{t_f}; \quad \eta = \frac{z}{L_0}; \quad \theta_s = \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{s0}}; \quad u_s = \frac{v_s}{v_{stk}}; \quad S = \frac{v_{s0} t_f}{L_0}, \quad (4.52)$$

em que  $v_{stk}$  é a velocidade terminal de uma partícula isolada, conforme proposto por Stokes (1850) e utilizada neste trabalho como uma velocidade de referência:

$$v_{stk} = \frac{d_p^2(\rho_s - \rho_f)g}{18\mu_{susp}(\lambda^*)} \quad (4.53)$$

É importante destacar que a Equação (4.53) foi calculada para uma viscosidade aparente da suspensão correspondente a uma taxa de  $0,5 \text{ s}^{-1}$ , a menor avaliada no ensaio reológico (Figura 3.8).

O modelo proposto, bem como as condições inicial e de contorno na forma adimensional são apresentadas abaixo:

$$\frac{\partial \theta_s}{\partial \xi} + S \frac{\partial (\theta_s u_s)}{\partial \eta} = 0, \quad (4.54)$$

$$u_s = \frac{1}{v_{s0}} \left\{ \frac{K}{M(1 - \theta_s \varepsilon_{s0})^{1-n}} \left[ \frac{d_p}{\theta(\phi)} \right]^{n-1} \left( \frac{\rho_{susp}}{\rho_{susp} - \rho_s \varepsilon_{s0}} \right) \left[ \theta_s \varepsilon_{s0} (\rho_s - \rho_f) g - \frac{\varepsilon_{s0}}{L_0} \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \frac{\partial \theta_s}{\partial \eta} \right] \right\}^{\frac{1}{n}}, \quad (4.55)$$

$$C.I.: \quad \theta_s(\eta, \xi = 0) = 1, \quad (4.56)$$

$$C.C.I: \quad F_s = \theta_s u_s(\eta = 0, \xi) = 0, \quad (4.57)$$

$$C.C.II: \quad F_s = \theta_s u_s(\eta = 1, \xi) = 0. \quad (4.58)$$

As equações provenientes do balanço de massa e de forças para a fase sólida (equações (4.54) e (4.55)) não possuem solução exata, devendo ser resolvidas simultaneamente com o auxílio de procedimentos numéricos (Seção 4.2). A discretização da variável espacial adimensional  $\eta$  foi efetuada pelo Método dos Volumes Finitos. O sistema de equações diferenciais ordinárias resultante foi, então, integrado numericamente na variável temporal adimensional. Por último, é importante salientar que o modelo matemático proposto permite a simulação de todas as regiões de sedimentação descritas na Teoria de Kynch (1952) ou de Coe e Clevenger (1916) utilizando-se o mesmo conjunto de equações. Assim, evita-se o uso de condições de salto ou fronteiras móveis, tais como observadas nos modelos de d'Ávila (1978) e França, Massarani e Biscaia Jr. (1999), que dificultam a resolução numérica do problema da sedimentação.

## 4.2 Procedimento de Discretização das Equações: O Método dos Volumes Finitos

Modelos de sedimentação em batelada baseados em leis de conservação da massa e da quantidade do movimento exibem, via de regra, natureza hiperbólica-parabólica, devido aos diferentes mecanismos que governam a separação das fases em cada uma das zonas de sedimentação. Neste trabalho e em diversas outras publicações (BÜRGER e CONCHA, 1998; BÜRGER, CONCHA e TILLER, 2000; GARRIDO, BÜRGER e CONCHA, 2000) as equações diferenciais do modelo assumem características parabólicas (equações do tipo convecção-difusão) quando a concentração aumenta e, portanto, os gradientes de pressão nos sólidos são significativos. Tal característica é típica das regiões de transição e de compressão. No entanto, se degeneram para equações do tipo hiperbólica (do tipo puramente convectivas) quando o gradiente de pressão nos sólidos desaparece, como ocorre nas zonas de sedimentação livre e de clarificado.

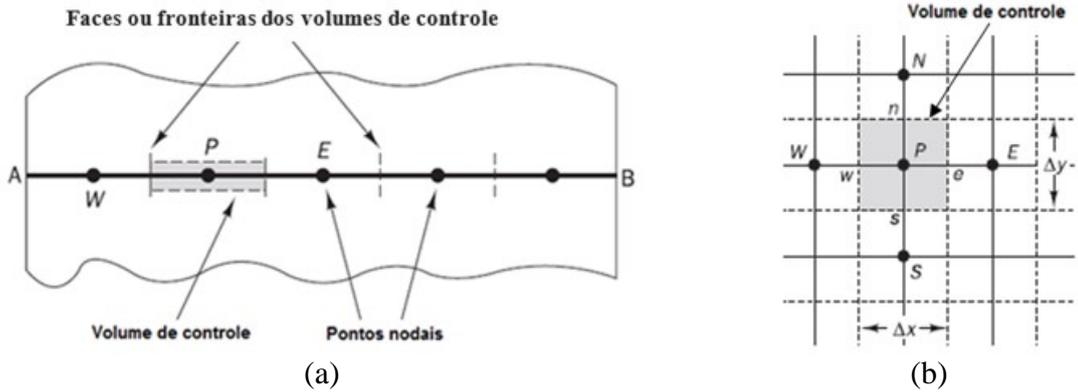
Considerando o comportamento matemático descrito acima, diferentes tipos de abordagem para realizar procedimentos de discretização encontram-se disponíveis na literatura. Os métodos de aproximação global, a citar a técnica de colocação ortogonal, em geral falham na solução de problemas hiperbólicos em decorrência dos elevados gradientes desenvolvidos nos perfis da variável discretizada (PINTO e LAGE, 2001). Para contornar essa dificuldade numérica, França, Massarani e Biscaia Jr. (1990) desenvolvem uma abordagem que permite a solução analítica para a região de clarificado. Já para a zona de compressão, esses autores aplicam o método da colocação ortogonal a fim de resolver as equações diferenciais parciais do modelo.

Por outro lado, os métodos de aproximação local, como os métodos das diferenças finitas e volumes finitos tendem a ser mais eficientes na resolução numérica de problemas de natureza parabólica-hiperbólica. Pode-se citar como exemplos os trabalhos de Bürger e Concha (1998), Bürger, Concha e Tiller (2000), Arouca (2007) e Messias Jr. (2016), os quais empregaram o método das diferenças finitas como técnica de solução do fenômeno. Particularmente, o autor dessa dissertação não tem conhecimento de estudos na área de sedimentação em batelada que tenham utilizado o método dos volumes finitos.

Embora, por vezes, as equações discretizadas obtidas por ambos os métodos sejam iguais, o método dos volumes finitos não deve ser confundido com o das diferenças finitas. Este, tem dedução puramente matemática, baseando-se nas expansões em séries de Taylor para a aproximação das derivadas. Por outro lado, o primeiro possui fundamento físico e aplica a equação diferencial de conservação a subdomínios de uma determinada malha através de sua integração em cada volume. Em outras palavras, o Método dos Volumes Finitos garante a conservação da propriedade sob análise nos volumes da malha de discretização (MALISKA, 2014).

O método dos volumes finitos é adequado para a simulação numérica de diferentes tipos de leis de conservação, sejam elas de caráter parabólico, hiperbólico ou elíptico (EYMARD, GALLOUËT e HERBIN, 2000). A aproximação discreta de uma equação de conservação pela abordagem dos volumes finitos tem como finalidade subdividir o domínio de solução em um número finito de pequenos volumes de controle (VC). Como resultado, forma-se uma malha que, diferentemente do método das diferenças finitas, define as fronteiras dos volumes de controle, ao invés da localização de pontos discretos (FERZIGER e PERIC, 2002).

Na aplicação do método, o procedimento de discretização mais usual consiste, primeiramente, em definir os volumes de controle através de uma malha adequada e, em seguida, atribuir um nó ao centro de cada um deles (Figura 4.1). São nesses nós centrais que o valor das propriedades de interesse deve ser calculado através da integração das equações de conservação em cada volume de controle. Diversos esquemas de interpolação têm sido propostos na literatura (PATANKAR, 1980; FERZIGER e PERIC, 2002; MALISKA, 2014) para expressar o valor das variáveis na superfície do VC em termos do valor computado no nó central. Além disso, para garantir a conservação das propriedades é essencial que os volumes de controle não se sobreponham: cada face deve ser única a dois volumes de controle vizinhos (FERZIGER e PÈRIC, 2002).



**Figura 4.1:** Representação de uma malha discretizada pelo método dos volumes finitos. (a) exemplo unidimensional. (b) exemplo bidimensional. (Adaptado de VERSTEEG e MALALASEKERA, 2007).

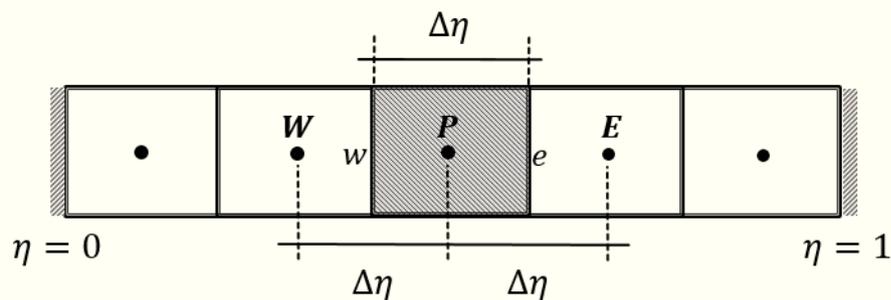
No tópico subsequente é descrito o procedimento de aplicação do método dos volumes finitos ao modelo fenomenológico proposto neste trabalho.

#### 4.2.1 Método dos volumes finitos unidimensional (1D): aplicação ao modelo de sedimentação

A aplicação do método dos volumes finitos ao sistema de equações diferenciais parciais (equações (4.54) e (4.55)) envolveu três etapas:

##### Etapa 1: geração da malha

O primeiro passo foi dividir o domínio de solução em pequenos volumes de controle. Atribuiu-se, portanto, um determinado número de volumes para constituir a malha de discretização entre as fronteiras do sistema, conforme ilustrado na Figura 4.2. Estabelecidos os volumes de controle e os pontos nodais correspondentes, fez-se necessário adequar a malha à condição de contorno. O problema da sedimentação em batelada é caracterizado por *condições de contorno de segundo tipo*, na qual tem-se a nulidade de fluxo de sólidos nas fronteiras do sistema (equações (4.57) e (4.58)). Nesse caso, segundo (PINTO e LAGE, 2001), é conveniente utilizar um volume inteiro na adequação da malha, de maneira que a face do volume constitua uma fronteira do sistema. A referida adequação é representada, também, pela Figura 4.2.



**Figura 4.2:** Esquema de discretização e adequação da malha pelo Método dos Volumes Finitos.

Neste ponto, é oportuno estabelecer uma nomenclatura que acompanhará a continuidade do desenvolvimento do método. Um nó central genérico é identificado por P e os seus vizinhos em geometria unidimensional, pelas letras W e E; W a oeste do ponto P e E a leste. A face oeste do volume de controle é representada por w, ao passo que a face leste é referida como e. Neste trabalho optou-se por utilizar uma malha uniforme, de modo que as distâncias entre os pontos nodais W e P e entre os pontos P e E são iguais e identificadas por  $\Delta\eta$ .

## Etapa 2: Discretização

Etapa subsequente à constituição da malha é a integração da lei de conservação ao longo de um volume de controle para produzir uma equação discretizada no nó central  $P$ . No caso de processos unidimensionais, a discretização da variável espacial é obtida por intermédio do seguinte operador:

$$\int_w^e d\eta, \quad (4.59)$$

que aplicado à Equação (4.54) fornece:

$$\int_w^e \frac{\partial \theta_s}{\partial \xi} d\eta + \int_w^e S \frac{\partial (\theta_s u_s)}{\partial \eta} d\eta = 0. \quad (4.60)$$

A equação de conservação integral (4.60) aplica-se a cada volume de controle, assim como ao domínio da solução como um todo. A adição das equações para todos os volumes gera a equação de conservação global, uma vez que as integrais ao longo das faces dos VCs se cancelam. Desse modo, a lei de conservação global é automaticamente obtida com a aplicação do método e isso constitui uma de suas principais vantagens.

Usualmente, todas as variáveis independentes são discretizadas, resultando em um conjunto de equações algébricas que deve ser solucionado em cada intervalo de tempo. Neste caso, tem-se um esquema de discretização completa, em que a variável tempo é tipicamente discretizada utilizando-se o Método de Euler (PATANKAR, 1980; MALISKA, 2014). Todavia, neste trabalho, realizou-se somente a integração da equação de conservação na variável espacial  $\eta$ . Neste caso, tem-se o Método das Linhas com Discretização por Volumes Finitos (PINTO e LAGE, 2001), em que a EDP é reduzida em um conjunto de EDO's, o qual pode ser resolvido diretamente por métodos numéricos de problema de valor inicial, disponíveis em diversas rotinas computacionais. Para aplicação do Método das Linhas, o termo da derivada temporal foi aproximado com o auxílio do *Teorema do Valor Médio*. O *Teorema do Valor Médio* é uma aproximação precisa e simples, a partir do qual a integral é substituída pelo produto do valor médio do integrando com o tamanho do VC. O valor médio do integrando, por sua vez, é aproximado pelo seu valor no centro nodal  $P$ . Matematicamente, e para o caso em questão, o referido teorema é representado por:

$$\int_w^e \frac{\partial \theta_s}{\partial \xi} d\eta = \frac{\partial \bar{\theta}_s}{\partial \xi} \int_w^e d\eta \cong \frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} \Delta\eta, \quad (4.61)$$

em que  $\frac{\partial \bar{\theta}_s}{\partial \xi}$  é o valor médio do integrando e  $\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi}$ , sua aproximação no centro  $P$  do VC.

A substituição do *Teorema do Valor Médio* na Equação (4.61) gera a equação discretizada para um volume de controle genérico (rever Figura 4.2):

$$\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} + S \left[ \frac{(\theta_s u_s)_e - (\theta_s u_s)_w}{\Delta\eta} \right] = 0. \quad (4.62)$$

Na Equação (4.62),  $\theta_{s,P}$  é o valor da concentração adimensional no centro  $P$ , enquanto que  $(\theta_s u_s)_e$  e  $(\theta_s u_s)_w$  são os fluxos de sólido nas faces  $e$  e  $w$  do volume.

Já nos volumes equivalentes às fronteiras da coluna de sedimentação, as seguintes equações diferenciais ordinárias foram obtidas a partir da aplicação das condições de contorno na Equação (4.62):

$$\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} + S \left[ \frac{(\theta_s u_s)_e}{\Delta \eta} \right] = 0; \text{ em } \eta = 0, \quad (4.63)$$

$$\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} - S \left[ \frac{(\theta_s u_s)_w}{\Delta \eta} \right] = 0; \text{ em } \eta = 1. \quad (4.64)$$

Uma vez que o valor do fluxo de sólidos nas faces  $e$  e  $w$  é desconhecido, faz-se necessário obtê-lo por interpolação. Um esquema de interpolação semelhante à abordagem *upwind* foi empregado, no qual o fluxo ou concentração de sólidos na face é aproximado pelo fluxo ou concentração no centro do volume adjacente. No entanto, ao contrário do esquema *upwind*, as propriedades de interesse nas fronteiras de cada volume foram aproximadas pelo seu valor no centro nodal do volume a jusante, conforme as equações (4.65) e (4.66). Dessa forma, quando a concentração de sólidos atinge a concentração máxima possível, o fluxo de sólidos na entrada do volume é anulado. Este esquema se faz necessário para garantir que o acúmulo da massa de sólidos seja nulo no volume equivalente à condição de contorno na base da coluna (Equação (4.63)), quando a concentração máxima de sólidos é atingida, bem como assegurar que o acúmulo de sólidos passe a ser positivo no volume adjacente.

$$(\theta_s u_s)_e = (\theta_s u_s)_E, \quad (4.65)$$

$$(\theta_s u_s)_w = (\theta_s u_s)_P. \quad (4.66)$$

Com a aplicação do esquema de interpolação descrito acima, as equações (4.62), (4.63) e (4.64) são reescritas como:

$$\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} + S \left[ \frac{(\theta_s u_s)_E - (\theta_s u_s)_P}{\Delta \eta} \right] = 0, \quad (4.67)$$

$$\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} + S \left[ \frac{(\theta_s u_s)_E}{\Delta \eta} \right] = 0; \text{ em } \eta = 0, \quad (4.68)$$

$$\frac{\partial \theta_{s,P}}{\partial \xi} - S \left[ \frac{(\theta_s u_s)_P}{\Delta \eta} \right] = 0; \text{ em } \eta = 1. \quad (4.69)$$

A velocidade dos sólidos, necessária para determinar o perfil de concentração e o fluxo volumétrico de sólidos ao longo da coluna de sedimentação, é calculada pela da equação do movimento expressa na forma dada pela Equação (4.55). A única aproximação possível para o termo da derivada espacial presente nessa equação, utilizando apenas os nós centrais  $P$ ,  $W$  e  $E$ , é via diferenças finitas. O referido termo foi aproximado por diferenças finitas centrais como segue:

$$\frac{\partial \theta_{s,face}}{\partial \eta} = \frac{\theta_{s,Jusante} - \theta_{s,Montante}}{\Delta \eta}. \quad (4.70)$$

Portanto, a velocidade dos sólidos avaliada nas faces  $e$  e  $w$  do volume de controle são dadas, respectivamente, pelas equações (4.71) e (4.72).

$$u_{s,e} = u_{s,E} = \frac{1}{v_{s0}} \left\{ \frac{K}{M(1 - \theta_s \varepsilon_{s0})^{1-n}} \left[ \frac{d_p}{\theta(\phi)} \right]^{n-1} \left( \frac{\rho_{susp}}{\rho_{susp} - \rho_s \varepsilon_{s0}} \right) [\theta_{s,E} \varepsilon_{s0} (\rho_s - \rho_f) g - \frac{\varepsilon_{s0}}{L_0} \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \left( \frac{\theta_{s,E} - \theta_{s,P}}{\Delta\eta} \right)] \right\}^{\frac{1}{n}}, \quad (4.71)$$

$$u_{s,w} = u_{s,P} = \frac{1}{v_{s0}} \left\{ \frac{K}{M(1 - \theta_s \varepsilon_{s0})^{1-n}} \left[ \frac{d_p}{\theta(\phi)} \right]^{n-1} \left( \frac{\rho_{susp}}{\rho_{susp} - \rho_s \varepsilon_{s0}} \right) [\theta_{s,P} \varepsilon_{s0} (\rho_s - \rho_f) g - \frac{\varepsilon_{s0}}{L_0} \frac{dP_s}{d\varepsilon_s} \left( \frac{\theta_{s,P} - \theta_{s,W}}{\Delta\eta} \right)] \right\}^{\frac{1}{n}}. \quad (4.72)$$

### Etapa 3: Solução das equações

As equações (4.67), (4.68) e (4.69) representam um sistema de equações diferenciais ordinárias configuradas nos centros nodais de cada volume de controle. Tal sistema deve ser integrado no tempo e resolvido simultaneamente às equações (4.71) e (4.72) a fim de se obter o perfil de concentração de sólidos ao longo da coluna de sedimentação. As equações do modelo desenvolvido para a sedimentação em batelada foram integradas no domínio do tempo usando a rotina computacional DASSL (PETZOLD, 1982), disponível para uso público.

### 4.3 Estimação de Parâmetros

Modelos matemáticos são comumente utilizados para a interpretação teórica e quantitativa de dados experimentais. Em geral, os modelos matemáticos compreendem um conjunto de equações algébricas e/ou diferenciais constituídas de parâmetros que precisam ser adequadamente estimados para que a interpretação das observações experimentais seja confiável (SCHWAAB et al., 2008).

Conforme definido por Schwaab e Pinto (2007b):

*“Estimar parâmetros é usar um modelo como referência e variar os parâmetros até que as predições do modelo passem o mais próximo possível dos dados experimentais, respeitadas as incertezas características da medição.”*

O procedimento de estimação de parâmetros envolve essencialmente três etapas. A primeira, consiste na definição de uma métrica, também conhecida como função objetivo. A métrica é uma função que mede a proximidade entre os dados experimentais e os dados previstos pelo modelo. A segunda etapa compreende a identificação do ponto de mínimo da métrica estabelecida. Como o modelo proposto para a caracterização do processo de sedimentação em batelada é não linear nos parâmetros, a determinação do ponto ótimo só é possível via técnicas numéricas adequadas. Finalmente, na terceira etapa realiza-se uma interpretação estatística precisa dos parâmetros estimados, em conjunto com uma análise da qualidade do ajuste efetuado pelo modelo (SCHWAAB e PINTO, 2007b).

Nas etapas mencionadas no parágrafo anterior foram utilizados perfis dinâmicos de concentração de sólidos obtidos experimentalmente para estimar o seguinte conjunto de parâmetros:  $K_0$  e  $\Lambda$  da correlação da permeabilidade do meio e  $A = p_{sref} \beta$  e  $\beta$  da equação

reparametrizada proposta neste trabalho para a descrição do gradiente de pressão nos sólidos (conforme a Equação (4.35)).

#### 4.3.1 Definição da função objetivo

Conforme discutido anteriormente, para se introduzir a noção de distância entre o que se observa experimentalmente e o que se prevê pela aplicação de um modelo, faz-se necessário definir uma métrica. Neste trabalho, a função objetivo a ser minimizada foi a função de mínimos quadrados ponderados:

$$F_{obj} = \sum_{i=1}^{NE} \sum_{j=1}^{NY} \frac{[y_{ij}^e - y_{ij}^m(x_i^m, \theta)]^2}{\sigma_{ij}^2}. \quad (4.73)$$

Na Equação (4.73), os sobrescritos  $e$  e  $m$  referem-se, respectivamente, às observações experimentais e às predições do modelo. As variáveis  $y$  e  $x$  são, nesta ordem, as variáveis dependentes e independentes, enquanto  $NE$  e  $NY$  são, respectivamente, os números de experimentos e de variáveis de saída ou dependentes.

A função objetivo na forma apresentada pela Equação (4.73) constitui uma métrica natural empregada quando as variáveis independentes não estão sujeitas a erro e quando os erros experimentais, além de não estarem correlacionados entre si, seguem a distribuição normal de probabilidades.

O procedimento de estimação de parâmetros consiste, em última análise, na minimização da Equação (4.73), em que os parâmetros ( $\theta$ ) devem ser tais que:

$$\theta = \theta^{est} = \min_{\theta} F_{obj}. \quad (4.74)$$

No caso de modelos não lineares nos parâmetros, Schwaab et al. (2008) apontam alguns cuidados a serem observados quando da minimização da função objetivo:

- (i) o intervalo de busca dos parâmetros;
- (ii) a existência de um mínimo local;
- (iii) a continuidade da função objetivo, e
- (iv) a sensibilidade da função a cada um dos parâmetros do modelo.

#### 4.3.2 Minimização da função objetivo

A minimização da função objetivo e a consequente determinação dos parâmetros ótimos do modelo proposto foi realizada com o auxílio do programa computacional ESTIMA (SCHWAAB e PINTO, 2008). O ESTIMA é uma rotina computacional de estimação de parâmetros e projeto de experimentos com fundamentação estatística, permitindo, portanto, a obtenção de informações necessárias para a análise estatística e da qualidade dos resultados.

O procedimento de determinação dos parâmetros ótimos, implementado no ESTIMA, está baseado na aplicação de uma técnica híbrida de otimização que consiste na busca de um ótimo global pelo método de *Enxame de Partículas*, proposto originalmente por Kennedy e Eberhart (1995) e posterior refinamento pelo método de Gauss-Newton (ANDERSON et al., 1978) com acelerador de Law e Bailey (1963).

#### 4.3.3 Análise estatística dos resultados

De acordo com Schwaab e Pinto (2007b), o procedimento de estimação de parâmetros vai além da minimização da função objetivo. Finalizado o problema de otimização e obtenção dos parâmetros do modelo é imprescindível a análise da qualidade dos dados estimados por meio de ferramentas estatísticas apropriadas.

#### 4.3.4 A qualidade do ajuste obtido

A função objetivo dada pela Equação (4.73) consiste na soma do quadrado dos desvios ponderada pelas variâncias experimentais da variável dependente. Dessa forma, tal função possui interpretação conceitual da variável normalizada chi-quadrado ( $\chi^2$ ) com  $GL = NE \cdot NY - NP$  graus de liberdade, sendo  $NE, NY$  e  $NP$ , respectivamente, o número de experimentos, o número de variáveis dependentes e o número de parâmetros a serem determinados. Assim, caso o modelo descreva adequadamente os dados experimentais,

$$\chi_{min}^2 \left( \frac{1 - \alpha}{2}, GL \right) < F_{obj}(\boldsymbol{\theta}^{est}) < \chi_{max}^2 \left( \frac{1 + \alpha}{2}, GL \right), \quad (4.75)$$

em que  $\chi_{min}^2$  e  $\chi_{max}^2$  são os limites da variável  $\chi^2$  que segue a distribuição de probabilidades  $P(\chi^2)$ , em termos dos valores máximo e mínimo das probabilidades acumuladas, dado o nível de confiança,  $\alpha$ , e o grau de liberdade,  $GL$ .

No entanto, caso o valor da função objetivo esteja fora dos limites impostos pelo teste do  $\chi^2$ , duas situações são possíveis:

- a)  $F_{obj}(\boldsymbol{\theta}^{est}) > \chi_{max}^2$ : o modelo não prevê os valores experimentais na precisão dos dados experimentais, uma vez que os erros de predição são maiores do que os erros observados experimentalmente. Recomenda-se, então, uma revisão do modelo proposto. Entretanto, Schwaab e Pinto (2007b) destacam, também, a possibilidade de os erros experimentais estarem subestimados como justificativa do valor da função objetivo estar acima do limite superior da distribuição  $\chi^2$ .
- b)  $F_{obj}(\boldsymbol{\theta}^{est}) < \chi_{min}^2$ : o modelo descreve os dados experimentais com uma precisão superior à dos erros experimentais, isto é, os valores previstos pelo modelo são melhores do que os dados usados para gerá-lo. Esse cenário indica, ou uma possível superparametrização do modelo, ou uma superestimação dos erros observados experimentalmente.

#### 4.3.5 A qualidade dos parâmetros obtidos

A qualidade dos parâmetros obtidos foi avaliada por intermédio da matriz de covariâncias dos parâmetros,  $V_{\theta}$ , de acordo com a Equação (4.76) (SCHWAAB e PINTO, 2007b):

$$V_{\theta} = [B^T V_y^{-1} B]^{-1}, \quad (4.76)$$

sendo  $V_y$  e  $B$  as matrizes de covariância experimental e de sensibilidade, calculadas, respectivamente, por:

$$V_y = \begin{bmatrix} \sigma_{y1}^2 & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & \sigma_{y1}^2 & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & \cdots & \sigma_{yNE}^2 \end{bmatrix}, \quad (4.77)$$

$$\mathbf{B} = \left[ \frac{\partial \mathbf{y}^m}{\partial \boldsymbol{\theta}} \right] = \begin{bmatrix} \frac{\partial y_1^m}{\partial \theta_1} & \frac{\partial y_1^m}{\partial \theta_2} & \dots & \frac{\partial y_1^m}{\partial \theta_{NP}} \\ \frac{\partial y_2^m}{\partial \theta_1} & \frac{\partial y_2^m}{\partial \theta_2} & \dots & \frac{\partial y_2^m}{\partial \theta_{NP}} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \frac{\partial y_{NY}^m}{\partial \theta_1} & \frac{\partial y_{NY}^m}{\partial \theta_2} & \dots & \frac{\partial y_{NY}^m}{\partial \theta_{NP}} \end{bmatrix}. \quad (4.78)$$

Isto posto, os elementos da diagonal principal da matriz  $V_\theta$  representam as variâncias de cada estimativa dos parâmetros. De posse das mesmas, torna-se possível a determinação do intervalo de confiança paramétrica. Fazendo uso da distribuição  $t$  de *student*, pode-se escrever para o intervalo de confiança dos parâmetros (SCHWAAB e PINTO, 2007b):

$$\theta_j - t\left(\frac{1-\alpha}{2}, GL\right) \sigma_{\theta_j} < \theta_j < \theta_j + t\left(\frac{1+\alpha}{2}, GL\right) \sigma_{\theta_j}, \quad (4.79)$$

em que  $\theta$  é o valor do parâmetro ótimo e  $\sigma_{\theta_j}$  o desvio padrão associado à sua estimação.

Vale ressaltar que  $t$  é a variável que segue a distribuição  $t$  de *student*, obtida com o número de graus de liberdade da estimação e com o nível de confiança estabelecido pelo usuário.

#### 4.3.6 A incerteza de predição

Para análise da qualidade das previsões feitas pelo modelo, é necessário calcular a propagação dos erros paramétricos e experimentais através do mesmo e avaliar como tais erros tornam-se erros de predição. De forma análoga às incertezas paramétricas, caracterizar as incertezas de predição exige o levantamento da matriz de covariâncias de predição ( $\hat{V}_y$ ), definida a seguir (SCHWAAB e PINTO, 2007b):

$$\hat{V}_y = B^T V_\theta B. \quad (4.80)$$

Assim, os elementos da diagonal principal da matriz  $\hat{V}_y$  correspondem às variâncias de predição, as quais permitem estabelecer o intervalo de confiança de predição do modelo:

$$y_j^m - t\left(\frac{1-\alpha}{2}, GL\right) \sigma_{y_j} < y_j^m < y_j^m + t\left(\frac{1+\alpha}{2}, GL\right) \sigma_{y_j}, \quad (4.81)$$

em que  $\sigma_{y_j}$  é o desvio padrão dos valores preditos pelo modelo.

#### 4.3.7 Intervalo de confiança dos parâmetros estimados

Baseados no método da máxima verossimilhança, os intervalos (regiões) de confiança dos parâmetros estimados neste trabalho foram obtidos a partir da seguinte relação:

$$F_{obj}(\theta) \leq F_{obj}(\theta^{est}) \left( 1 + \frac{NP}{NE \cdot NY - NP} F_{NP, NE \cdot NY - NP}^{(1-\alpha)} \right). \quad (4.82)$$

Na Equação (4.82),  $F_{obj}(\theta^{est})$  designa o valor da função objetivo calculada para os parâmetros estimados,  $\theta^{est}$ , ao passo que  $F_{NP, NE \cdot NY - NP}^{(1-\alpha)}$  indica o valor da distribuição  $F$  de Fisher com  $NE \cdot NY - NP$  graus de liberdade e admitindo um nível de confiança de  $(1 - \alpha)$ .

É importante ressaltar que, segundo Schwaab e Pinto (2008), a forma da região de confiança obtida através da relação acima é exata (elíptica) somente para modelos lineares, quando os erros experimentais seguem a distribuição normal. Todavia, visto que a Equação (4.82) não exige que a região de confiança possua obrigatoriamente uma forma elíptica, aproximações muito próximas da região de confiança real podem ser obtidas com o seu uso. Em decorrência do método de enxame de partículas usado na minimização da função objetivo gerar um número grande de pontos, a construção das regiões de confiança torna-se uma tarefa bastante simples.

## CAPÍTULO V

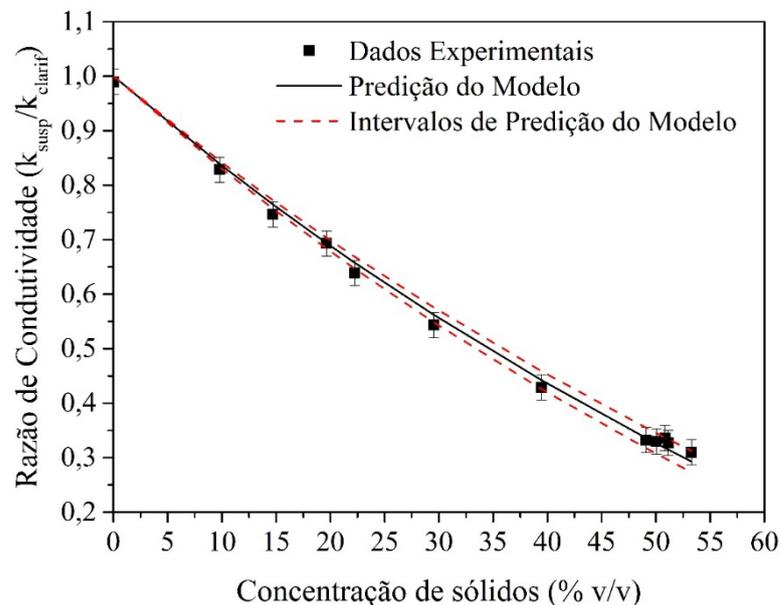
### 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

**Resumo:** Neste capítulo são apresentados e discutidos os principais resultados referentes aos ensaios experimentais, ao procedimento de estimação dos parâmetros do modelo e à simulação do processo de sedimentação em batelada. O capítulo é basicamente dividido em duas partes: (a) análise dos resultados experimentais para as suspensões aquosas de barita e (b) ajustes do modelo fenomenológico proposto aos perfis de concentração de sólidos obtidos experimentalmente, bem como análise de equações constitutivas e da qualidade dos parâmetros obtidos.

#### 5.1 Sedimentação em Batelada: Resultados Experimentais

##### 5.1.1 Curva de calibração

A Figura 5.1 apresenta os resultados experimentais de calibração para as suspensões aquosas de barita, bem como o ajuste pelo modelo de Maxwell (1881) dado pela Equação (2.54).



**Figura 5.1:** Curva de calibração para as suspensões estudadas.

É possível observar através da Figura 5.1 que a razão de condutividade,  $k$ , do clarificado é sempre o valor unitário, ao passo que o aumento da concentração de sólidos causa uma diminuição nos valores aferidos de condutividade. Esse comportamento indica que a metodologia utilizada no levantamento da curva de calibração é consistente com o fenômeno físico de sedimentação dos sólidos, uma vez que os sólidos utilizados, por serem não condutores, diminuem a capacidade do meio contínuo em conduzir corrente elétrica.

De acordo com a Seção 2.3.3, no modelo originalmente proposto por Maxwell (1881),  $\beta$  expressa uma relação entre as condutividades da fase dispersa e da fase contínua. No entanto, para fins de ajuste dos dados experimentais, neste trabalho,  $\beta$  foi considerado como um parâmetro ajustável e estimado conforme procedimento descrito na Seção 4.3. Os resultados da estimação são apresentados na Tabela 5.1, na qual pode ser verificada que os intervalos de confiança dos parâmetros são estreitos e a função objetivo encontra-se dentro dos limites dado pela distribuição  $\chi^2$ . Estes resultados indicam a precisão do parâmetro estimado e que o ajuste do modelo de calibração foi realizado de forma satisfatória.

**Tabela 5.1:** Resultados do procedimento de estimação do parâmetro  $\beta$  da curva de calibração.

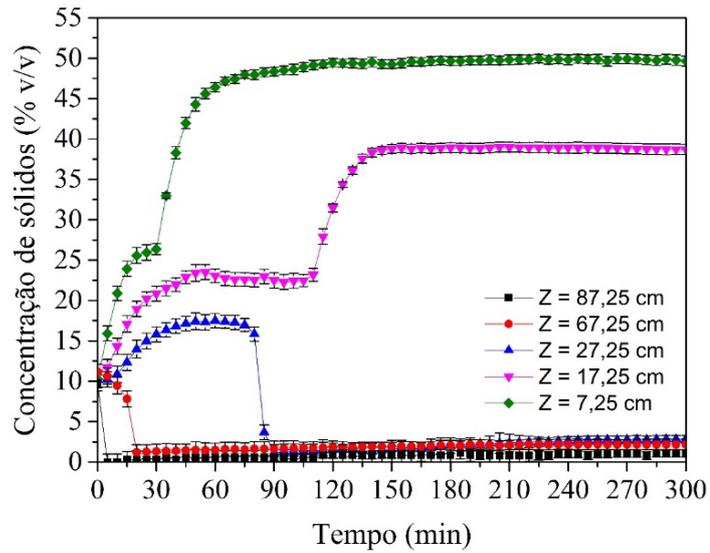
Valor estimado de $\beta$	Intervalo de Confiança do parâmetro	Função Objetivo	Limites da distribuição $\chi^2$
-0,58	(-0,59) – (-0,56)	4,15	3,82 – 21,92

### 5.1.2 Perfis dinâmicos de concentração de sólidos

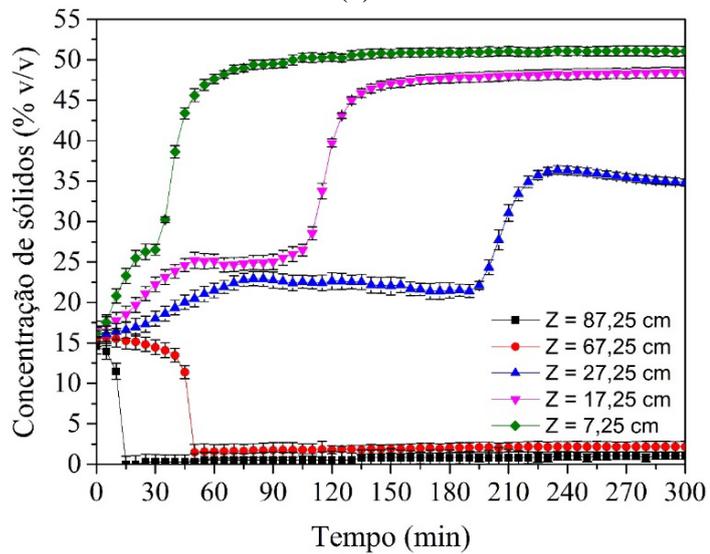
A análise quantitativa da sedimentação de suspensões aquosas de barita foi realizada por meio do monitoramento da concentração local de sólidos ao longo do tempo e da posição, utilizando-se da técnica de condutividade elétrica. Os resultados para suspensões com um teor inicial de sólidos de 10%, 15% e 20% v/v são apresentados na Figura 5.2. Vale mencionar que o símbolo “Z” que aparece nessa figura e em diversas outras deste capítulo designa a altura ao longo da coluna de sedimentação, partindo da base da mesma, onde  $Z = 0$ .

Os resultados desta seção indicam um comportamento distinto ao longo do tempo para as diferentes posições do recipiente de testes, isto é, durante os ensaios de sedimentação, três regiões específicas do fenômeno foram observadas. Para posições próximas ao topo da suspensão (87,25 e 67,25 cm), a concentração de sólidos permaneceu constante até um certo período de tempo, posteriormente atingindo valores próximos a zero. Neste trabalho, tal região foi definida como região I. Já para posições próximas à base da coluna de sedimentação (7,25 e 15,25 cm), foi verificado um acúmulo gradativo das partículas até um platô de concentração constante, seguido pela estabilização e compactação do sedimento formado. Pontos que exibiram tal comportamento foram classificados como região III. As posições intermediárias do recipiente de testes, intituladas de região II, exibiram aspectos característicos tanto da região I, quanto da região III: primeiramente verificou-se um aumento da fração volumétrica de sólidos, seguido por um período de concentração constante e posterior aparecimento de líquido clarificado (concentração próxima de zero).

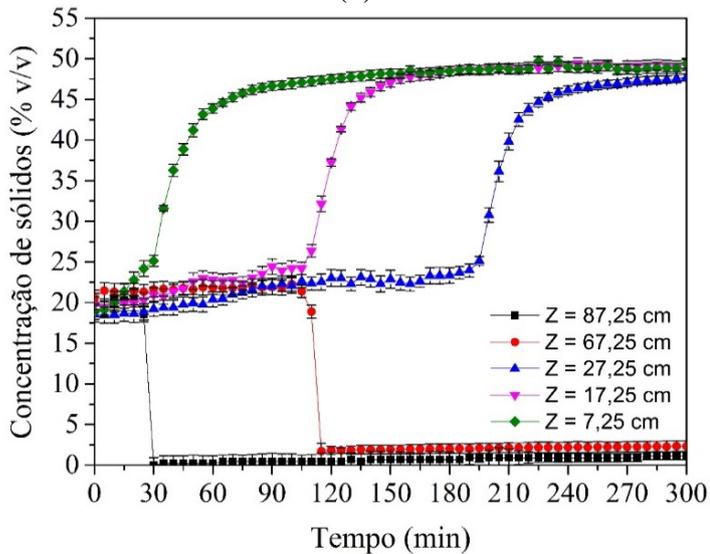
A avaliação dos perfis de concentração de sólidos ao longo das referidas regiões é apresentada nas seções a seguir.



(a)



(b)



(c)

**Figura 5.2:** Monitoramento do perfil de concentração de sólidos para uma suspensão aquosa de barita com fração inicial de sólidos de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v, (c) 20% v/v.

### 5.1.3 Monitoramento ao longo das regiões I e II

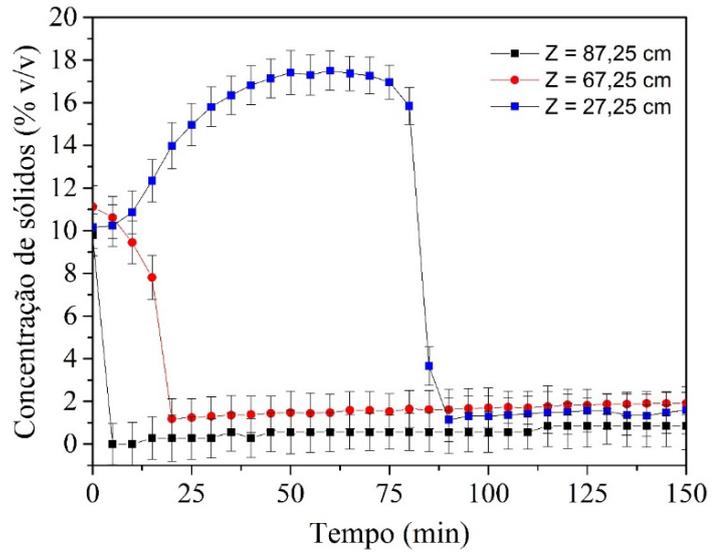
A Figura 5.3 exibe os resultados do monitoramento da concentração local de sólidos ao longo do tempo para posições correspondentes às regiões I e II na suspensão de 10% v/v, e da região I nas suspensões de 15% e 20% v/v. Os possíveis desvios observados na concentração inicial de sólidos referentes aos pontos de medição devem-se às rápidas taxas de decantação das partículas em sistemas aquosos. Dada as dimensões da coluna (rever Figura 3.6), o tempo necessário para verter toda a suspensão no recipiente de testes e dar início nas leituras de condutividade foi suficiente para se notar pequenas flutuações na concentração inicial dos sólidos.

A região I, presente na Figura 5.3, é caracterizada pelo fato da concentração de sólidos permanecer constante e igual à inicial até o momento da passagem da interface descendente (ou superior) pelo ponto de medição, instante no qual as concentrações atingem valores próximos a zero. O decréscimo quase vertical atribuído ao deslocamento da interface descendente pelo eletrodo ocorre devido à natureza reológica da fase contínua da mistura: a água apresenta baixa viscosidade, o que torna alta a taxa de sedimentação das partículas e, por conseguinte, rápida a passagem da interface superior. Decréscimos mais suaves foram observados por Moreira et al (2017) ao estudar um fluido newtoniano mais viscoso à base de glicerina. Todos os comportamentos associados à região I são observados em posições próximas ao topo da suspensão, ou seja, para as alturas de 87,25 e 67,25 cm, conforme pode ser visualizado na Figura 5.2.

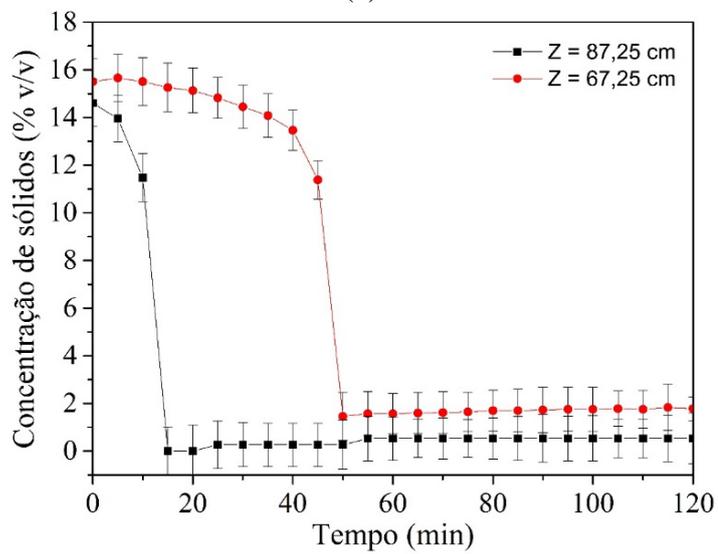
Estabelecendo uma referência às zonas de sedimentação constatadas por Coe e Clevenger (1916) e Kynch (1952), a região I envolve as zonas de sedimentação livre, na qual a concentração e a velocidade de queda dos sólidos são constantes, e de líquido clarificado, em que a concentração é igual a zero. Em ambas, os efeitos de interação entre as partículas não se desenvolvem.

No caso da suspensão de 10% v/v, para uma altura de 27,25 cm, a Figura 5.3 (a) mostra que, anterior à passagem da interface descendente, há um aumento da concentração até um valor máximo local. Comportamento semelhante foi observado por Moreira et al. (2017) ao estudar a sedimentação em meio não newtoniano (soluções de goma xantana, 0,2% m/m) e por Arouca (2007) ao avaliar a dinâmica de sedimentação de partículas em meio aquoso. Os dois autores utilizaram o carbonato de cálcio como fase dispersa: Moreira et al. (2017), numa concentração de 9% v/v e Arouca, numa concentração de 3% v/v. Moreira et al. (2017) associaram o comportamento não homogêneo da região II ao fenômeno de aglomeração das partículas e à formação de canais preferenciais de sedimentação: os sólidos, ao sedimentarem, cisalham a fase líquida, com consequente formação de “corredores de viscosidade reduzida”, originados na esteira das partículas que sedimentaram inicialmente. Então, partículas adjacentes podem sedimentar mais rápido ao longo desses canais e alcançar as partículas que originalmente cisalharam o fluido. Este mecanismo resulta na formação de aglomerados que se deslocam com uma velocidade superior à de partículas individuais.

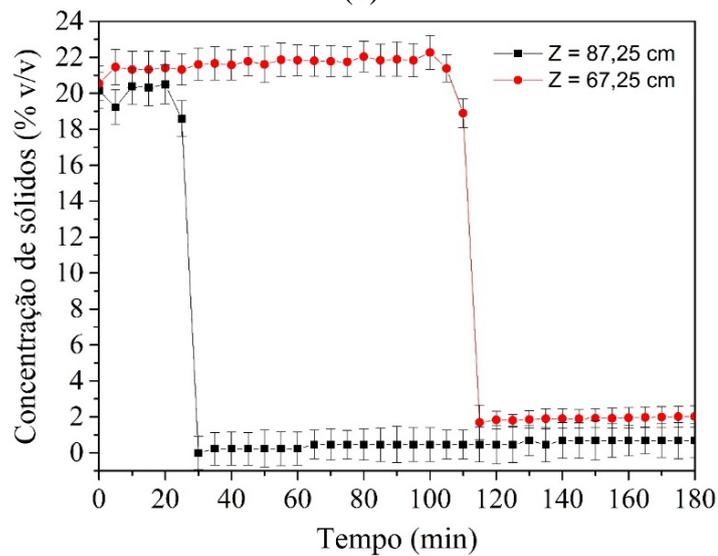
Por outro lado, Arouca (2007) não apresentou uma teoria que justificasse o comportamento da região II para as suspensões aquosas de carbonato de cálcio. É possível que, tanto para a suspensão investigada por Arouca (2007), quanto para a suspensão aquosa de barita utilizada neste trabalho, a não homogeneidade da região II esteja associada a distribuição de tamanho de partículas, com as maiores sedimentando com maior velocidade e causando um aumento da concentração, tal como os aglomerados verificados por Moreira et al. (2017). Discussões e detalhes adicionais a respeito da distribuição de tamanhos de partículas são apresentados na Seção 5.1.6.



(a)



(b)



(c)

**Figura 5.3:** Curvas típicas de concentração local de sólidos ao longo do tempo representativas das regiões I e II para as suspensões de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v e (c) 20% v/v.

Segundo Fitch (1979), processos de sedimentação podem ser fortemente afetados por fenômenos interfaciais. Forças de Van der Waals ou até mesmo dipolo-dipolo, se não forem equilibradas por repulsões eletrostáticas ou efeitos hidrodinâmicos, levam as partículas a se aderirem. Em concentrações elevadas, a tendência de adesão é significativa; a baixas concentrações, em média as partículas encontram-se distantes uma das outras e sedimentam com certa liberdade. No entanto, colisões acontecem e, caso a adesão ocorra, o resultado é a formação de flocos, cuja taxa de sedimentação torna-se maior. É verdade que o fenômeno de aglomeração de partículas também tem sido reportado na literatura como um fenômeno de sedimentação recorrente em fluidos newtonianos, em situações onde as partículas encontram-se dispersas em suspensões coloidais (SENIS e ALLAIN, 1997; SENIS, TALINI e ALLAIN, 2001) ou tendem a formar flocos (SCOTT, 1968; CHAKRAVARTI e DELL, 1969; HARRIS, SOMASUNDARAN e JENSEN, 1975; HOLDICH e BUTT, 1997). Nestes casos, a formação de canais estreitos ou fissuras conhecidas como *channelling* aceleram a taxa de sedimentação das partículas. De qualquer forma, para a confirmação de tais hipóteses, análises adicionais a respeito da natureza dos sólidos utilizados (barita ou carbonato de cálcio) precisariam ser realizadas.

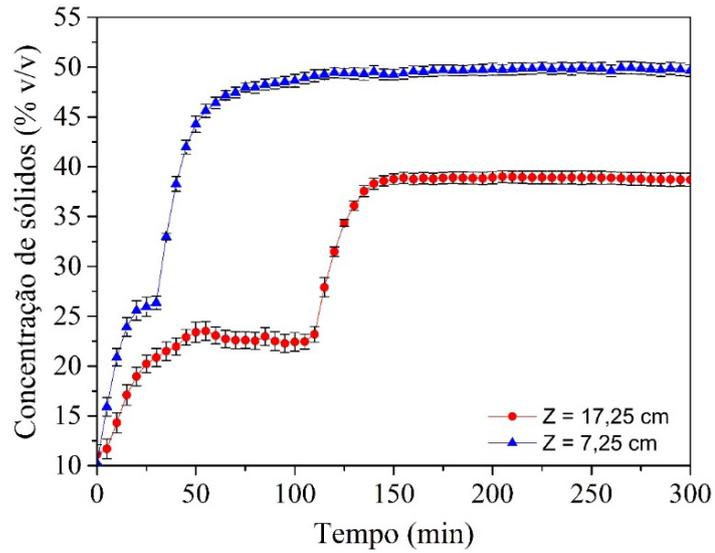
### 5.1.4 Monitoramento da região III

Os resultados do monitoramento dos perfis de concentração de sólidos como função da posição e do tempo ao longo da região III são apresentados na Figura 5.4 para cada uma das suspensões investigadas.

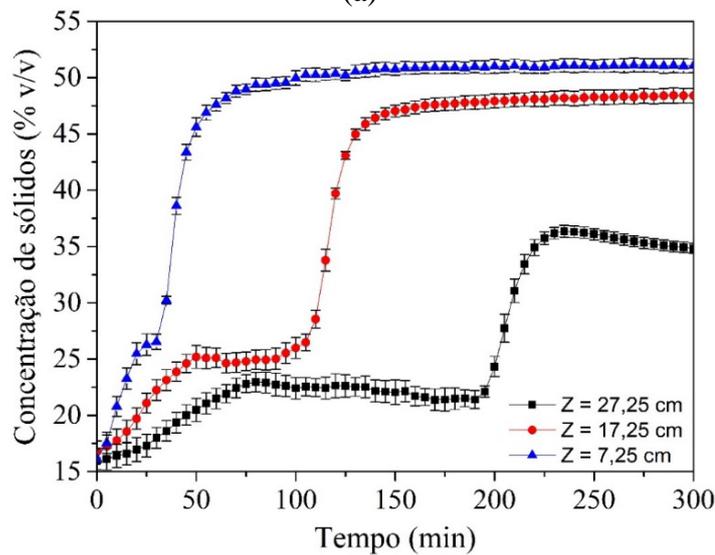
A Figura 5.4 ilustra um acúmulo gradativo das partículas até alcançarem um platô de concentração constante. É interessante observar que, independente do teor inicial de sólidos da suspensão, este comportamento ocorre sempre em uma faixa de concentrações que variam entre 22,5% e 26% v/v, a depender da posição avaliada. Nota-se, ainda, que a duração desse platô é tão maior quanto mais distante encontra-se da base do recipiente de testes.

A presença de uma região de concentrações constantes dentro da própria região III sugere a formação de um leito de partículas com uma estrutura metaestável, capaz de momentaneamente suportar o peso das camadas superiores. Entretanto, conforme o tempo de sedimentação avança, as camadas mais próximas à base da coluna (não exibidas nas figuras) sofrem um aumento de concentração até valores máximos locais. A posição das interfaces dessas camadas encontra-se, agora, mais alta no recipiente de testes. Este mecanismo descreve o deslocamento ascendente de interfaces inferiores. No instante em que essas interfaces atingem os pontos de medição, os platôs de concentração constante dão lugar a inflexões nas curvas de monitoramento.

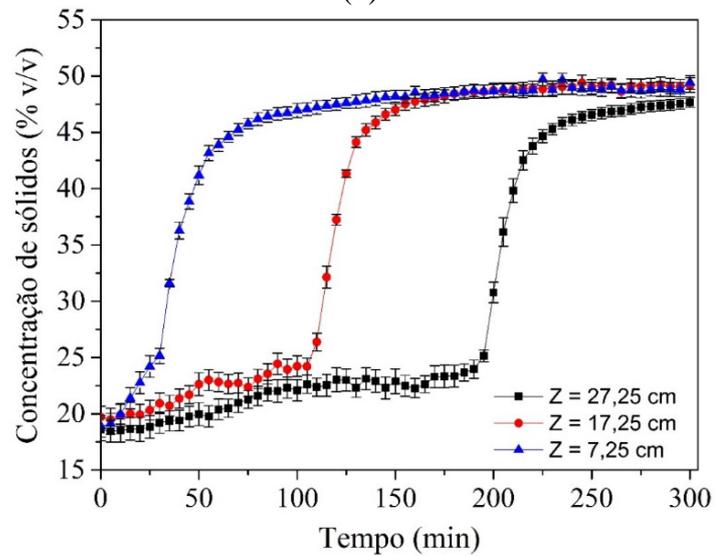
As Figuras 5.4. (a) e (b) sugerem uma estratificação do leito de partículas formado em camadas de diferentes concentrações máximas locais, o que sustenta a hipótese da existência e deslocamento de diferentes interfaces. De fato, Davies (1968) e Davies e Kaye (1971/1972) desenvolveram um estudo mostrando o efeito da distribuição do tamanho de partícula e da concentração na formação de fronteiras ou interfaces múltiplas em meio parafínico. Os autores constataram que ao misturar esferas de vidro de dois tamanhos diferentes, a suspensão sedimentava com a formação de duas interfaces bem definidas. Ao utilizar três tamanhos de partículas, três interfaces distintas eram observadas. No entanto, dependendo da diferença entre os diâmetros médios das partículas, ao atingir uma concentração limite durante o processo de sedimentação, a estratificação em camadas com interfaces bem definidas passava a não existir. Tal observação fornece a base para o entendimento do porquê a uma concentração inicial de barita de 20% v/v (Figura 5.4 (c)) nota-se a passagem de apenas uma interface ascendente na região III, com a formação de um sedimento com concentração máxima de aproximadamente 50% v/v nas posições em que se observou a deposição de sedimento.



(a)



(b)



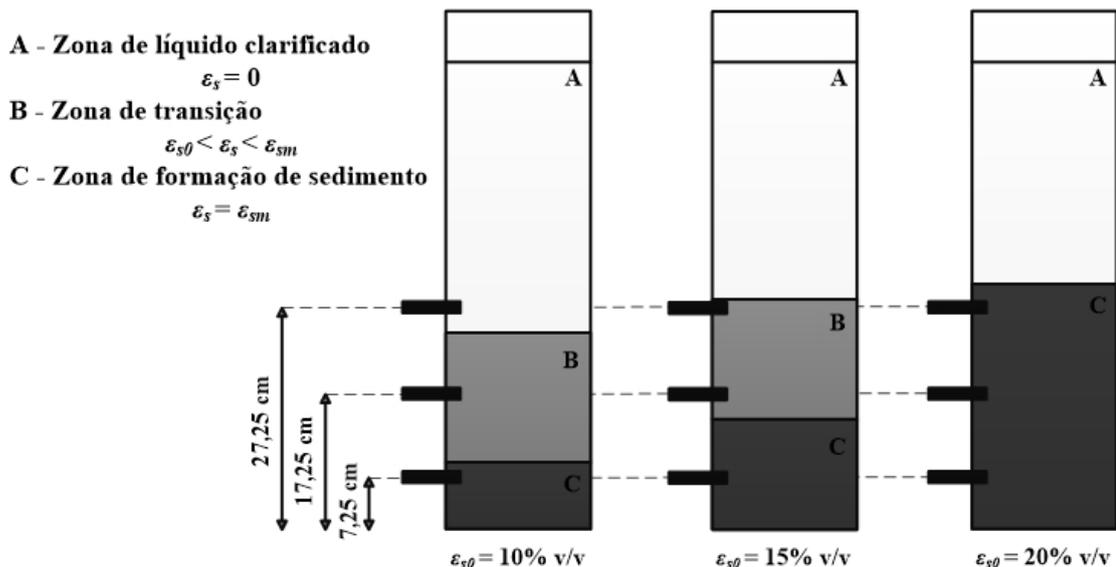
(c)

**Figura 5.4:** Curvas típicas de concentração local de sólidos ao longo do tempo representativas da região III para as suspensões de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v e (c) 20% v/v

Após a passagem das interfaces ascendentes, verificam-se apenas pequenos incrementos na concentração de sólidos. Isso se deve à formação de um sedimento praticamente consolidado, capaz de transmitir suporte mecânico para as camadas superiores. A fim de se compactar ainda mais o sedimento, uma tensão extra sobre os sólidos deve ser exercida. A evolução do tempo de sedimentação e o próprio peso acumulado de camadas em posições mais elevadas na coluna podem fornecê-la. Neste cenário, o sedimento encontra-se sobre compressão e líquido é expelido até a zona de clarificado através dos poros ou canais existentes na matriz porosa formada, resultando em pequenos aumentos de concentração.

Diante do exposto, é importante enfatizar que, independente da concentração inicial de sólidos na suspensão, a cota de 7,25 cm encontra-se na zona de formação de sedimento (referência estabelecida com as regiões de sedimentação segundo a teoria de Kynch (1952)). Para as demais posições da suspensão de 15% v/v (Figura 5.4 (b)), assim como para a altura de 17,25 cm da suspensão de 10% v/v (Figura 5.4 (a)), a estratificação em camadas de concentrações variáveis ocorre ao longo da zona de transição, na qual a fração volumétrica de sólidos varia entre a inicial ( $\epsilon_{s0}$ ) e a máxima local. Já as cotas de 17,25 cm e 27,25 cm da suspensão de 20% v/v fazem parte da zona de formação de sedimento, em que a concentração máxima global ( $\epsilon_{sm}$ ) é atingida (Figura 5.4 (c)). A Representação ilustrativa de como as zonas de sedimentação de Kynch (1952) se estabelecem ao longo da região III no tempo final do teste de monitoramento do perfil de concentrações é apresentada na Figura 5.5. Portanto, torna-se claro que, a partir dos perfis dinâmicos de concentração de sólidos é possível inferir a altura do sedimento formado, que aumenta conforme o teor inicial de barita se eleva, simplesmente pelo fato de ser maior a quantidade de material particulado disponível no sistema.

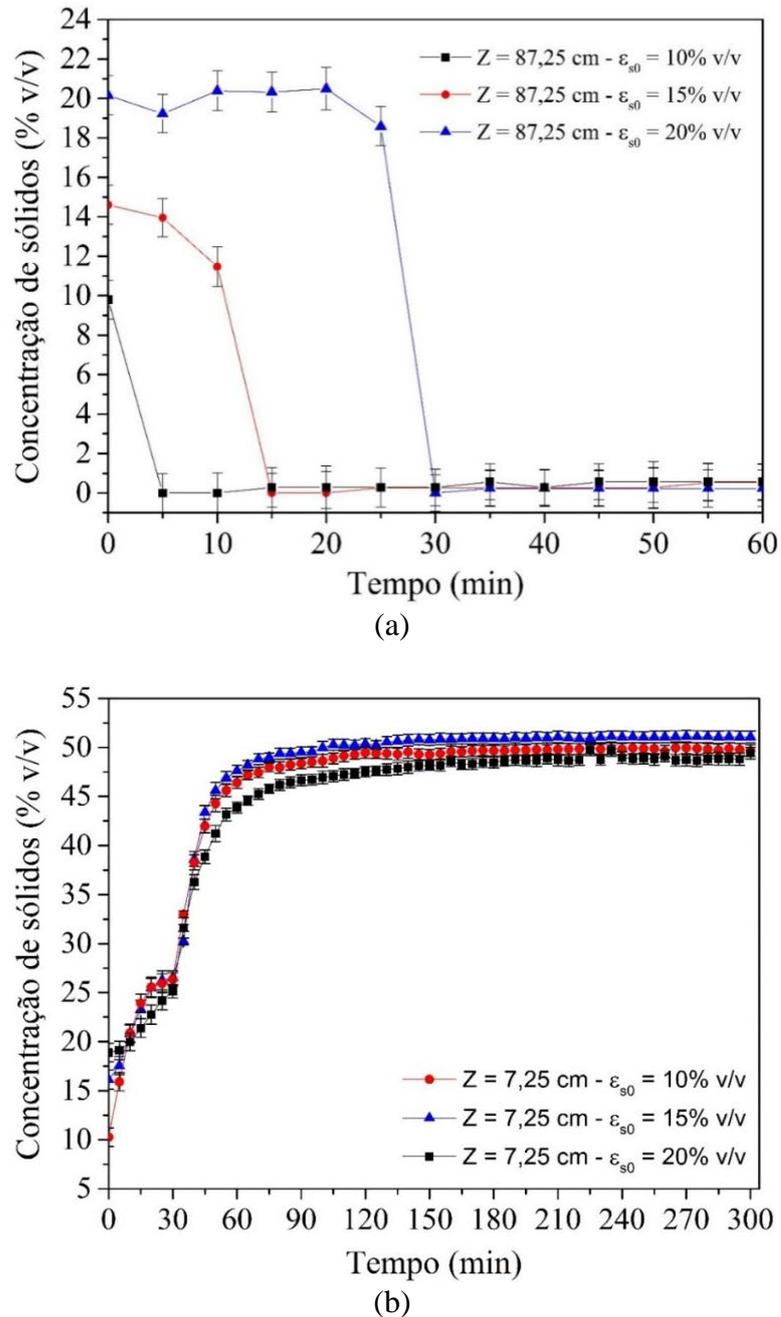
Realizada a análise do comportamento característico da região III, atenta-se para um aspecto interessante observado na Figura 5.4 (b). Diferentemente das outras posições, nas quais a concentração de sólidos tendeu à estabilização no tempo final, na altura referente a 27,25 cm houve um decréscimo da concentração, após esta atingir um valor de máximo local. Isso se deve à localização da interface descendente, próxima ao sensor de medição. Caso o tempo do ensaio experimental fosse suficientemente prolongado, é possível que a altura de 27,25 cm se tornasse uma região de líquido clarificado.



**Figura 5.5:** Representação ilustrativa de como as zonas de sedimentação de Kynch (1952) se estabelecem ao longo da região III no tempo final do teste de monitoramento do perfil de concentrações.

### 5.1.5 Influência da concentração inicial na taxa de sedimentação dos sólidos

Neste trabalho, os testes de sedimentação em batelada foram realizados com suspensões apresentando um teor inicial de sólidos de 10%, 15% e 20% v/v, com o objetivo de se avaliar o efeito da concentração inicial nas taxas de sedimentação das partículas. As Figura 5.6 (a) e (b) apresentam, respectivamente, os resultados para as posições  $Z = 87,25$  cm (região I) e  $Z = 7,25$  cm (região III).



**Figura 5.6:** Influência da concentração inicial de sólidos na dinâmica de sedimentação de suspensões aquosas de barita. (a) Região I e (b) Região III.

Na Figura 5.6 (a) o período de concentração constante (região de sedimentação livre) aumentou com o aumento do teor inicial de sólidos da suspensão, deslocando a interface para a direita, isto é, retardando sua passagem pelo ponto de medição. Esse comportamento está diretamente associado ao decréscimo da velocidade de sedimentação das partículas. No caso

das suspensões de 10% e 15% v/v a velocidade de queda dos sólidos foi bastante significativa, de modo que já nos primeiros minutos do teste, a zona de concentração constante tornou-se inexistente.

Por outro lado, na Figura 5.6 (b), é possível observar uma diminuição na taxa de acúmulo das partículas à medida em que a concentração inicial de barita na suspensão aumenta. Por exemplo, para um período de 30 minutos, a variação de concentração foi de 16% para a suspensão com o menor teor inicial de sólidos, de 10% para a suspensão com uma concentração intermediária, e de 7% para a suspensão mais concentrada. Da mesma forma que para a região I, tais observações devem-se ao decréscimo da velocidade de sedimentação sólidos.

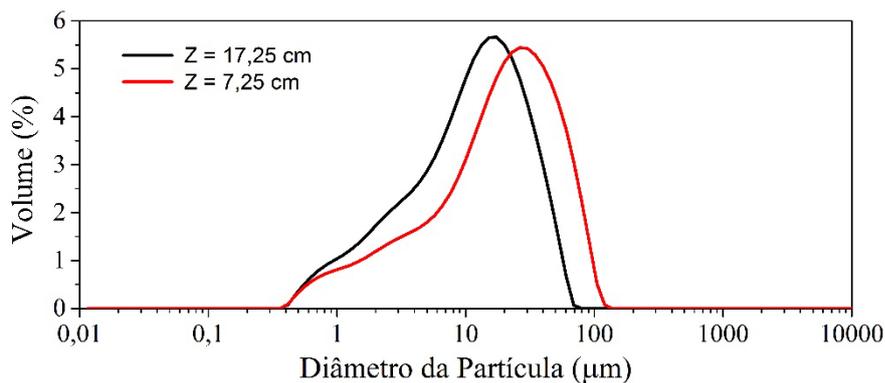
Em fluidos newtonianos, a diminuição da taxa com a qual as partículas sedimentam ocorre como o resultado de efeitos de impedimento ou população: o aumento da fração volumétrica de sólidos aumenta a probabilidade de colisões entre as partículas, além de intensificar o escoamento ascendente do líquido. Torna-se claro, então, que esses dois mecanismos desaceleram a velocidade de deposição dos sólidos.

### 5.1.6 Análise da distribuição de tamanhos de partículas

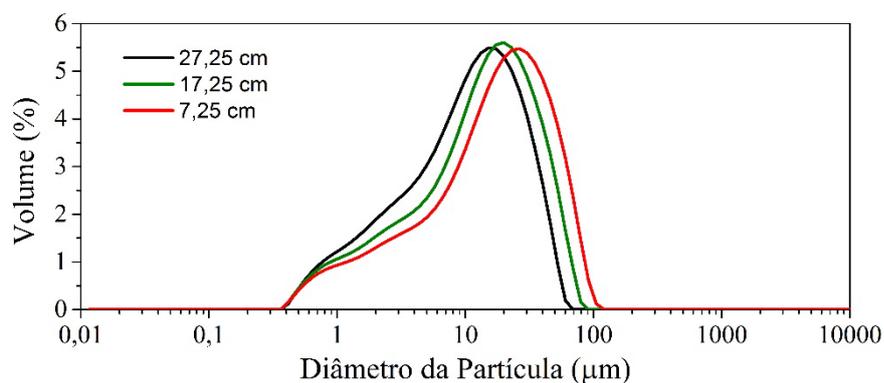
Os resultados e discussões apresentados nas seções anteriores deste capítulo mostram que a sedimentação em batelada é um processo de separação bem mais complexo do que aparenta ser em um primeiro momento. São inúmeras as variáveis que dificultam sua descrição física. Com o intuito de obter informações adicionais que pudessem tornar mais clara a descrição do fenômeno, foi realizada uma análise da distribuição de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado, no tempo final do teste de sedimentação. Para verificar a reprodutibilidade dos experimentos e garantir a eficiência da técnica de difração a laser ao obter as distribuições dos tamanhos de partículas (Seção 3.1.2), todos os testes foram realizados em triplicata. Dessa forma, qualquer interpretação física da sedimentação baseada em tais distribuições não é passível de equívocos oriundos de possíveis inexatidões ou erros experimentais associados a técnicas de espalhamento de luz. A média dos resultados experimentais é exibida na Tabela 5.2 e na Figura 5.7, enquanto os resultados de cada réplica são apresentados no Apêndice A.

**Tabela 5.2:** Diâmetros característicos obtidos ao longo do sedimento formado para as suspensões de 10%, 15% e 20% v/v.

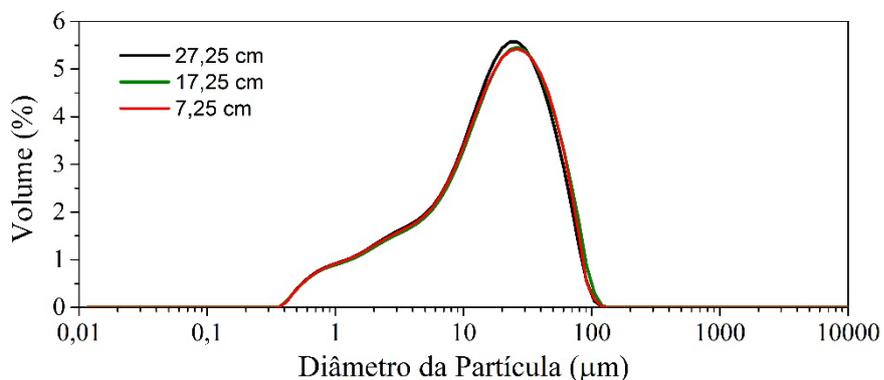
$\varepsilon_{s0}$ (% v/v)	Z (cm)	Diâmetro Característico ( $\mu\text{m}$ )			
		d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)	d[3,2]
10	17,25	1,860	11,255	31,699	4,713
	7,25	2,331	18,375	54,189	5,915
	27,25	1,531	9,888	29,230	4,051
15	17,25	1,713	12,889	37,753	4,592
	7,25	1,950	16,318	48,349	5,202
	27,25	2,041	16,111	46,768	5,340
20	17,25	2,109	16,915	50,270	5,480
	7,25	2,062	16,459	48,762	5,407



(a)



(b)



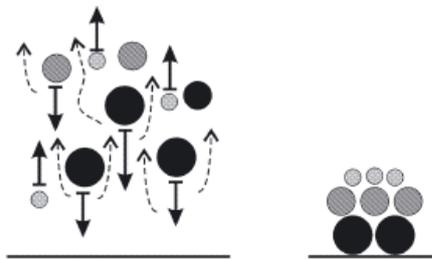
(c)

**Figura 5.7:** Distribuição de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado para as suspensões com concentração inicial de: (a) 10% v/v, (b) 15% v/v e (c) 20% v/v.

No processo de sedimentação em campo gravitacional, a separação dos constituintes sólido e líquido de uma mistura está diretamente relacionada à diferença de densidade entre os mesmos. Inicialmente, quanto maior essa diferença, mais rapidamente as fases dispersa e contínua se separam.

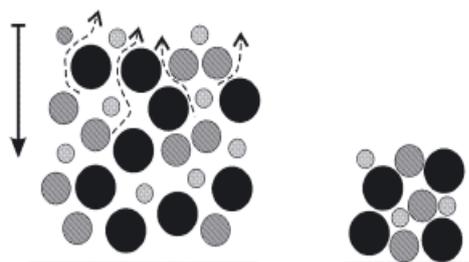
A queda de uma partícula sólida em um processo de sedimentação unidimensional e não reacional, causa o deslocamento para cima de um volume de fluido equivalente ao volume da partícula, promovendo naturalmente a separação. O mesmo ocorre para sistemas diluídos formados por partículas de mesmo tamanho e densidade: neste cenário, os sólidos sedimentam livremente, uma vez que a interação sólido-sólido é desprezível, e o volume de líquido total separado é equivalente ao volume de todas as partículas em decantação.

Estendendo-se a análise para suspensões polidispersas, isto é, que apresentam uma distribuição de tamanhos de partículas, como é o caso das suspensões estudadas neste trabalho, as partículas maiores tendem a sedimentar com maior velocidade devido à ação da força gravitacional. Desse modo, o volume de líquido que ocupará o lugar das partículas com maior energia cinética (partículas com maior massa) também se desloca com maior velocidade ascensional. Naturalmente, o fluido em ascensão atua num balanço de forças com os sólidos de menor diâmetro na distribuição, que por sua vez, estão sujeitos ao arraste ou, então, ao equilíbrio entre as forças de empuxo, de arraste e gravitacional. Se a velocidade ascendente da fase líquida for maior que a velocidade de queda das partículas, estas são carreadas juntamente com a corrente de líquido ascendente durante o processo de sedimentação. Como resultado desses efeitos hidrodinâmicos, o que se observa é uma segregação das partículas em camadas com diferentes diâmetros, as maiores e com maior massa sedimentando mais rapidamente do que as partículas menores e mais leves e, portanto, se acomodando primeiro na base da coluna (Figura 5.8). Esse foi exatamente o comportamento constatado para as suspensões com concentrações iniciais de 10% e 15% v/v, conforme pode ser verificado nas Figura 5.7 (a) e (b).



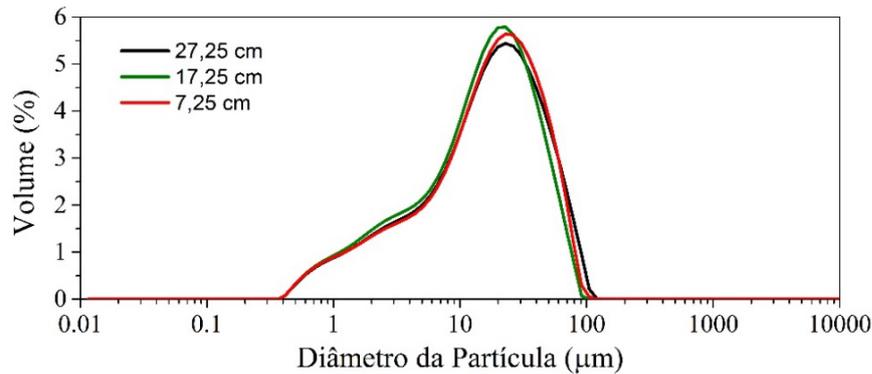
**Figura 5.8:** Representação esquemática da segregação das partículas em suspensões com concentrações iniciais de sólidos intermediárias (AMY et al., 2006).

Por outro lado, a Figura 5.7 (c), mostra que para a suspensão de 20% v/v não houve uma segregação das partículas ao longo do sedimento formado no tempo final do experimento. Assim, é de se esperar que os mecanismos de separação sejam dependentes do teor inicial de sólidos de uma suspensão. Em concentrações elevadas, efeitos de população se tornam importantes e mesmo que a tendência natural seja que as partículas maiores e com maior massa sedimentem primeiro, elas se deparam e colidem com partículas logo abaixo. Além disso, de acordo com observações feitas por Davies (1968) e Davies e Kaye (1971/1972), quando a concentração aumenta a tal ponto em que o livre percurso médio entre as maiores partículas da distribuição é menor do que o diâmetro das partículas menores, a segregação é suprimida. Quando isso acontece, foi postulado pelos autores que as maiores partículas da matriz porosa mecanicamente aprisionam as menores dentro de sua estrutura. O efeito global desses mecanismos é que os sólidos sedimentam ‘*en masse*’, em uma espécie de fluxo pistonado, sem a classificação das partículas por seus tamanhos (Figura 5.9).



**Figura 5.9:** Representação esquemática da não-segregação das partículas em suspensões concentradas (AMY et al., 2006).

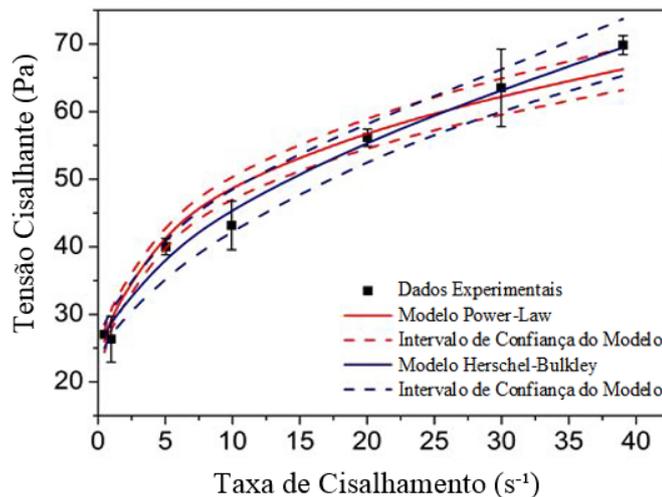
Finalmente, a fim de se confirmar a teoria de que, dada uma certa concentração inicial, o fenômeno da segregação dos sólidos por seus diâmetros é inibido, foi feita uma análise do tamanho de partículas para as posições da região III em um tempo de sedimentação de 125 minutos. A Figura 5.10 mostra que as curvas de distribuição de tamanhos de partículas para a suspensão de 20% v/v se sobrepõem. Tal resultado ratifica a hipótese de que o material particulado sedimenta *en masse*, sem a classificação dos sólidos por seus diâmetros independente do tempo de sedimentação.



**Figura 5.10:** Distribuição de tamanhos de partículas ao longo da região III para um tempo de sedimentação de 125 minutos.

## 5.2 Parâmetros Reológicos do Fluido de Perfuração (Br-Mul)

A Figura 5.11 apresenta os resultados do ajuste do comportamento reológico não newtoniano do fluido de perfuração Br-Mul pelos modelos power-law (Ostwald-de-Waele) (rever Seção 4.1.2.1) e Herschel-Bulkley<sup>4</sup>. Os parâmetros ótimos, estimados segundo procedimento descrito na Seção 4.3, encontram-se disponíveis na Tabela 5.3.



**Figura 5.11:** Ajuste do comportamento reológico do Br-Mul pelos modelos da potência e de Herschel-Bulkley.

<sup>4</sup> Para o leitor não familiarizado com modelos reológicos, o modelo de Herschel-Bulkley é uma extensão do modelo de Ostwald-de-Waele, ao qual se adiciona um novo parâmetro,  $\tau_0$ , denominado de tensão limite de escoamento. A Equação que define o modelo de Herschel-Bulkley é (MACHADO, 2002):

$$\tau(\lambda^*) = \tau_0 + M(\lambda^*)^{n-1}\lambda^* \quad \text{para} \quad \tau > \tau_0$$

$$\lambda^* = 0 \quad \text{para} \quad \tau \leq \tau_0$$

em que  $\tau$  é a tensão cisalhante,  $\lambda^*$  é a taxa de cisalhamento e  $M$  e  $n$  são, respectivamente, os índices de consistência e de comportamento do fluido.

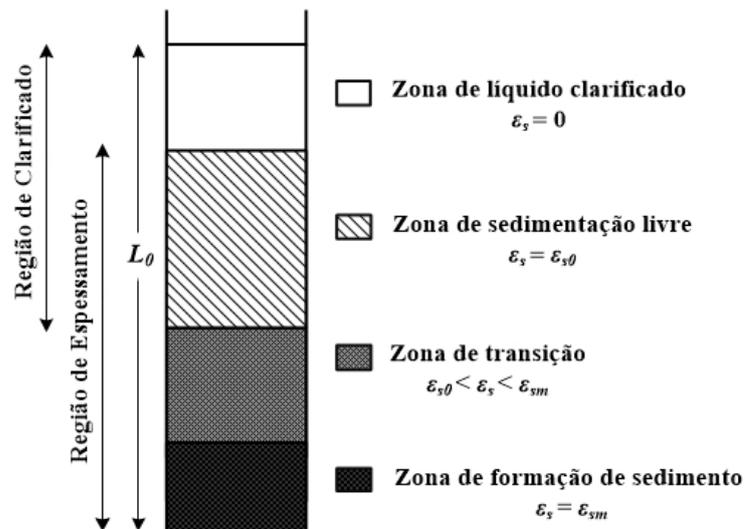
Conforme pode ser constatado da Figura 5.11, ambos os modelos apresentaram predições similares, dada a intercepção de seus intervalos de confiança, embora o valor da função objetivo para power-law tenha ficado fora do limite superior da distribuição  $\chi^2$ . Além disso, os resultados apresentados na Tabela 5.3. mostram que os parâmetros estimados de ambos os modelos apresentam significância estatística, dados os intervalos de confiança obtidos para os parâmetros.

**Tabela 5.3:** Resultados do procedimento de estimação de parâmetros para os modelos reológicos investigados.

	Modelo Power-Law		Modelo Herschel-Bulkley	
	Valor	Limites da distribuição $\chi^2$	Valor	Limites da distribuição $\chi^2$
$F_{obj}$	16,96	0,83-12,83	3,11	0,48-11,14
Parâmetros	Valor	Desvio Padrão	Valor	Desvio Padrão
$\tau_0$ (Pa)	-	-	20,88	2,36
$M$ (Pa.s <sup>n</sup> )	30,13	0,58	8,21	2,47
$n$	0,21	0,07	0,48	0,07

### 5.3 Simulação Numérica da Sedimentação de Sólidos Adensantes Presentes no Br-Mul

O modelo desenvolvido para prever a dinâmica de sedimentação de sólidos adensantes em fluidos de perfuração é constituído das equações da continuidade (Equação (4.54)) e do movimento para a fase sólida (Equação (4.55)). O modelo proposto é capaz de simular o comportamento das quatro regiões de sedimentação descritas pela teoria de Kynch (1952). No entanto, a abordagem adotada nas simulações deste trabalho envolveu acoplar as zonas de sedimentação livre, transição e formação de sedimento em uma única região denominada de região de espessamento, ilustradas na Figura 5.12.



**Figura 5.12:** Regiões de sedimentação adotadas nas simulações deste trabalho e suas relações com as zonas de sedimentação de Kynch (1952).

A região de espessamento é definida como a zona de sedimentação na qual a fração volumétrica de sólidos é igual ou superior à concentração inicial do material particulado da

suspensão. Nesta região as interações sólido-sólido são importantes e tornam-se mais significativas conforme a concentração local de sólidos aumenta. Consequentemente, ocorre um aumento na contribuição do gradiente de pressão nos sólidos que aparece na equação da velocidade de sedimentação da fase sólida.

Por outro lado, para posições próximas ao topo da suspensão, tornou-se conveniente definir uma região denominada de região de clarificado, que envolve as zonas de sedimentação livre e de líquido isento de partículas (Figura 5.12).

Embora os mecanismos de separação que governam as quatro regiões da teoria de Kynch (1952) sejam distintos, e, portanto, algumas hipóteses constitutivas específicas se façam necessárias, as correlações propostas tanto para a pressão nos sólidos (Equação (4.33)), quanto para a permeabilidade do meio (Equação (4.37)) se aplicam a cada uma delas. As particularidades são, por conseguinte, levadas em conta no conjunto de parâmetros estimados, diferente entre as regiões de espessamento e clarificado. Assim, a avaliação do desempenho das equações constitutivas foi realizada através da análise dos intervalos de confiança dos parâmetros, dos ajustes do modelo e das correlações paramétricas. Em especial, os resultados obtidos neste trabalho indicam que adequados intervalos de confiança dos parâmetros foram possíveis com a modificação e reparametrização da equação exponencial de Tiller e Leu (1980) para a pressão nos sólidos.

A análise de convergência da técnica numérica empregada na simulação dos perfis dinâmicos de concentração nos sólidos é apresentada na Seção 5.3.3

### 5.3.1 Região de espessamento ( $\varepsilon_s \geq \varepsilon_{s0}$ )

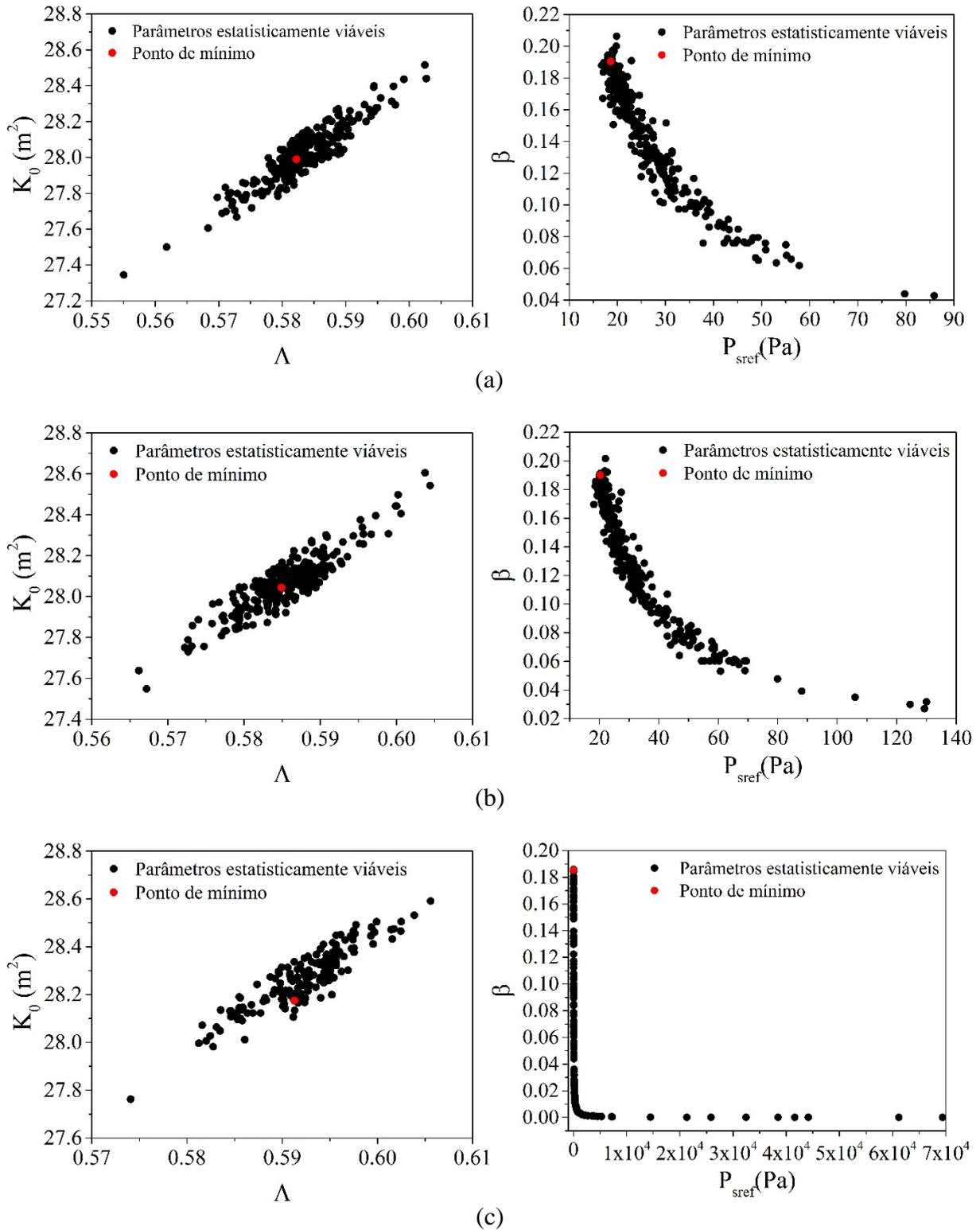
Ao reparametrizar a equação exponencial modificada de Tiller e Leu (1980), surge uma concentração de referência ( $\varepsilon_{sref}$ ), a qual deve ser especificada. Por inspeção, três valores para  $\varepsilon_{sref}$  foram previamente selecionados dentro da faixa de concentrações possíveis ao longo da região de espessamento: 14,5%, 16% e 17% v/v. Em seguida, o procedimento de estimação de parâmetros descrito na Seção 4.3 foi realizado e os resultados são exibidos na Tabela 5.4 e na Figura 5.13<sup>5</sup>.

**Tabela 5.4:** Resultados do procedimento de estimação de parâmetros para a região de espessamento.

Parâmetro	$\varepsilon_{sref} = 14,5\% v/v$		$\varepsilon_{sref} = 16\% v/v$		$\varepsilon_{sref} = 17\% v/v$	
	Valor	Intervalo de Confiança*	Valor	Intervalo de Confiança*	Valor	Intervalo de Confiança*
$K_0(m^2)$	27,99	27,34-28,52	28,04	27,55-28,60	28,17	27,76-28,59
$\Lambda$	0,58	0,56-0,60	0,58	0,57-0,60	0,59	0,57-0,61
$p_{sref}(Pa)$	18,62	16,74-85,89	20,31	18,15-130,02	21,15	24,40-6,51x10 <sup>7</sup>
$\beta$	0,19	0,04-0,21	0,19	0,03-0,20	0,18	4,43x10 <sup>-8</sup> -0,19

\*Baseado nos valores obtidos para a região de confiança (Equação (4.82)).

<sup>5</sup> Na Figura 5.13 (c), o intervalo de confiança do parâmetro  $p_{sref}$  foi restringido a  $7 \times 10^4$  Pa, uma vez que o número de partículas acima desse valor é bastante reduzido. Ademais, plotar o gráfico até o limite superior de  $6,51 \times 10^7$  Pa dificultaria a visualização do intervalo de confiança.



**Figura 5.13:** Regiões de confiança dos parâmetros baseados na Equação 4.82.

(a)  $\varepsilon_{sref} = 14,5\% v/v$ , (b)  $\varepsilon_{sref} = 16\% v/v$  e (c)  $\varepsilon_{sref} = 17\% v/v$

A análise conjunta da Tabela 5.4 e da Figura 5.13 permite constatar que os intervalos de confiança dos parâmetros da equação constitutiva para a permeabilidade são estreitos e consistentes para todas as concentrações de referência investigadas. O mesmo não se verifica para os parâmetros  $p_{sref}$  e  $\beta$ , em que intervalos de confiança consistentes só foram possíveis

para valores de  $\varepsilon_{sref}$  iguais a 14,5% e 16% v/v. O fato dos intervalos de confiança serem estreitos e consistentes nas situações mencionadas indica que os parâmetros foram estimados com precisão e, portanto, são estatisticamente significativos.

Outro aspecto importante observado na Figura 5.13 refere-se à forma das regiões de confiança. Para modelos não lineares nos parâmetros, mesmo quando os erros experimentais são normalmente distribuídos, as incertezas paramétricas não necessariamente seguem a distribuição normal. Sendo assim, a hipótese de uma forma elíptica pode fornecer uma aproximação inadequada da região de confiança, exatamente como ocorre para  $p_{sref}$  e  $\beta$ .

Ainda sobre os parâmetros da equação constitutiva de pressão nos sólidos, nota-se na Figura 5.13 (c), que o intervalo de confiança para uma concentração de referência de 17% v/v pode ser considerado irrestrito em relação a  $p_{sref}$  e igual a zero para o limite inferior de  $\beta$ . Tais características sugerem ausência de significância estatística que, por sua vez, reduzem a confiabilidade do procedimento de estimação. Logo, em decorrência desse comportamento, a necessidade de se empregar uma concentração de referência apropriada é fortemente recomendada, posto que a escolha inadequada da variável de referência conduz a conclusões equivocadas sobre a precisão, significância e necessidade do uso dos parâmetros no modelo proposto. A Tabela 5.5, em que os resultados da função objetivo e do coeficiente de correlação paramétrica ( $\bar{\rho}$ ) entre  $A$  e  $\beta$  (rever Seção 4.3) são encontrados, corrobora esta observação.

**Tabela 5.5:** Resultados da função objetivo e da correlação paramétrica entre os parâmetros da equação da pressão nos sólidos.

	$\varepsilon_{sref}$ (% v/v)		
	14,5	16	17
$F_{obj}$	346,67	346,69	348,21
$\bar{\rho}$	-0,27	0,77	0,90
$322,31 \leq \chi^2 \leq 429,47$			

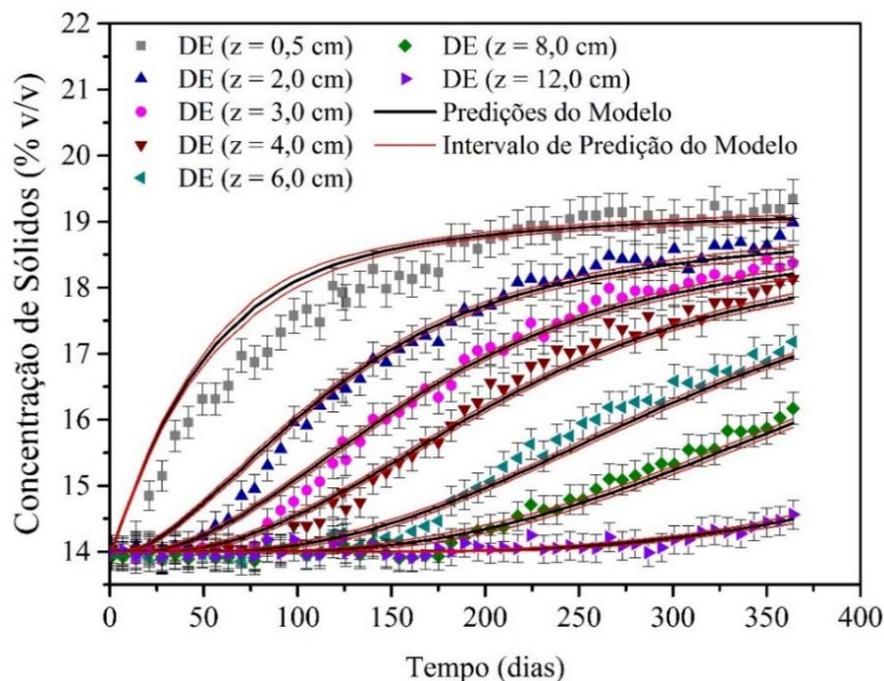
De fato, segundo Schwaab e Pinto (2007a), a escolha correta da variável de referência em equações do tipo Arrhenius reparametrizada permite a obtenção de parâmetros não correlacionados. Assim sendo, uma melhoria concomitante na acurácia do procedimento de estimação também é obtida e mais clara torna-se a identificação dos diferentes efeitos no modelo quando da variação isolada de cada um dos parâmetros.

Nota-se na Tabela 5.5 que o coeficiente de correlação paramétrica assume o valor de 0,27 (em módulo) para uma concentração de referência próxima ao teor inicial de sólidos no fluido Br-Mul e cresce continuamente à medida em que  $\varepsilon_{sref}$  aumenta. A uma concentração de referência de 17% v/v, a correlação entre os parâmetros é elevada, o que justifica a razão pela qual  $p_{sref}$  atinge valores excessivos quando  $\beta$  aproxima-se de zero, ou vice-versa (Figura 5.13 (c)). Ademais, conforme discutido por Schwaab e Pinto (2007b), no momento em que a correlação paramétrica é igual ou supera em módulo o valor de 0,9, é conveniente que se reflita sobre a verdadeira necessidade de introduzir esses parâmetros no modelo, uma vez que pequenas mudanças no valor de um dos parâmetros podem ser compensadas com variações em um segundo parâmetro a ele relacionado. Contudo, simulações prévias demonstraram a necessidade de se empregar os quatro parâmetros na representação matemática da sedimentação a fim de se obter um bom ajuste dos resultados experimentais. Além disso, o uso de uma concentração de referência de 14,5% v/v mostra que, neste caso, tanto  $p_{sref}$ , quanto  $\beta$  são estatisticamente significativos. Todas essas constatações reforçam a necessidade da escolha adequada da variável  $\varepsilon_{sref}$ .

Baseado na tendência de aumento de  $\bar{\rho}$  com o aumento da concentração de referência, possivelmente o valor ótimo de  $\varepsilon_{sref}$  encontra-se entre 14,5% e 16% v/v, correspondendo a uma correlação paramétrica nula. Schwaab e Pinto (2007a) verificaram um comportamento similar a respeito da variável de referência usando a equação reparametrizada de Arrhenius em estudos envolvendo a cinética de reações químicas.

Como esperado, o processo de reparametrização não afetou o desempenho do modelo, sendo tal afirmação sustentada pelo fato dos valores da função objetivo não terem variado significativamente com o uso das diferentes concentrações de referência. De fato, a Tabela 5.5 mostra que para todos os valores de  $\varepsilon_{sref}$ , o mínimo computado pela função objetivo encontra-se dentro do intervalo definido pela distribuição qui-quadrado. Esse resultado demonstra que as previsões do modelo obtidas com o conjunto de parâmetros estimados ajustaram-se satisfatoriamente aos resultados experimentais, conforme pode ser visualizado na Figura 5.14 para uma concentração de referência de 14,5% v/v.

A Figura 5.14 apresenta os perfis de concentração local de sólidos ao longo da região de espessamento para diferentes posições axiais do recipiente de testes. A dinâmica que se configura no processo de sedimentação dos agentes adensantes do Br-mul aponta para um acúmulo de sólidos ao longo do tempo, porém a baixas taxas de sedimentação. A deposição lenta das partículas está associada à natureza reológica do fluido (elevadas viscosidades aparentes) e justifica porque a fração máxima volumétrica de sólidos atingiu apenas 19% v/v na altura de 0,5 cm (posição mais próxima da base da coluna). Conforme descrito anteriormente, a região de espessamento foi definida como a zona de sedimentação na qual a concentração de sólidos é igual ou superior à concentração inicial de sólidos na suspensão, envolvendo, portanto, as zonas de sedimentação livre, transição e formação de sedimento. Essas três zonas de sedimentação podem ser visualizadas na Figura 5.14. A primeira é observada durante aproximadamente 300 dias para a posição de monitoramento de 12 cm, enquanto a última só é percebida para uma altura de 0,5 cm após 250 dias de sedimentação. No que se refere à zona de concentrações variáveis (transição), esta é notada para as posições entre 2 e 8 cm no tempo correspondente a 365 dias.

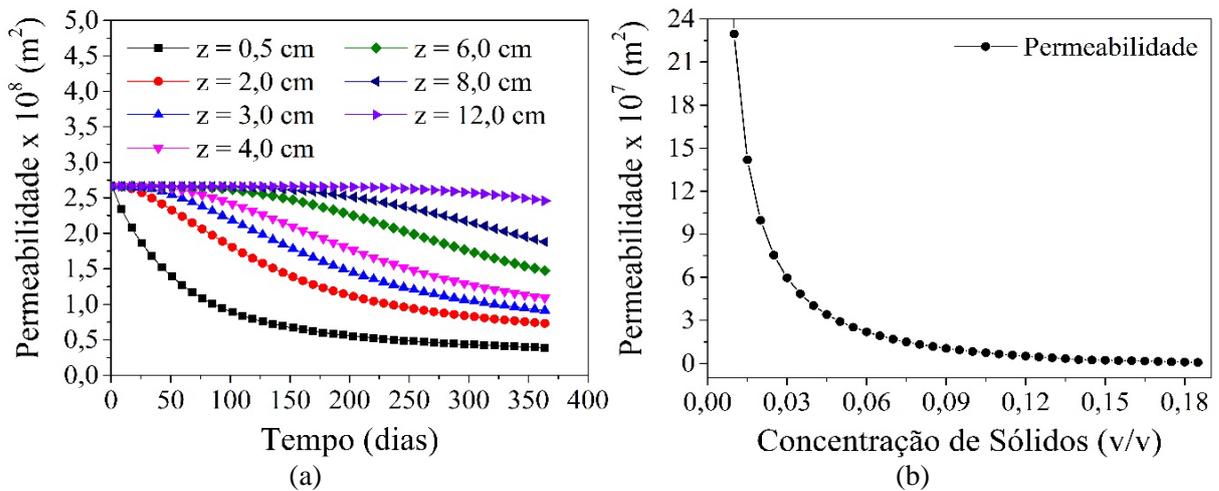


**Figura 5.14:** Resultados preditos e experimentais da sedimentação de sólidos adensantes presentes no Br-Mul ( $\varepsilon_{sref} = 14,5\% v/v$ ). DE: dados experimentais; z: posição axial.

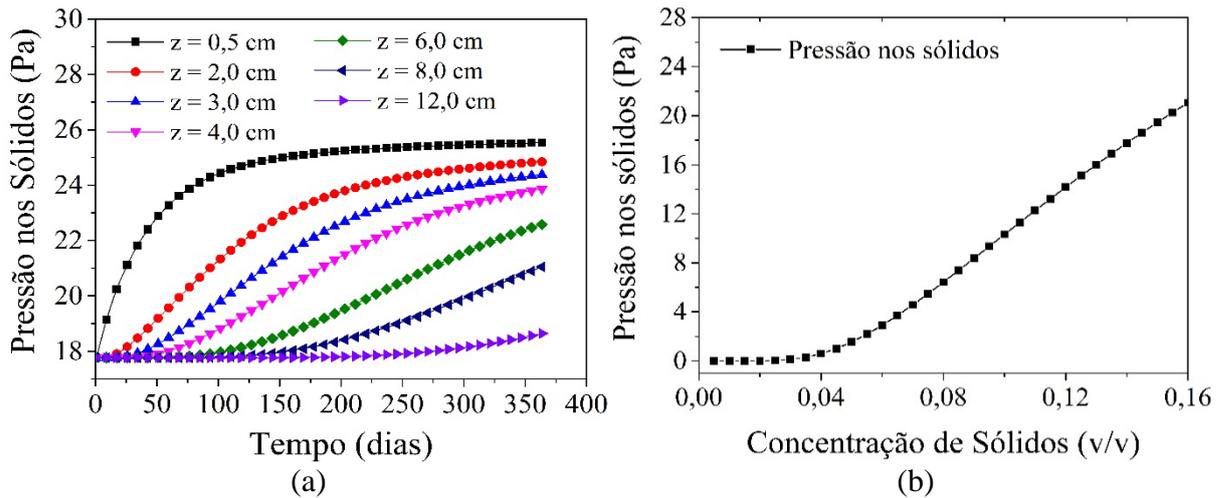
Vale destacar que o modelo proposto foi satisfatoriamente capaz de prever como os sólidos sedimentam ao longo da região de espessamento, com os maiores desvios ocorrendo nos primeiros dias do ensaio experimental. É possível que as taxas de sedimentação mais rápidas previstas nas simulações em relação ao que se observa experimentalmente estejam associadas ao modelo reológico utilizado para descrever o comportamento não newtoniano do fluido de perfuração: a ausência de uma tensão limite de escoamento no modelo power-law pode ser a responsável pelas velocidades de deposição de sólidos mais rápidas previstas inicialmente pelo modelo desenvolvido neste trabalho. Em particular, o fluido de perfuração Br-Mul comporta-se como sólido abaixo da tensão limite de escoamento (viscosidade aparente infinita), de tal modo que as taxas de sedimentação são nulas.

Diante do exposto no decorrer desta seção, nota-se que as análises estatísticas, bem como a qualidade do ajuste aos resultados experimentais sustentam o uso da equação reparametrizada para a pressão nos sólidos, com um valor adequado para a concentração de referência. Desse modo, discussões adicionais a respeito das equações constitutivas para a permeabilidade da matriz porosa e da pressão nos sólidos são realizadas.

A Figura 5.15 e a Figura 5.16 ilustram os perfis dinâmicos da permeabilidade da matriz porosa e da pressão nos sólidos, respectivamente, em posições axiais na região de espessamento, bem como o efeito da concentração de sólidos nestas propriedades. Os parâmetros utilizados são os disponíveis na Tabela 5.4 para  $\varepsilon_{sref}$  igual a 14,5% v/v. Um comportamento típico foi observado para ambas equações constitutivas, isto é, a permeabilidade diminuiu, enquanto a pressão nos sólidos sofreu um aumento à medida em que a concentração de sólidos aumentou no recipiente de testes.



**Figura 5.15:** Permeabilidade da matriz porosa: (a) perfis dinâmicos ao longo da região de espessamento, (b) variação com a concentração de sólidos. z: posição axial.



**Figura 5.16:** Pressão nos sólidos: (a) perfis dinâmicos ao longo da região de espessamento, (b) variação com a concentração de sólidos. z: posição axial.

França, Massarani e Biscaia Jr. (1999) obtiveram uma permeabilidade na ordem de  $10^{-9}$  m<sup>2</sup> ao estudarem a sedimentação de suspensões aquosas de carbonato de cálcio com diâmetro médio de 20  $\mu$ m e densidade de 2,66 g/cm<sup>3</sup>. Estabelecendo uma comparação com os resultados reportados por esses autores, valores maiores foram obtidos neste trabalho. Em particular, menores taxas de sedimentação e, conseqüentemente, menores concentrações de sólidos por toda a extensão da região de espessamento são responsáveis pela maior permeabilidade aqui observada. Ademais, as características físicas do material particulado empregado por França, Massarani e Biscaia Jr. (1999) são propícias para a formação de uma matriz porosa menos permeável: um diâmetro médio duas vezes menor e uma densidade relativamente elevada, embora seu valor seja muito próximo da densidade dos sólidos presentes no fluido de perfuração aqui investigado (2,71 g/cm<sup>3</sup>).

Em contrapartida, utilizando uma correlação do tipo Langmüir, França, Massarani e Biscaia Jr. (1999) computaram valores mais elevados de pressão nos sólidos (cerca de 1040 Pa para uma concentração de 14% v/v na sedimentação de suspensões aquosas diluídas de carbonato de cálcio com teor inicial de sólidos de 1,32% v/v). Neste caso, as maiores taxas de sedimentação do material particulado causam o desaparecimento da zona de sedimentação livre e um processo de acomodação das partículas, que são gradualmente compactadas enquanto líquido é expelido do interior do sedimento formado. Já para o fluido reportado nessa dissertação, agentes adensantes presentes no Br-Mul sedimentam com velocidades muito menores, de tal modo que mesmo após 365 dias do processo de separação gravitacional, verifica-se a presença da zona de sedimentação livre. Portanto, o efeito de compactação é pouco pronunciado.

### 5.3.2 Região de clarificado ( $0 \leq \varepsilon_s \leq \varepsilon_{s0}$ )

No que concerne à região de clarificado, que engloba as zonas de sedimentação livre e de líquido isento de sólidos (Figura 5.12), o procedimento de estimação foi realizado considerando dois cenários: (i) ausência de interação sólido-sólido, o que implica em desconsiderar o gradiente de pressão nos sólidos na Equação (4.55), e (ii) uso da equação reparametrizada proposta neste trabalho para caracterizar a pressão nos sólidos. Em ambas situações, os parâmetros ótimos da correlação de permeabilidade foram determinados.

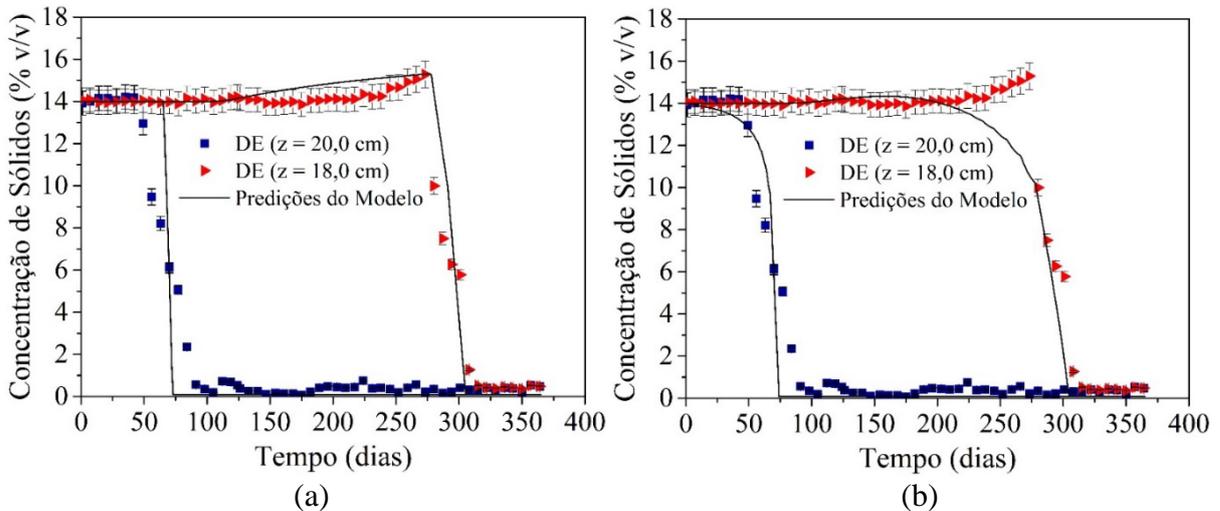
Para o caso (ii), simulações preliminares mostraram que variações na resposta do modelo diante de mudanças no parâmetro  $\beta$  não foram verificadas. Além disso, previsões insatisfatórias foram obtidas quando  $\beta$  foi considerado zero. Logo, o valor de  $\beta$  foi igual 1 com

o propósito de avaliar o desempenho da equação reparametrizada ao longo da região de clarificado. Os resultados da estimação dos parâmetros podem ser encontrados na Tabela 5.6. Para o cenário (ii), uma concentração de referência de 14,5% v/v foi utilizada.

**Tabela 5.6:** Resultados da estimação de parâmetros para a região de clarificado.

Parâmetro	Ausência de gradiente de $P_s$		Equação reparametrizada para $P_s$	
	Valor	Intervalo de Confiança	Valor	Intervalo de Confiança
$K_0$ (m <sup>2</sup> )	55,74	53,80-65,87	52,67	42,64-56,68
$\Lambda$	1,11	1,08-1,23	1,04	0,8-1,09
$p_{sref}$ (Pa)	-	-	3,31	0,51-13,96
$\beta$	-	-	1,00	-

A Figura 5.17 apresenta os perfis dinâmicos de concentração preditos e experimentais ao longo da região de clarificado (os intervalos de confiança do modelo foram omitidos, uma vez que os mesmos foram muito estreitos). Como pode ser observado, um bom ajuste entre os resultados das simulações e os dados experimentais foi obtido somente para o caso em que o gradiente de pressão nos sólidos foi desconsiderado. Ademais, o modelo de sedimentação proposto mostrou-se capaz de prever o aumento da fração volumétrica de sólidos na posição de 18,0 cm (observado experimentalmente) anterior ao decréscimo da concentração até valores próximos de zero.



**Figura 5.17:** Resultados preditos e experimentais da sedimentação de sólidos adensantes presentes no Br-Mul: (a) ausência de gradiente de  $P_s$ , (b) equação reparametrizada para  $P_s$ . DE: dados experimentais; z: posição axial.

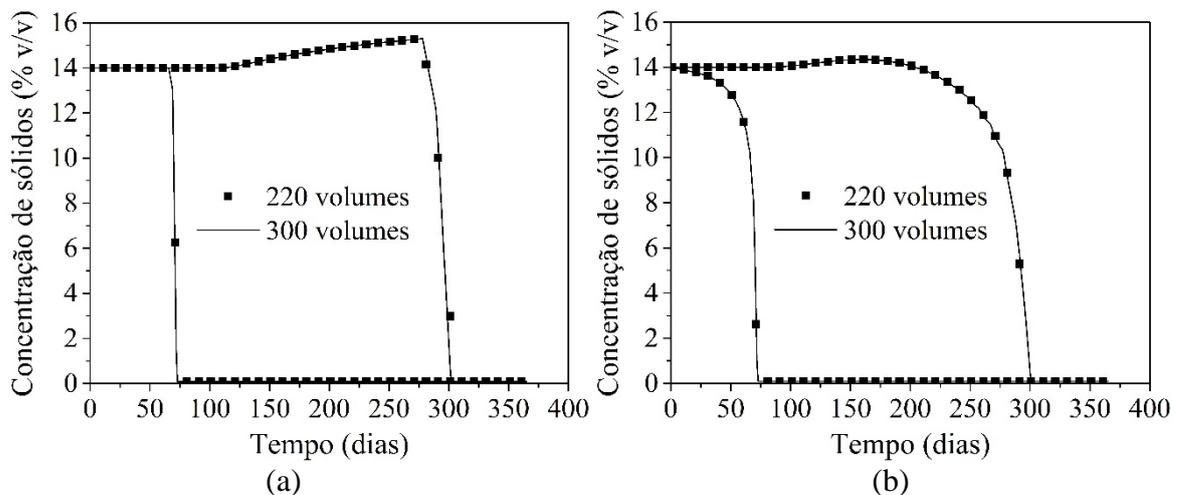
Através da Figura 5.17, para a posição de 20,0 cm, é possível notar a zona de sedimentação livre por aproximadamente 50 dias, instante seguido pela passagem da interface superior pelo sistema de detecção. No que tange à altura de 18,0 cm, verifica-se que após 250 dias de experimento, a zona de sedimentação livre dá lugar a um aumento de concentração, antes desta diminuir e tender a zero. De acordo com Moreira et al. (2017), esse aumento na fração volumétrica de sólidos está relacionado com a formação de canais preferenciais de sedimentação e ao fenômeno de aglomeração das partículas, conforme discutido na Seção 5.1.3. Decorridos 300 dias de sedimentação, a concentração diminuiu até valores próximos de zero devido à passagem da interface descendente pelo ponto de monitoramento.

Ainda sobre a Figura 5.17, os resultados de simulação mostram que, quando as interações sólido-sólido foram consideradas significativas (inserção do gradiente de pressão nos sólidos), os perfis de concentração preditos apresentaram um comportamento mais suave comparativamente àqueles nos quais a pressão nos sólidos foi negligenciada. Tal comportamento está associado às características matemáticas das equações do modelo ao levar em conta ou desconsiderar o efeito de pressão sobre as partículas. Neste trabalho, e em outras publicações (BÜRGER e CONCHA, 1998; BÜRGER, CONCHA e TILLER, 2000; GARRIDO, BÜRGER e CONCHA, 2000), as equações diferenciais parciais descrevendo processos de sedimentação em batelada são parabólicas (equações do tipo convecção-difusão) quando o gradiente de pressão nos sólidos é significativo. Contudo, elas se degeneram em equações hiperbólicas de primeira ordem (do tipo puramente convectivas) quando o gradiente de pressão desaparece. A referida degeneração ocorre na região de clarificado, zona em que predominam as baixas concentrações, e na região de formação de sedimento, onde a concentração é máxima (ausência de gradiente de concentração de sólidos) e a velocidade é nula. O efeito da degeneração parabólica-hiperbólica no modelo proposto pode ser observado substituindo a Equação (4.55) na Equação (4.54).

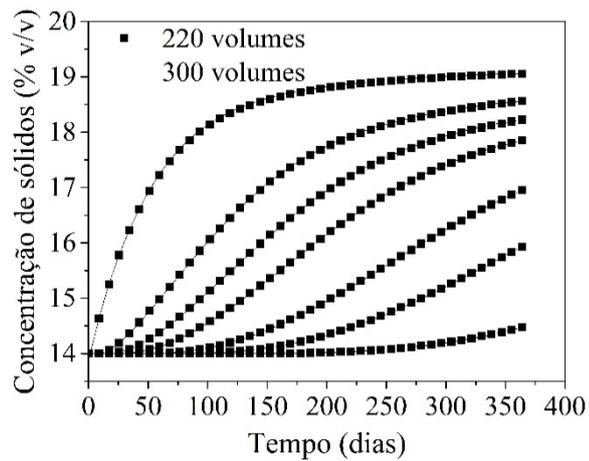
Baseado nos resultados da Figura 5.17, introduzir o gradiente de pressão na região de clarificado induziu um comportamento difusivo não condizente com as observações experimentais. Assim, é razoável afirmar que as equações descrevendo esta região devem ser puramente convectivas (hiperbólicas). Isso equivale a dizer que os efeitos de pressão nos sólidos não foram importantes na região de clarificado, zona caracterizada por fracas interações sólido-sólido ou até mesmo a ausência delas. Conclusões similares foram atestadas em outros trabalhos (d'ÁVILA, 1978; FRANÇA, MASSARANI e BISCAIA Jr., 1999; BÜRGER e CONCHA, 1998; BÜRGER et al., 2004), nos quais os efeitos de pressão nos sólidos foram considerados significativos somente a partir de uma concentração de sólidos crítica.

### 5.3.3 Análise de convergência

Esta seção é reservada aos resultados do refinamento da malha de discretização da variável espacial ao aplicar o método dos volumes finitos. A Figura 5.18 e a Figura 5.19 apresentam a análise de convergência para as regiões de clarificado e espessamento, respectivamente. Os parâmetros ótimos relativos à convergência em cada uma das regiões são os indicados na Tabela 5.4 e na Tabela 5.6, para uma concentração de referência de 14,5% v/v.



**Figura 5.18:** Análise de convergência dos perfis de concentração preditos ao longo da região de clarificado: (a) ausência de gradiente de  $P_s$ , (b) equação reparametrizada para  $P_s$ .



**Figura 5.19:** Análise de convergência dos perfis de concentração preditos ao longo da região de espessamento.

Tanto na região de clarificado quanto na de espessamento, 220 volumes garantiram a convergência dos resultados obtidos, com precisão relativa de no mínimo  $10^{-3}$ . Em outras palavras, para todas as simulações neste estudo, os parâmetros estimados não dependeram do número de volumes empregado.

## CAPÍTULO VI

### 6 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

**Resumo:** Neste capítulo são apresentadas as principais conclusões referentes ao estudo teórico e experimental da sedimentação em batelada, além de sugestões para trabalhos futuros.

A técnica de condutividade elétrica mostrou-se bastante eficiente na avaliação quantitativa da dinâmica de sedimentação de sólidos em suspensões aquosas de barita, permitindo inferir a altura do sedimento formado. Embora as características físicas das suspensões estudadas permitissem o acompanhamento visual da interface superior, a condutividade é um método de monitoramento de perfis de concentração perfeitamente apto a descrever como as partículas sedimentam em suspensões opacamente opacas, como é o caso dos fluidos de perfuração. Sendo assim, dada a boa reprodutibilidade dos experimentos, a condutividade apresentou-se como uma alternativa de grande potencial entre as técnicas não destrutivas empregadas em análises de sistemas de separação sólido-líquido.

As curvas de concentração local de sólidos ao longo do tempo e da posição permitiram constatar que a sedimentação em batelada é um processo mais complexo do que aparenta ser à primeira vista. Para posições intermediárias do recipiente de testes, observou-se um acúmulo de partículas posterior ao período de taxas de sedimentação constantes (zona de sedimentação livre) e anterior à passagem da interface descendente pelo ponto de medição. Já para as cotas mais próximas à base da coluna, um platô de concentração constante e superior à inicial foi verificado. Esses comportamentos não homogêneos, atípicos sobretudo no caso de fluidos newtonianos, são fortemente influenciados por diversos fatores como a concentração inicial de sólidos e a distribuição dos tamanhos de partículas.

Ao avaliar a influência da concentração inicial de sólidos, notou-se que utilizando suspensões inicialmente mais concentradas, a taxa de sedimentação das partículas sofreu um decréscimo. Para essa observação, constatou-se que o aumento de concentração aumenta a probabilidade de colisões entre os constituintes da fase dispersa da mistura e intensifica o fluxo ascendente de líquido, fenômenos que atuam em um balanço de forças desacelerando a velocidade de queda dos sólidos.

O teor inicial de sólidos nas suspensões também influenciou na distribuição de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado. Para suspensões menos concentradas (10% e 15% v/v) verificou-se uma estratificação do leito de partículas em camadas com concentrações e diâmetros diferentes. Neste caso, concluiu-se que a velocidade de ascensão da fase líquida apresentou energia cinética suficiente para carrear as partículas menores e mais leves para posições mais elevadas na coluna. Por outro lado, efeitos de população e o aprisionamento mecânico das partículas com menor diâmetro na estrutura da matriz de sólidos, inibiram os efeitos de segregação nas suspensões com teor inicial de sólidos de 20% (maior concentração no planejamento experimental proposto). Consequentemente, constatou-se que o material particulado sedimenta em uma espécie de *plug flow*, sem a classificação das partículas por seus tamanhos.

Os perfis de concentração local de sólidos obtidos por diferentes técnicas de monitoramento, como a condutividade, fornecem uma das bases para a proposição de modelos de sedimentação em batelada. Um conjunto de equações fenomenológicas foi desenvolvido

considerando o transporte de massa de sólidos e as forças de interação fluido-partícula e partícula-partícula. Resultados experimentais de sedimentação de agentes adensantes em um fluido de perfuração sintético (Br-Mul/Petrobras) foram empregados para validar o modelo proposto e estimar os parâmetros das equações constitutivas de permeabilidade e pressão nos sólidos.

Tendo em vista que o desenvolvimento de técnicas de monitoramento de perfis dinâmicos de concentração, bem como a proposição de modelos acurados com parâmetros confiáveis são aspectos cruciais para a predição e mitigação do APB (*Annular Pressure Build-up*), diversos estudos sugerem modelos dinâmicos para descrever o fenômeno da sedimentação. No entanto, a validação desses modelos com perfis dinâmicos de concentração obtidos experimentalmente, com base em um procedimento de estimação de parâmetros rigoroso foi um aspecto, até o momento, negligenciado na literatura. As regiões de confiança e os coeficientes de correlação paramétrica apontaram para uma determinação apropriada dos parâmetros ótimos. Sob tal escrutínio estatístico e levando em conta que a estratégia de reparametrização não afetou o desempenho do modelo, aconselha-se o uso das equações constitutivas estabelecidas neste trabalho para caracterizar a permeabilidade da matriz porosa e a pressão nos sólidos.

Tanto para a região de clarificado, quanto para a de espessamento, o modelo matemático descreve a sedimentação em campo gravitacional de maneira consistente com o fenômeno físico. Baixas taxas de sedimentação foram responsáveis pelos baixos valores computados para a pressão nos sólidos na região de espessamento, onde as equações do modelo são parabólicas. No que tange a região de clarificado, os resultados das simulações numéricas indicaram que as equações devem se degenerar para o tipo hiperbólico, mostrando que o efeito de pressão nos sólidos deve ser negligenciado. Sendo assim, devido os diferentes mecanismos que governam a sedimentação nas referidas regiões, o conjunto de parâmetros estimados para cada uma delas foi distinto.

Para trabalhos futuros, sugere-se a aplicação da técnica de condutividade em suspensões com características mais próximas de um fluido de perfuração real e empregando mais pontos de monitoramento. Ademais, como em um poço de petróleo desenvolve-se um gradiente de temperatura associado ao escoamento do óleo, é conveniente a construção de um recipiente de testes encamisado para o estabelecimento de troca térmica com um fluido de aquecimento. No entanto, atenta-se para o fato da condutividade ser uma propriedade dependente da temperatura.

No que tange ao modelo de sedimentação proposto, sugere-se a alocação de esforços para se introduzir nas equações as características de tensão limite de escoamento do fluido. Sobre o gradiente de temperatura, aconselha-se considerar a sua influência na dinâmica de sedimentação dos sólidos através da reologia da suspensão: propor parâmetros reológicos dependentes da temperatura pode ser uma alternativa plausível.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGARWAL, A.K.; BRISK, M. L. Sequential Experimental Design for Precise Parameter. 1. Use of reparameterization. **Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev**, v. 24, p. 203-207, 1985.

AMY, L. A. et al. An Experimental Investigation of Sand–Mud Suspension Settling Behaviour: Implications for Bimodal Mud Contents of Submarine Flow Deposits. **Sedimentology**, v. 53, p. 1411–1434, 2006.

ANDERSON, T.; ABRAMS, D.; GRENS II, E. Evaluation of Parameters for Nonlinear Thermodynamic Models. **AIChE Journal**, v. 24, n. 1, p. 20-29, 1978.

AROUCA, F. D. O. **Uma Contribuição ao Estudo da Sedimentação Gravitacional em Batelada**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2007.

AROUCA, F. O.; LOPES, L. C. O.; DAMASCENO, J. J. R. **Concentration Profiles and Iso-Concentration Curves for Batch Settling Using the Gamma Rays Attenuation Technique**. Materials Science Forum. Switzerland: Trans Tech Publications. 2006. p. 29-34.

BERGSTRÖM, L. Sedimentation of Flocculated Alumina Suspensions:  $\gamma$ -Ray Measurements and Comparison with Model Predictions. **J. Chem. Soc. Faraday Trans**, v. 88, n. 21, p. 3201-3211, 1992.

BERN, P. A. et al. Barite Sag: Measurement, Modelling and Management. **SPE**, p. 1-9, 1998.

BIRD, R. B.; STEWART, W. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Transport Phenomena**. 2. ed. [S.l.]: John Wiley & Son, 2002.

BOBROFF, S.; PHILLIPS, R. J. Nuclear magnetic resonance imaging investigation of sedimentation of concentrated suspensions in non-Newtonian fluids. **Journal of Rheology**, v. 42, n. 6, p. 1419-1436, 1998.

BÜRGER, R. Phenomenological Foundation and Mathematical Theory of Sedimentation–Consolidation Processes. **Chemical Engineering Journal**, v. 80, p. 177-188, 2000.

BÜRGER, R.; CONCHA, F. Mathematical Model and Numerical Simulation of the Settling of Flocculated Suspensions. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 24, p. 1005-1023, Maio 1998.

BÜRGER, R.; CONCHA, F.; TILLER, F. M. Applications of the Phenomenological Theory to Several Published Experimental Cases of Sedimentation Processes. **Chemical Engineering Journal**, v. 80, p. 105-117, 2000.

BUSCALL, R.; GOODWIN, J. W.; OTTEWILL, R. H. The Settling of Particles through Newtonian and Non-Newtonian Media. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 85, n. 1, p. 78-86, Janeiro 1982.

BUSCALL, R.; WHITE, L. R. The Consolidation of Concentrated Suspensions. Part 1. The Theory of Sedimentation. **J. Chem. Soc., Faraday Trans. 1**, v. 83, p. 873-891, 1987.

CALÇADA, L. A. et al. Barite Sag and Its Impact On Annular Pressure Build Up Mitigation In Producing Offshore Wells. **Society of Petroleum Engineers**, v. 181377-MS, p. 1-16, 2016.

CARMAN, P. C. Fluid Flow Through Granular Beds. **Transactions of the Institution of Chemical Engineers**, London, v. 15, 1937.

CHAKRAVARTI, A.; DELL, C. C. The Behaviour of Highly Flocculated Suspensions in Batch Tests. **Powder Technology**, Lausanne, v. 3, p. 287-295, Novembro 1969.

CHIEN, S.-F. Settling Velocity of Irregularly Shaped Particles. **SPE Drilling & Completion**, p. 281-289, Dezembro 1994.

CLERCQ, J. D. **Batch and Continuous Settling of Activated Sludge: In-Depth Monitoring and I D Compression Modelling**. Tese de Ph.D, Universiteit Gent. Gent. 2006.

CLERCQ, J. D. et al. Extending and calibrating a mechanistic hindered and compression settling model for activated sludge using in-depth batch experiments. **Water Research**, v. 42, p. 781-791, 2008.

COE, H. S.; CLEVINGER, G. H. Methods for Determining the Capacities of Slime-Settling Tanks. **AIME Transactions**, v. 55, p. 356-384, 1916.

COMINGS, E. W. Thickening Calcium Carbonate Slurries. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 32, n. 5, p. 663-667, Maio 1940.

CONCHA, F.; BUSTOS, M. C. A Modification of the Kynch Theory of Sedimentation. **AIChE Journal**, Concepción, v. 33, n. 2, p. 312-315, Fevereiro 1987.

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

DARCY, H. P. G. **Les Fontaines Publiques de La Ville de Dijon**. Paris: Victor Dalmont, 1856.

DAUGAN, S. et al. Aggregation of Particles Settling in Shear-Thinning Fluids. Part 1. Two-Particle Aggregation. **Eur. Phys. J. E**, v. 7, p. 73-81, 2002.

DAVIES, R. The Experimental Study of the Differential Settling of Particles in Suspension at High Concentrations. **Powder Technology**, v. 2, p. 43-51, 1968.

DAVIES, R.; KAYE, B. H. Experimental Investigation into the Settling Behaviour of Suspensions. **Powder Technology**, v. 5, p. 61-68, 1971/1972.

d'ÁVILA, J. S. **Um Modelo Matemático para a Sedimentação**. COPPE/UFRJ. Rio de Janeiro. 1978.

DIXON, D. C. Momentum-Balance Aspects of Free-Settling Theory. I. Batch Thickening. **Separation Science**, v. 12, n. 2, p. 171-191, 1977.

EYMARD, R.; GALLOUËT, T.; HERBIN, R. Finite Volume Methods. In: CIARLET, P. G. **Handbook of Numerical Analysis**. 1<sup>a</sup>. ed. Elsevier , v. VII, 2000. p. 713-1018.

FAGUNDES, F. M. **Estudo da Estabilidade da Suspensão Constituinte do Fluido Br-Mul/Petrobras**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2015.

FERZIGER, J. H.; PERIC, M. **Computational Methods for Fluid Dynamics**. 3<sup>a</sup>. ed. Berlin: Springer, 2002.

FITCH, B. Current Theory and Thickener Design: An Authoritative Critique of the Established and Recently Proposed Methods of Thickener Design. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 58 (10), p. 18-28, 1966.

FITCH, B. Sedimentation of Flocculent Suspensions: State of the Art. **AIChE Journal**, v. 25, n. 6, p. 913-930, Novembro 1979.

FITCH, B. Kynch Theory and Compression Zones. **AIChE Journal**, v. 29, n. 6, p. 940-947, Novembro 1983.

FONT, R. Compression Zone Effect in Batch Sedimentation. **AIChE Journal**, v. 34, n. 2, p. 229-238, Fevereiro 1988.

FRANÇA, S. C. A.; MASSARANI, G.; JR., E. C. B. Study on Batch Sedimentation Simulation — Establishment of Constitutive Equations. **Powder Technology**, v. 101, p. 157-164, Junho 1999.

GARRIDO, P.; BÜRGER, R.; CONCHA, F. Settling Velocities of Particulate Systems: 11. Comparison of the Phenomenological Sedimentation–Consolidation Model with Published Experimental Results. **Int. J. Miner. Process**, v. 60, p. 213-227, Abril 2000.

GUESLIN, B. et al. Aggregation Behavior of Two Spheres Falling Through an Aging Fluid. **The American Physical Society**, v. 74, n. 4, p. 1-4, 2006.

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

HARRIS, C. C.; SOMASUNDARAN, P.; JENSEN, R. R. Sedimentation of Compressible Materials: Analysis of Batch Sedimentation Curve. **Powder Technology**, Lausanne, v. 11, p. 75-84, 1975.

HOLDICH, R. G.; BUTT, G. Compression and Channelling in Gravity Sedimenting Systems. **Minerals Engineering** , v. 9, n. 1, p. 115-131, Junho 1995.

HOLDICH, R. G.; BUTT, G. Experimental and Numerical Analysis of a Sedimentation Forming Compressible Compacts. **Separation Science and Technology**, v. 32, n. 13, p. 2149-2171, 1997.

HOLDICH, R. G.; SINCLAIR, I. Measurement of slurry solids content by electrical conductivity. **Powder Technology**, v. 72, p. 77-87, Março 1992.

HOWE, A. M.; ROBINS, M. M. Determination of Gravitational Separation in Dispersions from Concentration Profiles. **Colloids and Surfaces**, v. 43, p. 83-94, 1990.

HUNTER, T. N.; PEAKALL, J.; BIGGS, S. An Acoustic Backscatter System for in Situ Concentration Profiling of Settling Flocculated Dispersions. **Minerals Engineering**, v. 27-28, p. 20-27, 2012.

JÚNIOR, J. M. R. **Modelagem e Simulação da Sedimentação de Sólidos Adensantes em Fluidos de Perfuração**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro. Seropédica. 2016.

KENNEDY, J.; EBERHART, R. **Particle Swarm Optimization**. Proc. IEEE International Conference on Neural Networks. [S.l.]: [s.n.]. 1995. p. 1942-1948.

KINNEAR, D. J. **Biological Solids Sedimentation: a Model Incorporating Fundamental Settling Parameters**. Tese de Ph.D. University of Utah. 2002.

KITTRELL, J. R. Mathematical modeling of chemical reactions. **Adv. Chem. Eng.**, v. 8, p. 97-183, 1970.

KOZENY, J. Ueber Kapillare Leitung des Wassers im Boden. **Sitzungsber Akad. Wiss., Wien**, v. 136, 1927.

KYNCH, G. J. A Theory of Sedimentation. **Trans. Amer. Soc.**, p. 166-176, Janeiro 1952.

LALI, A. M.; KHARE, A. S.; JOSHI, J. B. Behaviour of Solid Particles in Viscous Non-Newtonian Solutions: Settling Velocity, Wall Effects and Bed Expansion in Solid-Liquid Fluidized Beds. **Powder Technology**, v. 57, p. 39-50, 1989.

LARUCCIA, M. B. **Velocidade de Sedimentação em Fluidos Não-Newtonianos: Efeito da Forma e da Concentração de Partículas**. Dissertação de Mestrado. Universidade Estadual de Campinas. Campinas. 1990.

LAW, V.; BAILEY, R. A Method for the Determination of Approximate System Transfer Functions. **Chemical Engineering Science**, v. 18, p. 189-202, 1963.

LUZ, A. B. D.; LINS, F. F. **Rochas e Minerais Industriais**. Rio de Janeiro: CETEM, 2005.

MACHADO, J. C. V. **Reologia e Escoamento de Fluidos. Ênfase na Indústria do Petróleo**. Rio de Janeiro: Interciência, 2002.

MALISKA, C. R. **Transferência de Calor e Mecânica dos Fluidos Computacional**. 2ª. ed. Rio de Janeiro : LTC, 2014.

MASSARANI, G.; TELLES, A. S. Escoamento de Fluidos Não-Newtonianos na Vizinhança de Partículas Sólidas. **Revista Brasileira de Física**, v. 8, n. 3, p. 550-561, 1978.

MAXWELL, J. C. **A Treatise on Electricity and Magnetism**. London: Clarendon Press Oxford, v. 1, 1873.

MCCLEMENTS, D. J. Ultrasonic Characterization of Emulsions and Suspensions. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 37, p. 33-72, 1991.

METZGER, M. **Simulation studies of settling properties in sedimentation process**. In Proceedings of the 11th European Simulation. San Diego: [s.n.]. 1997. p. 675-678.

MICROMERITICS. Gas Displacement Pycnometry System. **Micromeritics.com**, 2018. Disponível em: <<http://www.micromeritics.com/Product-Showcase/AccuPyc-II-1340.aspx>>. Acesso em: 15 junho 2018.

MOE, B.; ERPELDING, P. Annular Pressure Buildup: What it is and what to do about it. **Deepwater Technology**, p. 21-23, Agosto 2000.

MOREIRA, B. A. **Estudo da Sedimentação em Suspensões de Fluidos com Características Reológicas Pseudoplásticas**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2014.

MOREIRA, B. A.; AROUCA, F. D. O.; DAMASCENO, J. J. R. Analysis of Suspension Sedimentation in Fluids with Rheological Shear-Thinning Properties and Thixotropic Effects. **Powder Technology**, v. 308, p. 290-297, 2017.

MOYER, M. C. et al. Challenges Associated with Drilling Deepwater, Subsalt Exploration Well in the Gulf of Mexico: Hadrian Prospect. **SPE Drilling & Completion**, v. 15, p. 25-30, 2000.

NASR-EL-DIN, H.; SHOOK, C. A.; COLWELL, J. A Conductivity Probe for Measuring Local Concentrations in Slurry Systems. **Int. J. Multiphase Flow**, v. 13, n. 3, p. 365-378, 1987.

NGUYEN, T. **Predicting Dynamic Barite Sag in Oil Based Drilling Fluids**. Tese de Ph.D, University of Tulsa. Tulsa. 2009.

NGUYEN, T. C. et al. Predicting Dynamic Barite Sag in Newtonian Oil Based Drilling Fluids. **Society of Petroleum Engineers**, v. 124137, p. 1-14, Outubro 2009.

NOCON, W. Practical Aspects of Batch Sedimentation Control Based on Fractional Density Changes. **Powder Technology**, v. 198, p. 167-174, 2010.

PATANKAR, S. V. **Numerical Heat Transfer and Fluid Flow**. Washington : Hemisphere Publishing Corporation, 1980.

PETZOLD, L. R. A Description of Dassl: A Differential/Algebraic System Solver. **Computing and Mathematics Research Division**, Livermore, p. 3-7, Stembro 1982.

PHILLIPS, R. J. Structural Instability in the Sedimentation of Particulate Suspensions through Viscoelastic Fluids. **J. Non-Newtonian Fluid Mech**, v. 165, p. 479-488, 2010.

PINCELLI, A. L. S. **Desenvolvimento e Ensaio de um Sistema de Mensuração de Condutividade Elétrica do Solo**. Dissertação de Mestrado. Universidade de São Paulo. Piracicaba. 2004.

PINTO, J. C.; LAGE, P. L. D. C. **Métodos Numéricos em Problemas de Engenharia Química**. Rio de Janeiro: e-papers, 2001.

PRITCHARD, D. J.; BACON, D. W. Statistical Assessment of Chemical Kinetic Models. **Chemical Engineering Science**, v. 30, p. 567–574, 1975.

RAMIN, E. et al. A New Settling Velocity Model to Describe Secondary Sedimentation. **Water Research**, v. 66, p. 447-458, 2014.

RICHARDSON, J. F.; ZAKI, W. N. Sedimentation and Fluidisation: Part I. **Trans. Instn Chem. Engrs**, v. 32, p. 82-100, 1954.

SANTOS, N. B. C.; FAGUNDES, F. M.; AROUCA, F. D. O. Sedimentation of Solids in Drilling Fluids Used in Oil Well Drilling Operations. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 162, p. 137-142, 2018.

SATHUVALLI, U. B. et al. Design and Performance of Annular Pressure Build-up (APB) Mitigation Techniques. **SPE**, p. 1-29, 2016.

SCHWAAB, M. et al. Nonlinear parameter estimation through particle swarm optimization. **Chemical Engineering Science**, v. 63, p. 1542-1552, 2008.

SCHWAAB, M.; PINTO, J. C. Optimum Reference Temperature for Reparameterization of the Arrhenius Equation. Part 1: Problems Involving One Kinetic Constant. **Chemical Engineering Science**, v. 62, p. 2750 – 2764, 2007a.

SCHWAAB, M.; PINTO, J. C. **Análise de Dados Experimentais I. Fundamentos de Estatística e Estimação de Parâmetros**. Rio de Janeiro: e-papers, v. 1, 2007b.

SCOTT, K. J. Experimental Study of Continuous Thickening of a Flocculated Silica Slurry. **Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals**, v. 7, n. 4, p. 582-595, Novembro 1968.

SENIS, D.; ALLAIN, C. Sedimentation and Compaction of Calcium Carbonate Aggregating Suspensions: Scaling analysis of the Equilibrium. **Revue de L'Institut Français du Pétrole**, v. 52, n. 2, p. 191-198, Março-Abril 1997.

SENIS, D.; TALINI, L.; ALLAIN, C. Settling in Aggregating Colloidal Suspensions. **Oil & Gas Science and Technology**, v. 56, n. 2, p. 153-159, 2001.

SHAH, S. N.; FADILI, Y. E.; CHHABRA, R. P. New Model for Single Spherical Particle Settling Velocity in Power law (Visco-Inelastic) Fluids. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 33, p. 51-66, 2007.

SHANNON, P. T.; DEHAAS, R. D.; STROUPE, E. P. Batch and Continuous Thickening. Prediction of Batch Settling Behavior from Initial Rate Data with Results for Rigid Spheres. **Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals**, v. 3, n. 3, p. 250-260, 1964.

SHANNON, P. T.; TORY, E. M. Settling of Slurries: New Light on an Old Operation. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 57, n. 2, p. 18-25, Fevereiro 1965.

STAMATAKIS, K.; TIEN, C. Batch Sedimentation Calculations - the Effect of Compressible Sediments. **Powder Technology**, v. 72, p. 227-240, Fevereiro 1992.

STOKES, G. G. On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums. **Trans. Cambridge Philos. Soc.** **9**, v. 9, p. 1-86, 1850.

STOLOJANU, V.; PRAKASH, A. Characterization of Slurry Systems by Ultrasonic Techniques. **Chemical Engineering Journal**, v. 84, p. 215-222, 2001.

TAKÁCS, I.; PATRY, G. G.; NOLASCO, D. A Dynamic Model of the Clarification-Thickening Process. **Water Research**, v. 25, n. 10, p. 1263-1271, 1991.

TALMAGE, W. P.; FITCH, E. B. Determining Thickener Unit Areas. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 47, n. 1, Janeiro 1955.

TELLES, A. S.; MASSARANI, G. Escoamento de Fluidos Não Newtonianos em Sistemas Particulados. **Revista Brasileira de Física**, v. 9, n. 2, p. 535-550, 1979.

THORNE, P. D. et al. Measuring Suspended Sediment Concentrations Using Acoustic Backscatter Devices. **Marine Geology**, v. 98, p. 7-16, 1991.

TILLER, F. M. Revision of Kynch Sedimentation Theory. **AIChE Journal**, v. 27, n. 5, p. 823-829, Setembro 1981.

TILLER, F. M.; LEU, W. Basic Data Fitting in Filtration. **Journal of the Chinese Institute of Engineers**, v. 1, p. 61-70, 1980.

TORY, E. M.; SHANNON, P. T. Reappraisal of the Concept of Settling in Compression: Settling Behavior and Concentration Profiles for Initially Concentrated Calcium Carbonate Slurries. **Industrial & Engineering Chemistry**, v. 4, n. 2, p. 194-204, Maio 1965.

UNGARISH, M. **Hydrodynamics of Suspensions**. 1ª. ed. Berlin: Springer, 1993.

URIBE-SALAS, A.; VERMET, F.; FINCH, J. A. Apparatus and Technique to Measure Settling Velocity and Holdup of Solids in Water Slurries. **Chemical Engineering Science**, v. 48, n. 4, p. 819-821, 1993.

VARGO, R. F. et al. Practical and Successful Prevention of Annular Pressure Buildup on the Marlin Project. **SPE Drilling & Completion**, p. 228-234, Setembro 2003.

VERSTEEG, H. K.; MALALASEKERA, W. **An Introduction to Computational Fluid Dynamics. The Finite Volume Method**. 2ª. ed. [S.l.]: Pearson Education Limited, v. I, 2007.

WAKEMAN, R. J.; HOLDICH, R. G. Theoretical and Experimental Modeling of Solids and Liquid Pressures in Batch Sedimentation. **Filtration & Separation**, p. 420-422, 1984.

WILLIAMS, R. A. et al. Experimental Techniques for Monitoring Sedimentation in Optically Opaque Suspensions. **Colloids and Surfaces**, v. 43, p. 1-32, 1990.

ZHENG, Y.; BAGLEY, D. M. Numerical Simulation of Batch Settling Process. **Journal of Environmental Engineering**, p. 1007-1013, Novembre 1999.

## **8 APÊNDICES**

A – Resultados das análises de distribuição dos tamanhos de partículas

A.1 Suspensão de 10% v/v

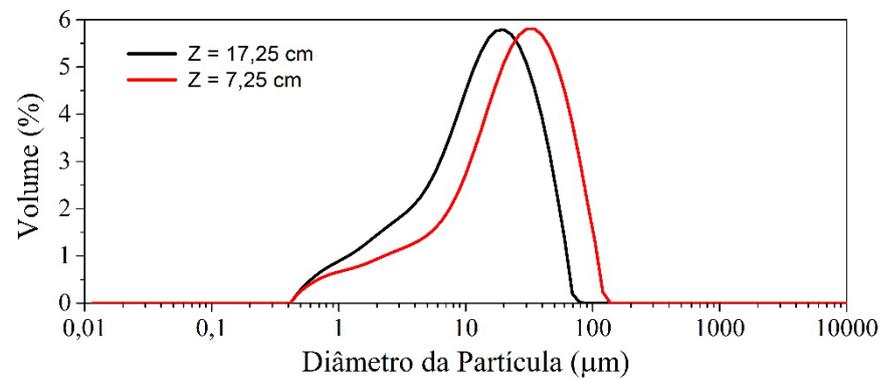
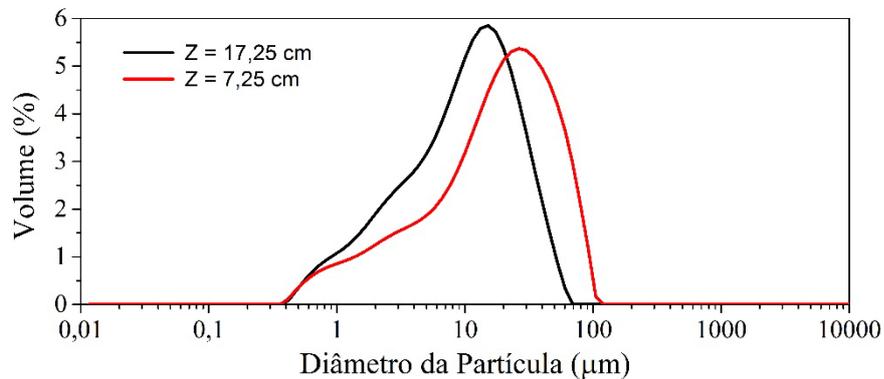
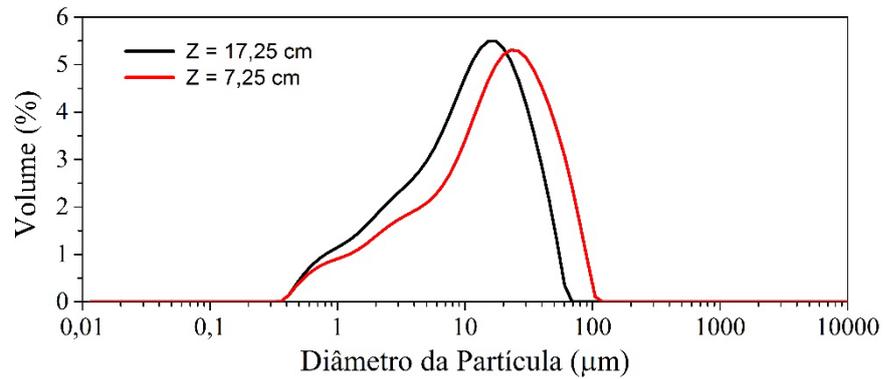
A.2 Suspensão de 15% v/v

A.3 Suspensão de 20% v/v

## Apêndice A - Resultados das análises de distribuição dos tamanhos de partículas

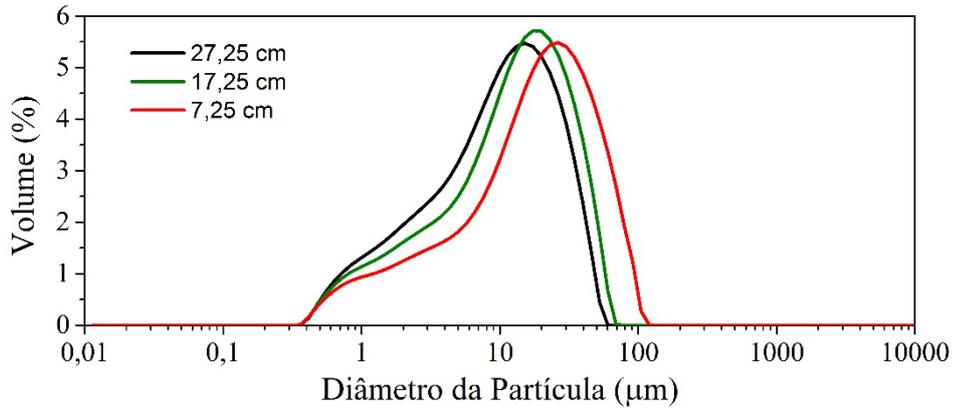
Neste apêndice são apresentadas as distribuições dos tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado, no tempo final de sedimentação para cada um dos ensaios experimentais realizados.

### A.1 Suspensão de 10% v/v

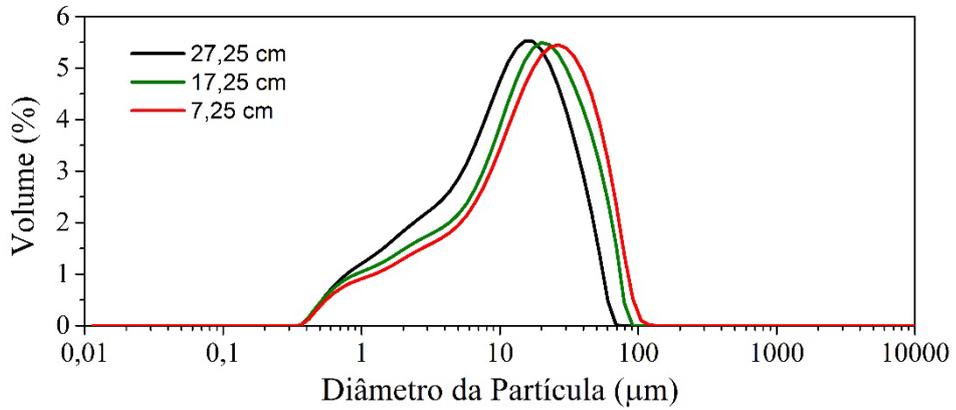


**Figura A.1:** Distribuições de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado para a suspensão com teor inicial de sólidos de 10% v/v: (a) experimento 1, (b) experimento 2 e (c) experimento 3. Z: posição axial.

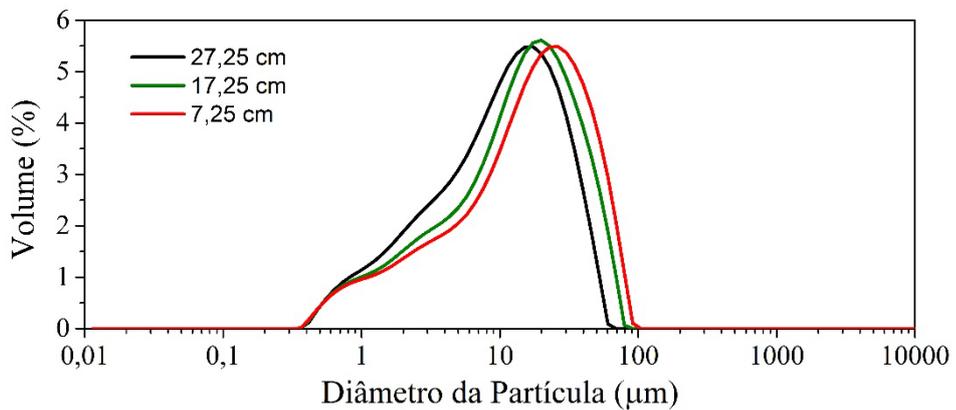
## A.2 Suspensão de 15% v/v



(a)



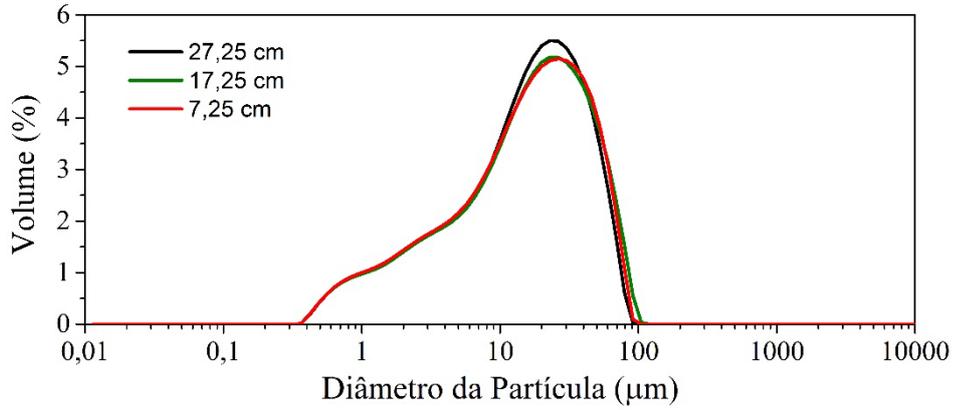
(b)



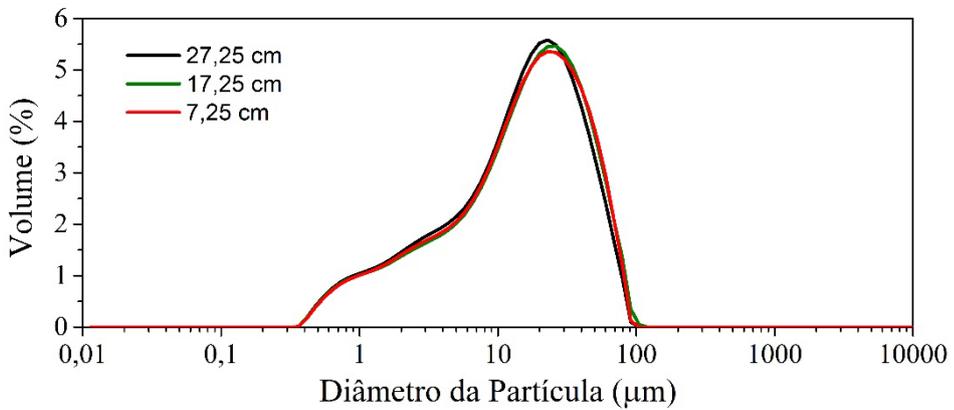
(c)

**Figura A.2:** Distribuições de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado para a suspensão com teor inicial de sólidos de 15% v/v: (a) experimento 1, (b) experimento 2 e (c) experimento 3. Z: posição axial.

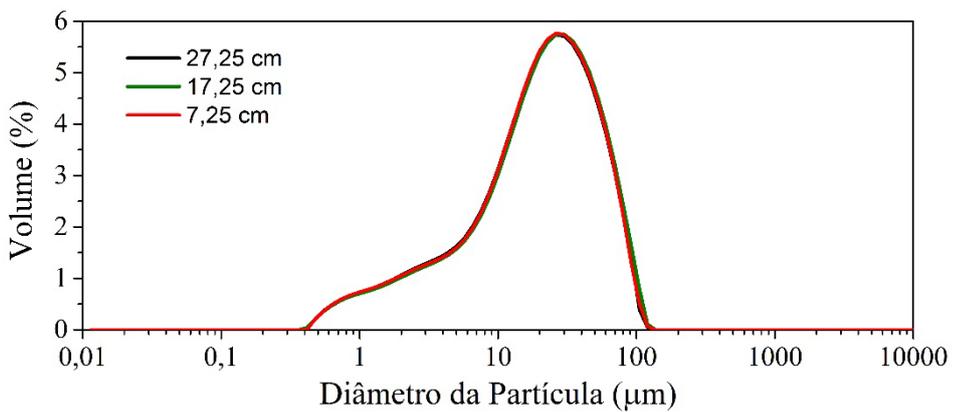
### A.3 Suspensão de 20% v/v



(a)



(b)



(c)

**Figura A.3:** Distribuições de tamanhos de partículas ao longo do sedimento formado para a suspensão com teor inicial de sólidos de 20% v/v: (a) experimento 1, (b) experimento 2 e (c) experimento 3. Z: posição axial.