



UM ESTUDO DA COMPACTAÇÃO DOS SÓLIDOS EM BAIXAS E ALTAS PRESSÕES

HELIO OLIVEIRA JR.^{1*}, LUCAS I. A. TEIXEIRA¹, JOÃO J. R. DAMASCENO¹, FABIO O. AROUCA¹,

¹Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química
Faculdade de Engenharia Química
*e-mail: helio.oliveira@ufu.br

RESUMO - O estudo da sedimentação, espessamento e compactação de sistemas particulados é empregado em diversos processos industriais que envolvem a separação sólido-líquido, tais como em sedimentadores, filtros, na perfuração de poços de petróleo, dentre outros (Moreira, 2014). O presente trabalho tem como objetivo de contribuir na análise dos processos de separação sólido-líquido, obtendo equações constitutivas referentes à pressão e a concentração dos sólidos em processos de separação em baixas e altas pressões. Nos experimentos em baixas pressões utilizou-se a sedimentação natural de suspensões aquosas de carbonato de cálcio como material particulado na concentração inicial de 6% em volume. O perfil da concentração do sedimento formado foi avaliado fazendo-se uso da Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG), a concentração do sedimento manteve-se entre 13,4% e 18,8% em volume. Nos experimentos em altas pressões utilizou-se a prensa de adensamentos contendo suspensões aquosas de carbonato de cálcio na concentração inicial de 15% em volume, a concentração do sedimento manteve-se entre 23,5% e 33,5% em volume. Os resultados mostram as equações constitutivas obtidas podem ser aplicadas para uma ampla faixa de pressão bastante importantes para simulações de processos de separação sólido-líquido.

INTRODUÇÃO

Estimar o valor da permeabilidade em função da porosidade, tamanho de grão e estrutura do espaço poroso pode ser um desafio, o que limita a aplicação de modelos teóricos (Zhou *et al.*, 2021).

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

As equações constitutivas para a pressão nos sólidos [$P(\varepsilon_S)$] e permeabilidade dos meios porosos [$k(\varepsilon_S)$], são indispensáveis para a resolução do sistema de equações diferenciais que modelam o sistema, possibilitando assim, a simulação da operação

(Damasceno, 1992; Arouca, 2007; Fagundes 2019). Tais equações constitutivas para $P(\varepsilon_S)$ e $k(\varepsilon_S)$ podem ser obtidas, por exemplo, através de ensaios em prensas de adensamento ou através de metodologias em que a base experimental consiste em testes de sedimentação em batelada.

Na determinação de equações constitutivas para espessamento e filtração em baixas pressões pode-se utilizar a proposta de Damasceno (1992) e França (1995) denominada Técnica de Atenuação de Raios Gama - TARG, que consiste em utilizar a radiação gama para determinar as concentrações volumétricas e parâmetros característicos para a tensão no sólido, e permeabilidade em meios porosos sedimentados. Os valores médios encontrados são função da altura do sedimento e da concentração volumétrica.

Para ensaios em altas pressões pode-se utilizar a prensa de adensamento, um equipamento que consiste em aplicar estágios de pressão em corpos de prova, geralmente indeformados e saturados, confinados lateralmente com a consequente aferição da redução de sua altura. Desse ensaio são interpretados parâmetros fundamentais para o cálculo da concentração de sólidos (ε_S) em função da pressão, gerando equações constitutivas para $P(\varepsilon_S)$ (Previti *et al.*, 2018; Lima, *et al.*, 2018).

MATERIAIS E MÉTODOS

Técnica de Atenuação de Raios Gama TARG

É uma técnica capaz de medir a concentração volumétrica de um sólido sem perturbar o sistema ou afetar a sedimentação. A radiação gama é escolhida por ter a particularidade de percorrer largas espessuras de material sem sofrer alterações ou com poucas alterações.

Tal técnica pode ser representada pela equação de Lambert (Gardney e Ely-Jr, 1967), Equação 1 que consiste na emissão de um feixe de radiação que atravessa um meio físico, sofre atenuação devido a sua interação com o material e chega ao detector.

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = \beta\varepsilon_S \quad (1)$$

Onde R representa a contagem de pulsos, R_0 a contagem com $\varepsilon_S = 0$, ou seja, somente com o fluido e a constante β de proporcionalidade.

Nos testes efetua-se a leitura da radiação que chega ao detector para uma dada posição do sedimento (Z) sendo a posição $Z = 0$ a base do tubo de teste, conforme pode-se observar na Figura 1.

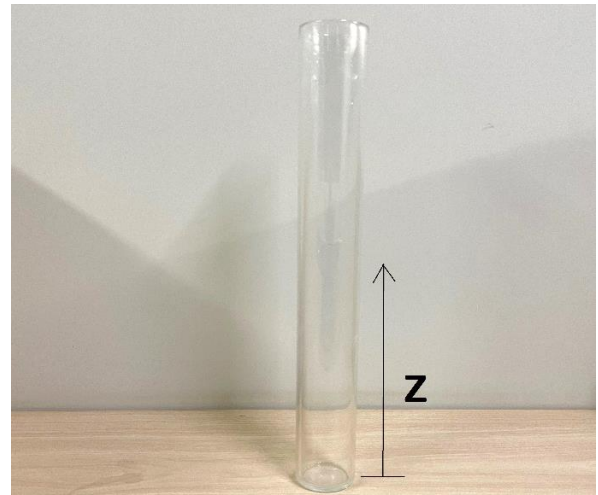


Figura 1: Tubo de teste.

Este trabalho tem como objetivo principal encontrar uma equação de distribuição de concentração volumétrica ε_S em função da posição Z do sedimento.

Unidade Experimental: Composta por uma fonte monoenergética de raios gama, com um detector acoplado a um sistema de elevação e tendo um tubo de vidro fixado no centro, este tubo é denominado tubo de teste.

A fonte de raios gama, consiste em um cubo de chumbo, que contém o elemento amerício (Am^{241}), que produz a radiação, com a capacidade de percorrer centímetros de material sedimentado, mantendo uma satisfatória sensibilidade, mesmo em pequenas mudanças de concentração volumétrica, conforme mostram os resultados.

O alinhamento do emissor com o detector de radiação diminui a divergência do feixe, impedindo que algum tipo de radiação que não tenha origem na fonte seja medida.

Entre a fonte-detector é posicionado um tubo cilíndrico de vidro, com as dimensões de 850 mm de altura, 50 mm de diâmetro interno e 5 mm de espessura, onde é colocado a suspensão contendo o material particulado. O conjunto do equipamento é apresentado na Figura 2.



Figura 2: Unidade Experimental de Raios Gama

Procedimento operacional para sedimentação gravitacional: O material particulado utilizado foi o carbonato de cálcio (CaCO_3) precipitado com densidade $2,664 \text{ g/cm}^3$ determinado por intermédio de um picnômetro a gás Hélio. A análise granulométrica mostrou um diâmetro médio de Sauter $D_{3,2} = 2,32 \text{ }\mu\text{m}$ este valor foi determinado pelo uso do granulômetro Marvel Mastersize.

Ajustes preliminares, foram feitos antes de realizarmos o teste em si, um deles a calibração do sistema. A calibração é feita, medindo as atenuações com concentrações volumétricas de particulados já conhecidos.

Colocou-se a proveta apenas com água destilada, no centro do aparelho, isto é, entre a fonte e o detector de radiação. Esse tipo de leitura foi chamado de ensaio em branco R_0 . A aparelhagem tem movimento axial, o que nos permitiu fazer a contagem de pulsos ao longo de toda a extensão da proveta, no entanto posicionou-se o sistema no centro da proveta, para efeito de calibração, considerando que a calibração independe da posição na proveta. Posteriormente efetuaram-se leituras com concentrações volumétricas de sólidos conhecida que variaram de 2 a 18%.

A calibração relaciona a incidência da radiação, antes e após a passagem pela suspensão com uma concentração volumétrica de sólidos (ϵ_s) conhecida a fim de estimar o parâmetro β da Equação 1. A Figura 3 mostra

a curva de calibração para o carbonato em água destilada.

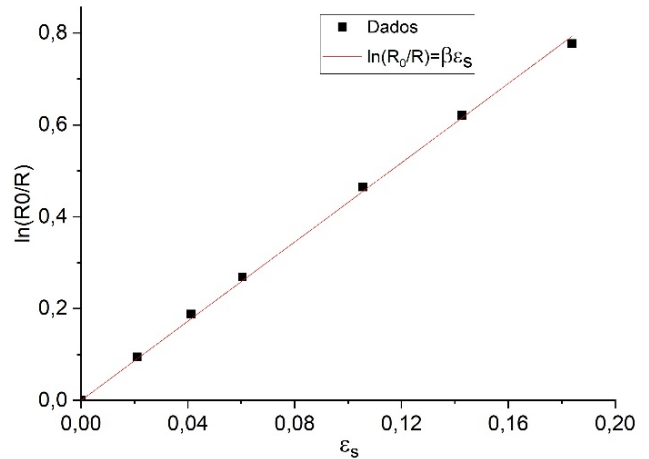


Figura 3: Curva de Calibração

De posse do parâmetro β inclinação da reta na Figura 3 e da contagem de pulsos local (R), através da Equação 1, podemos calcular o valor da concentração volumétrica de sólidos (ϵ_s) em qualquer ponto ao longo do tubo de teste.

No experimento para o estudo do sedimentado foi utilizada uma suspensão de água destilada com carbonato de cálcio na concentração inicial de 6% em volume e efetuou-se as leituras 4 dias após o início do processo de sedimentação que é o tempo necessário para estabilização do sedimento em água destilada, a Figura 4 mostra o sedimento formado após 4 dias de sedimentação.



Figura 4: Sedimento de CaCO_3 em água destilada após 3 dias de sedimentação

Cálculo da Pressão nos Sólidos: De posse dos dados (ε_s vs Z) podemos ajustar os pontos a Equação 2 proposta por Arouca, 2007.

$$\varepsilon_s(Z) = \frac{\varepsilon_{Sm} + aZ}{1 + bZ} \quad (2)$$

Sendo, ε_{Sm} , a e b os coeficientes do modelo que se ajustam aos dados experimentais.

Para se obter a pressão nos sólidos $P(\varepsilon_s)$ utilizou-se a Equação 3 deduzida das equações da continuidade e do movimento (Damasceno, 1992).

$$\frac{dP_s}{dZ} = \frac{\mu\varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} \left(\frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_s}{\varepsilon_s} \right) + (\rho_s - \rho_f)\varepsilon_s g \quad (3)$$

Sendo o subscrito f e s a componente fluido e sólido, q o fluxo, ρ massa específica, ε concentração volumétrica, P pressão, k permeabilidade, g constante gravitacional, μ viscosidade absoluta do fluido e Z posição.

Para um meio poroso estático, formado pela sedimentação gravitacional de uma suspensão no interior de um tubo vertical, não ocorrendo movimentação do fluido ($q_f = 0$) nem do sólido ($q_s = 0$) a Equação 3, se reduz a:

$$P_s = (\rho_s - \rho_f)g \int_0^L \varepsilon_s(Z) dZ \quad (4)$$

Com L sendo o comprimento total do sedimento formado, z a posição do sedimento a partir da sua base e $\varepsilon_s(Z)$ concentração de sólidos modelado pela Equação 2.

Prensa de Adensamento

O equipamento é destinado a aplicação de cargas nas células de adensamento durante o ensaio de adensamento em estudos de caracterização do comportamento de tortas e solos quando sujeito a diferentes cargas, também conhecido como ensaio edométrico, (Lima, 2016).

Basicamente é composto por duas partes sendo uma móvel que transfere as cargas através de um braço de alavanca que amplifica a peso em 1:10, e uma parte fixa a célula de adensamento onde é colocado a amostra a ser estudada, esta célula cilíndrica possui 71,3 mm de diâmetro, 40 cm² de área e 100 ml de volume útil, a Figura 5 mostra o equipamento utilizado.



Figura 5: Prensa de Adensamento

Na parte inferior e superior da célula de adensamento, possui uma pedra porosa por onde escoar a água presente na amostra à medida que esta é submetida a pressões variadas. A amostra comprimida torna-se mais compactada, consequentemente expulsando água de seu interior conforme representado na Figura 6.

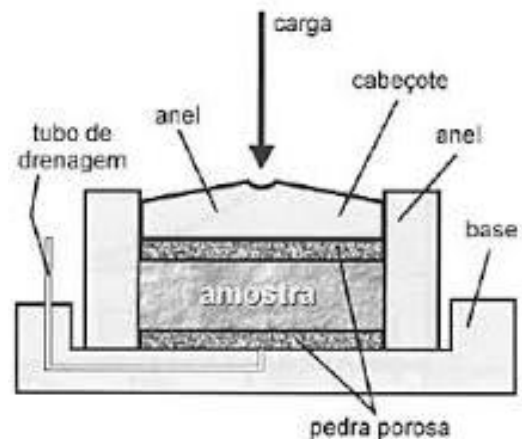


Figura 6: Célula de Adensamento

O equipamento também possui um micrometro digital que registra variações na altura da célula de carga à medida em que esta é submetida à cargas variadas, através destas leituras pode-se determinar a qualquer momento a altura da amostra no interior da célula que multiplicado por sua área (40 cm^2) obtendo o volume total da amostra comprimida (V_T), valor este utilizado na Equação 5.

Procedimento operacional: Utilizou-se no estudo sob altas pressões uma suspensão de carbonato de cálcio a concentração inicial de 15% em volume com água destilada, carbonato este já caracterizado na secção anterior.

O objetivo do teste é levantar valores de concentração volumétrica de sólido (ε_s) para as diferentes pressões aplicadas, o ε_s pode ser encontrado pela Equação 5.

$$\varepsilon_s = \frac{V_s}{V_T} \quad (5)$$

Onde V_s é o volume de sólidos inicialmente medido para suspensão de 15% de carbonato e V_T é o volume total da torta (amostra comprimida) fornada.

A pressão aplicada pelos pesos varia gradativamente de $4,78 \cdot 10^3 \text{ Pa}$ até $1,01 \cdot 10^6 \text{ Pa}$, a Figura 7 mostra a torta formada após a aplicação de todas as cargas.



Figura 7: Torta formada submetida a $1,01 \cdot 10^6 \text{ Pa}$ de pressão.

RESULTADOS

Testes em Baixa Pressão pela TARG para Carbonato de Cálcio em Água Destilada

Com a concentração inicial de 6% em volume após 4 dias efetuou-se as leituras do sedimento estabilizado para várias posições Z , que é apresentado na Figura 8.

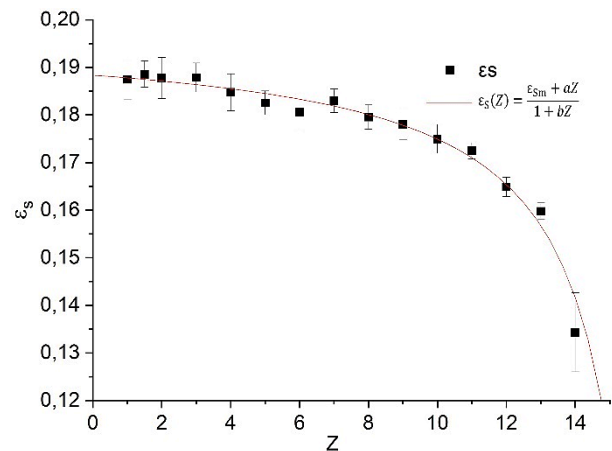


Figura 8 - Distribuições de concentrações de sedimentos de carbonato de cálcio em água destilada.

Maiores concentrações se encontram na base do tubo de teste ($z = 0$), devido ao processo natural de acomodação de partículas menores entre as maiores bem como devido ao efeito da compressão de camadas inferiores pelo próprio peso das camadas superiores. Esse fenômeno mostra-se expressivo quanto mais compressível for o material em sedimentação.

O carbonato de cálcio mostrou-se com um baixo nível de acomodação atingindo concentrações máximas de $\varepsilon_s = 18,8\%$, a altura total do sedimento foi de $Z = 14 \text{ cm}$.

Os dados experimentais foram tratados de forma a obter os parâmetros da Equação 2 que são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros determinados para Equação 2, obtidos no experimento.

Parâmetro	Valor
ε_{sm}	0,1883
a	-0,01182
b	-0,05991
R^2	0,999

Com os parâmetros apresentados na Tabela 1, através da Equação 4 efetuou-se o cálculo para pressão nos sólidos para cada concentração de sólidos local. A pressão nos sólidos pode ser interpretada como sendo a

pressão exercida nos sólidos de camada inferiores gerado pelo peso das camadas superiores.

Conhecida a pressão nos sólidos para cada concentração volumétrica local, foram estimados por regressão não linear os parâmetros da equação proposta por Tiller e Leu (1980), Equação 6.

$$P_s = P_a \left[\left(\frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{1/B} - 1 \right] \quad (6)$$

Sendo P_a , ε_{sc} e β parâmetros a serem estimados. A Tabela 2 apresenta o resultado destes parâmetros.

Tabela 2 - Parâmetro determinados para Equação 6 no Teste em Baixas Pressões.

Parâmetro	Valor
P_a	5,415
ε_{sc}	0,140
$1/B$	14,467
R^2	0,965

Na Figura 9 podemos observar o ajuste da Equação 6 com os dados experimentais.

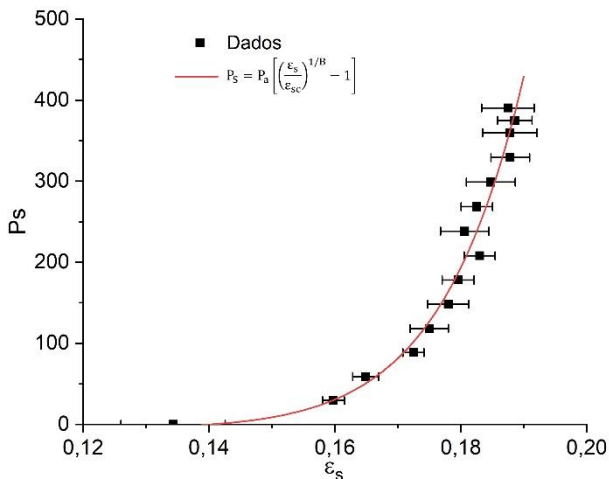


Figura 9: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio pela TARG

Testes em Alta Pressão para Carbonato de Cálcio em Água na Prensa de Adensamento

A concentração inicial de carbonato nos os testes em altas pressões foi de 15% as pressões aplicadas variou-se de $4,78 \cdot 10^3$ Pa até

$1,01 \cdot 10^6$ Pa gradativamente. A Figura 10 é apresentado os resultados dos testes, bem como o ajuste modelado pela Equação 6.

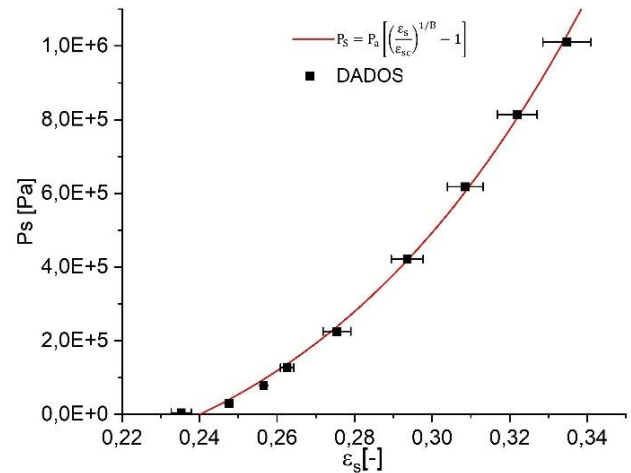


Figura 10: Tensão nos sólidos em função da concentração local para suspensões aquosas de carbonato de cálcio pela Prensa de Adensamento

Observa-se que os ensaios se encontram em uma região crítica de pressão nos sólidos, já que o carbonato comprimido a grandes variações de pressão causa baixas variações na concentração de sólidos.

A Tabela 3 apresenta o resultado dos parâmetros da equação de Tiller e Leu (1980).

Tabela 3: Parâmetro determinados para Equação 6 no Teste em Altas Pressões.

Parâmetro	Valor
P_a	$2,423 \cdot 10^5$
ε_{sc}	0,240
$1/B$	4,98
R^2	0,998

Unificação Dos Dados

Sendo a Equação 4, uma função continua que relaciona da pressão e a concentração nos sólidos, foi proposto um ajuste dos dados unificando as pressões nos sólidos obtidos pela TARG juntamente com os dados da prensa de adensamento.

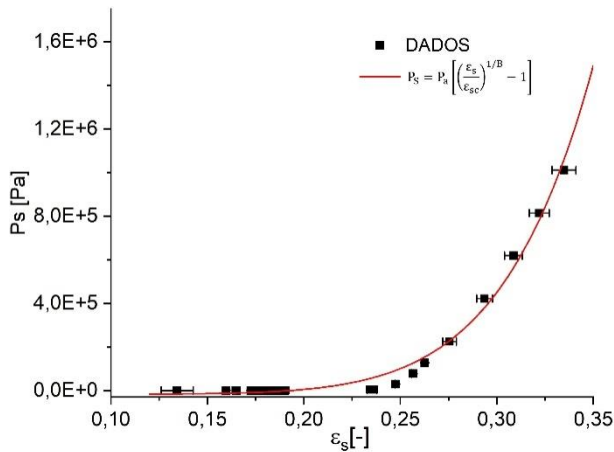


Figura 11 – Pressão nos sólidos para baixas e altas pressões.

Logo é reforçada a constatação de que carbonato mostrou-se compressível, dado que o mesmo se encontra numa faixa de concentração volumétrica de sólidos entre 0,188 e 0,335 sendo 0,335 a compressibilidade máxima alcançada a pressão de $1,01 \cdot 10^6$ Pa. Tal fenômeno pode ser explicado pela baixa polidispersão do carbonato utilizado, uma vez que a polidispersão favorece o empacotamento das partículas pelas menores adentrando entre a maiores.

Objetivando extrapolar o modelo de Tiller e Leu (1980) para uma ampla faixa de depressão e concentração de sólidos, foi proposto um ajuste aos dados unificados de pressão no sólido obtido pela TARG juntamente com os dados da filtração em altas pressões. Na Figura 11 é apresentando o ajuste do modelo aos dados experimentais. Tal ajuste pode ser utilizado na modelagem e dimensionamento de equipamentos e processos de separação sólido-líquido.

Tabela 4: Parâmetro determinados para Equação 6 no Teste em Altas Pressões.

Parâmetro	Valor
Pa	$1,635 \cdot 10^4$
ϵ_{sc}	0,193
1/B	7,6
R ²	0,989

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

ϵ_s tende a ϵ_{sc} . Quando $\epsilon_s < \epsilon_{sc}$ a equação reporta a valores negativos de P_s , o que pode ser interpretado como o efeito da pressão nos sólido ser desprezível para valores abaixo de ϵ_{sc} .

CONCLUSÃO

A técnica de atenuação de raios gama mostrou-se eficiente na determinação dos perfis de concentração de sólidos, em suspensões aquosas de carbonato precipitado.

Os resultados mostraram que o sedimento do carbonato de cálcio é um material compressível.

Com auxílio dos testes na unidade de alta pressão, foi possível determinar equações constitutivas para uma ampla faixa de pressão nos sólidos com um ajuste satisfatório dos parâmetros e reprodutibilidade entre as réplicas.

O modelo de Tiller e Leu (1980), se ajustou bem aos dados de tensão nos sólidos, tanto em baixas pressões quanto em altas.

Os resultados obtidos da prensa de adensamento indicam que o carbonato não atingiu sua compressibilidade máxima podendo tornar-se ainda mais compacto se submetido às pressões além da aplicada.

NOMENCLATURA

P	Pressão	[Kg/ms ²]
k	Permeabilidade	[m ²]
ϵ	Concentração Volumétrica	[-]
R	Contagem de Pulso	[Pulsos/s]
Z	Posição no sedimento	[m]
μ	Viscosidade absoluta	[Pa/s]
q	Fluxo	[m/s]
ρ	Massa especifica	[Kg/m ³]
g	Constante gravitacional	[m/s ²]
L	Comprimento total do sedimento	[m]
V	Volume	[m ³]
$\beta, a, b, \epsilon_{sm}, P_a, \epsilon_{sc}$	Parâmetros dos modelos.	[-]

REFERÊNCIAS

- AROUCA, F. O., 2007. Uma Contribuição ao Estudo da Sedimentação Gravitacional em Batelada, PPGEQ/Faculdade de Engenharia Química da UFU, Uberlândia-MG. (Tese de Doutorado), 322 p.
- DAMASCENO, J. J. R., 1992. Uma Contribuição ao Estudo do Espessamento Contínuo, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro - RJ. (Tese de Doutorado), 176 p.
- FAGUNDES, M. F., 2019. Estudo da sedimentação de partículas em fluidos de perfuração pelo uso da técnica de atenuação de raios gama, PPGEQ/Faculdade de Engenharia Química da UFU, Uberlândia-MG. (Tese de Doutorado), 159 p.
- GARDNEY, R.; ELY-JR, R., 1967. Radioisotope measurement applications in engineering. Reinhold Publishing Corporation, New York - USA.
- KYNCH, G. J. A., 1952. A theory of sedimentation. Trans. Faraday Soc., p. 166-176.
- LIMA, J. M.; GURGEL, M. T., 2018. Determinação e avaliação dos parâmetros de compressibilidade em solos provenientes da formação barreiras em mossoró-rn, Impactos da Tecnologia na Engenharia Civil, Atena 2018.
- MOREIRA, B. A., 2014. Estudo da sedimentação em suspensões de fluidos com Características reológicas pseudoplásticas, PPGEQ/Faculdade de Engenharia Química da UFU, Uberlândia-MG. (Tese de Doutorado), 194 p.
- PREVITI, L. S.; LAVOIE, F. L., 2018. Estudo do Comportamento da Bentonita Utilizada em GCL's (Geosynthetic Clay Liners) para Aplicação em Base de Aterros de Resíduos, COBRAMSEG 2018.
- TILLER, F. M.; LEU, W., 1980. Basic data fitting in filtration. Journal Chin. Inst. Chem. Engrs., p. 61-70.
- ZHOU, Y.; CHEN, L., 2021. Pore-Scale Simulations of Particles Migration and Deposition in Porous Media Using LBM-DEM Coupling Method, Processes Jornal.

AGRADECIMENTO

Os autores gostariam de agradecer aos órgãos **CAPES, CNPq, FAPEMIG** e à empresa **Petrobras** pelo apoio financeiro e à **Faculdade de Engenharia Química** pela infraestrutura para o desenvolvimento deste trabalho.