



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



# Aplicação de secagem por microondas no tratamento de cascalho de perfuração

Marina Seixas Pereira

Uberlândia - MG  
2013



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

Aplicação de secagem por microondas  
no tratamento de cascalho de perfuração

Marina Seixas Pereira

Tese de Doutorado apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Engenharia Química  
da Universidade Federal de Uberlândia como  
parte dos requisitos necessários à obtenção do  
título de Doutor em Engenharia Química, área  
de concentração Desenvolvimento de Processos  
Químicos.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Henrique Ataíde  
Co-orientador: Prof. Dr. Marcos Antônio de  
Souza Barrozo

Uberlândia - MG  
2013

---

P436a Pereira, Marina Seixas, 1985-  
2013 Aplicação de secagem por microondas no tratamento de cascalho  
de perfuração / Marina Seixas Pereira. - 2013.  
122 f. : il.

Orientador: Carlos Henrique Ataíde.  
Coorientador: Marcos Antônio de Souza Barrozo.  
Tese (doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.  
Inclui bibliografia.

1. Engenharia química - Teses. 2. Secagem - Teses. I. Ataíde, Carlos Henrique. II. Barrozo, Marcos Antônio de Souza. III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV. Título.

CDU: 66.0

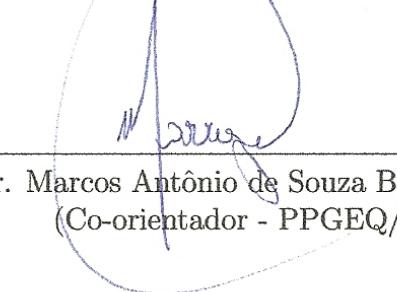
---

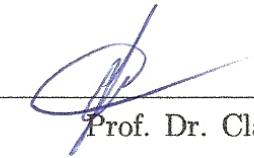
Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG - Brasil

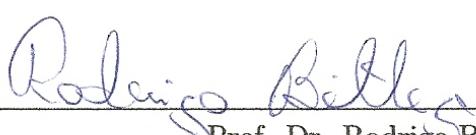
TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA QUÍMICA EM 29 DE AGOSTO DE 2013.

BANCA EXAMINADORA:

  
Prof. Dr. Carlos Henrique Ataíde  
(Orientador - PPGEQ/UFU)

  
Prof. Dr. Marcos Antônio de Souza Barrozo  
(Co-orientador - PPGEQ/UFU)

  
Prof. Dr. Cláudio Roberto Duarte  
(PPGEQ/UFU)

  
Prof. Dr. Rodrigo Béttega  
(DEQ/UFSCAR)

  
Dr. André Leibsohn Martins  
(CENPES/PETROBRAS)



---

## Dedicatória

*Ao meu esposo, André, e aos meus pais,  
Paloma e José Oscar.*



---

# Agradecimentos

Agradeço a Deus que, pela sua graça, me capacitou a cumprir mais essa etapa na minha vida e com seu imensurável amor sempre traz a existência os meus sonhos.

Aos meus incondicionalmente amados pais, exemplos de caráter, que desde tenra idade me incentivam em prosseguir no caminho da busca pelo conhecimento.

Ao meu amado esposo André, por seu cuidado, carinho, incentivo e exemplo de perseverança e ousadia.

Ao meu orientador Carlos Henrique Ataíde pelo incentivo, paciência, confiança e amizade durante a realização deste trabalho e que foram fundamentais para o meu crescimento pessoal e profissional.

Ao professor Marcos Antônio de Souza Barrozo pelo apoio e atenção dispensada.

Ao amigo Curt que muito contribuiu no desenvolvimento e conclusão deste projeto, principalmente com seu conhecimento de campo.

À amiga Bruna, que fez o tempo passado em laboratório mais agradável e alegre.

À amiga Cássia que me ajudou na construção dessa tese, me passando seus ensinamentos sobre o *Latex*.

Ao aluno de Iniciação Científica Matheus por colaborar de maneira direta e fiel na parte experimental deste trabalho.

Aos funcionários da empresa Innovare por toda assistência técnica concedida, principalmente na fase de ajuste da unidade experimental.

Ao Laboratório de Telecomunicações da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (Natal-RN), representado na pessoa do Prof. Dr. Ronaldo Martins, pela gentileza da série de análises prontamente realizadas.

Ao programa e ao corpo docente da Pós-Graduação em Engenharia Química da UFU, por confiarem e acreditarem em mim e no meu trabalho para o doutorado direto.

À PETROBRAS por conceder todo o material utilizado nos ensaios experimentais, pelas informações prontamente fornecidas e pelos recursos dispensados.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível superior (CAPES) pelo suporte financeiro.

Enfim, a todos que, de uma forma ou de outra, estiveram presentes em minha vida e foram, com certeza, essenciais para a execução e conclusão desta tese.

*”Porque o Senhor dá a sabedoria, e da sua boca  
vem a inteligência e o entendimento.”*

Provérbios 2:6



---

# SUMÁRIO

<b>Lista de Figuras</b>	<b>vii</b>
<b>Lista de Tabelas</b>	<b>xi</b>
<b>Lista de Símbolos</b>	<b>xiii</b>
<b>Resumo</b>	<b>xv</b>
<b>Abstract</b>	<b>xvii</b>
<b>1 Introdução</b>	<b>1</b>
<b>2 Revisão Bibliográfica</b>	<b>5</b>
2.1 Fluido de perfuração . . . . .	5
2.1.1 Tipos de fluido de perfuração . . . . .	6
2.1.2 Funções do fluido de perfuração . . . . .	13
2.1.3 Propriedades do fluido de perfuração . . . . .	15
2.2 Sistema de controle de sólidos . . . . .	16
2.2.1 Recuperação do fluido de perfuração . . . . .	19
2.2.2 Tratamento dos cascalhos de perfuração . . . . .	22
2.2.3 A questão ambiental . . . . .	24
2.3 Perspectivas quanto ao sistema de limpeza do cascalho . . . . .	27

2.3.1	Dessorção térmica . . . . .	28
2.3.2	Dessorção termomecânica . . . . .	29
2.3.3	Extração supercrítica . . . . .	31
2.3.4	Secagem a vácuo . . . . .	31
2.4	Secagem por microondas . . . . .	32
2.4.1	Fundamentos teóricos . . . . .	33
2.4.2	Algumas aplicações do aquecimento por microondas . . . . .	38
2.4.3	Secagem de cascalho por microondas . . . . .	39
2.5	Planejamento de experimentos . . . . .	41
<b>3</b>	<b>Materiais e Métodos</b>	<b>43</b>
3.1	Materiais utilizados . . . . .	43
3.2	Metodologia para caracterização dos materiais . . . . .	44
3.2.1	Cascalho de perfuração . . . . .	44
3.2.2	Fluido de perfuração . . . . .	46
3.3	Unidade experimental . . . . .	48
3.4	Metodologia para ensaios experimentais . . . . .	51
3.4.1	Avaliação inicial do procedimento . . . . .	52
3.4.2	Efeito da temperatura de controle . . . . .	52
3.4.3	Efeito da potência . . . . .	53
3.4.4	Efeito da energia específica . . . . .	53
3.4.5	Efeito da reidratação . . . . .	53
3.4.6	Resumo dos ensaios experimentais . . . . .	54
3.5	Planejamento Composto Central . . . . .	55
<b>4</b>	<b>Resultados e Discussões</b>	<b>59</b>
4.1	Caracterização dos materiais . . . . .	59
4.1.1	Cascalho de perfuração . . . . .	60
4.1.2	Fluido de perfuração . . . . .	63
4.2	Avaliação do efeito de diferentes variáveis . . . . .	67

---

4.2.1	Avaliação inicial do procedimento . . . . .	68
4.2.2	Efeito da temperatura de controle . . . . .	69
4.2.3	Efeito da potência . . . . .	71
4.2.4	Efeito da energia específica . . . . .	73
4.2.5	Efeito da reidratação . . . . .	76
4.3	Planejamento Composto Central . . . . .	77
4.4	Aspectos gerais da descontaminação de cascalho . . . . .	87
<b>5</b>	<b>Conclusões e Sugestões</b>	<b>91</b>
5.1	Conclusões . . . . .	91
5.2	Sugestões para trabalhos futuros . . . . .	93
<b>Referências Bibliográficas</b>		<b>99</b>
<b>Apêndice A - Configurações das fontes utilizadas para variar a potência aplicada</b>		<b>100</b>
<b>Apêndice B - Resultados de testes exploratórios</b>		<b>104</b>
<b>Apêndice C - Resultados preliminares</b>		<b>112</b>
<b>Apêndice D - Gráficos de distribuição de resíduos</b>		<b>119</b>



---

# LISTA DE FIGURAS

1.1	Sistema de controle de sólidos e descontaminação do cascalho de perfuração.	3
2.1	Fluido de perfuração sintético que retorna do poço sendo perfurado.	6
2.2	Dispersão de cascalho com fluido de perfuração aquoso (a) e não aquoso (b) (SCHAFFEL, 2002).	12
2.3	Esquema de um sistema de controle de sólidos convencional com descontaminação do cascalho de perfuração.	17
2.4	Fluxo de material e estrutura do “secador” de cascalho.	23
2.5	Unidade de dessorção térmica convencional.	28
2.6	Unidade de dessorção termomecânica (vista frontal e lateral).	29
2.7	Processo de dessorção termomecânica (TCC <sup>RM</sup> ).	30
2.8	Sistema de secagem a vácuo.	32
2.9	Diagrama de ondas eletromagnéticas planas (MUJUMDAR, 2007)	34
2.10	Mecanismo de aquecimento por microondas (BOGDAL; PROCIAK, 2007)	34
2.11	Efeito da umidade no fator de perda dielétrica (MUJUMDAR, 2007)	36
3.1	Unidade Experimental.	49
3.2	Interface do sistema de controle e operação do forno.	50
3.3	Material alimentado no forno em recipientes de vidro.	51
4.1	Distribuição de tamanho acumulada e de frequência do cascalho de perfuração obtidas por peneiramento.	60

4.2	Imagen do cascalho de perfuração. . . . .	62
4.3	Razão de Aspecto (RA) e fator de circularidade (FC) do cascalho de perfuração. . . . .	62
4.4	Distribuição de tamanho acumulada e de frequência do cascalho de perfuração obtidas por análise de imagem digital. . . . .	63
4.5	Tensão cisalhante e viscosidade aparente do fluido de perfuração medidas conforme procedimento de campo. . . . .	64
4.6	Curva de escoamento e variação da viscosidade aparente do fluido de perfuração. . . . .	65
4.7	Comparação entre propriedades reológicas do fluido empregado e de um fluido padrão. . . . .	65
4.8	Constante dielétrica ( $\varepsilon'_r$ ) e fator de perda dielétrica ( $\varepsilon''_r$ ). . . . .	67
4.9	Curvas de aquecimento - ensaios de repetibilidade. . . . .	68
4.10	Curvas de aquecimento - diferentes temperaturas de controle. . . . .	69
4.11	Efeito da temperatura no fluido recuperado. . . . .	70
4.12	Efeito de potência. . . . .	71
4.13	Curvas de aquecimento - efeito de potência. . . . .	72
4.14	Efeito de energia específica para n-parafina. . . . .	73
4.15	Efeito de energia específica para água . . . . .	74
4.16	Curva de aquecimento média do cascalho de perfuração. . . . .	75
4.17	Efeito da reidratação. . . . .	76
4.18	Superfície de resposta para o teor de n-parafina residual. . . . .	81
4.19	Superfície de resposta para o percentual de n-parafina removido. . . . .	82
4.20	Superfície de resposta para a capacidade. . . . .	83
4.21	Superfície de resposta para a razão de limpeza. . . . .	84
4.22	Protótipo da unidade contínua semi-industrial para secagem de cascalho de perfuração por microondas. . . . .	87
4.23	Cascalho seco no secador microondas (a) e convencional (b) e fluido recuperado no secador microondas (c) e convencional (d). . . . .	88
A.1	Vista superior da unidade experimental para diferentes potências aplicadas. 103	
B.1	Cinética de secagem da amostra A. . . . .	109

B.2	Taxa de secagem da amostra A. . . . .	109
B.3	Teores de n-parafina e água residual nas amostras A e B. . . . .	110
D.1	Distribuição de resíduos do ajuste do teor de n-parafina residual. . . . .	121
D.2	Distribuição de resíduos do ajuste do percentual de n-parafina removido. .	121
D.3	Distribuição de resíduos do ajuste da capacidade. . . . .	122
D.4	Distribuição de resíduos do ajuste do razão de limpeza. . . . .	122



---

## LISTA DE TABELAS

2.1	Composição de fluidos aquosos convencionais. . . . .	8
2.2	Composição de fluidos aquosos poliméricos catiônicos. . . . .	9
2.3	Composição de fluidos não-aquosos a base de n-parafina. . . . .	11
2.4	Classificação de sólidos quanto ao tamanho. . . . .	18
2.5	Taxa de geração de cascalho e consumo de fluido de perfuração. . . . .	19
2.6	Índices de permissão de exposição humana a ondas de radiofrequência em ambientes controlados. . . . .	38
3.1	Resumos dos testes para avaliar diferentes efeitos. . . . .	55
3.2	Matriz de um Planejamento Composto Central para 3 fatores e 6 réplicas do ponto central. . . . .	56
3.3	Correspondência entre fatores e suas formas codificadas. . . . .	57
4.1	Parâmetros do modelo RRB para o cascalho de perfuração. . . . .	61
4.2	Densidade real do cascalho em diferentes faixas de tamanho. . . . .	61
4.3	Comparação entre fluido de perfuração utilizado nos ensaios e em campo. .	64
4.4	Parâmetros do modelo HB para o fluido de perfuração utilizado e padrão. .	66
4.5	Valor médio e desvio padrão das respostas no teste de repetibilidade. . .	69
4.6	Valor médio e desvio padrão das respostas no teste de efeito da temperatura. .	70
4.7	Variação percentual no teor de n-parafina residual. . . . .	72
4.8	Comparação do efeito da reidratação do cascalho em base úmida e base seca. .	77

4.9	Resultados dos ensaios do PCC. . . . .	78
4.10	Resultados estatísticos para teor de água residual. . . . .	79
4.11	Parâmetros significativos do modelo ajustado para as respostas. . . . .	80
4.12	Tabela de influência de cada variável nas diferentes respostas. . . . .	86
4.13	Valores assumidos por cada resposta em em uma região ótima. . . . .	86
B.1	Teor mássico de água, n-parafina e sólidos no fluido puro após aquecimento por microondas. . . . .	108
B.2	Massa de água, n-parafina e sólidos no fluido puro após aquecimento por microondas (base de cálculo igual a 100 g). . . . .	108
B.3	Energia específica dos Ensaios 2 (E2) e 3 (E3) para as amostras A, B e C. .	111
C.1	Resultados na etapa de ajuste da unidade experimental. . . . .	116
C.2	Resultados na etapa de ajustes operacionais. . . . .	118

---

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$	Nível axial do Planejamento composto central	[ $-$ ]
$\delta$	Fator do Planejamento Composto Central na escala original	[ $-$ ]
$\bar{\delta}$	Média dos fatores do Planejamento Composto Central na escala original	[ $-$ ]
$\varepsilon'_r$	Permissividade elétrica relativa	[ $-$ ]
$\varepsilon''_r$	Fator de perda dielétrica	[ $-$ ]
$\varepsilon_0$	Permissividade elétrica do vácuo	[ $A^2 M^{-1} L^{-3} T^4$ ]
$\varepsilon_r^*$	Permissividade elétrica relativa complexa	[ $-$ ]
$\gamma$	Viscosidade aparente	[ $M^1 L^{-1} T^{-1}$ ]
$\lambda_0$	Comprimento de onda eletromagnética	[ $L^1$ ]
$\tau$	Tensão cisalhante	[ $M^1 L^{-1} T^{-2}$ ]
$\tau_0$	Parâmetro do modelo Herschel-Bulkley: tensão crítica de escoamento	[ $M^1 L^{-1} T^{-2}$ ]
$A$	Área da projeção bidimensional da uma partícula	[ $L^2$ ]
$C$	Capacitância de um capacitor preenchido com certo material	[ $A^2 M^{-1} L^{-2} T^4$ ]
$C_0$	Capacitância de um capacitor vazio (vácuo)	[ $A^2 M^{-1} L^{-2} T^4$ ]

---

$D$	Profundidade de penetração da microondas	[L <sup>1</sup> ]
$E$	Campo elétrico	[ $\cdot$ ]
$E_0$	Intensidade do campo elétrico	[A <sup>-1</sup> M <sup>1</sup> L <sup>1</sup> T <sup>-2</sup> ]
$f$	Frequência de um campo eletromagnético	[T <sup>-1</sup> ]
$H$	Campo magnético	[ $\cdot$ ]
$H_0$	Intêncidade de um campo magnético	[A <sup>1</sup> L <sup>-1</sup> ]
$K$	Parâmetro do modelo Herschel-Bulkley: índice de consistência	[M <sup>1-n</sup> L <sup>n-1</sup> T <sup>-(2+3n)</sup> ]
$k$	Número de fatores em um Planejamento Composto Central	[ $\cdot$ ]
$N$	Número de ensaios experimentais em um Planejamento composto Central	[ $\cdot$ ]
$n$	Parâmetro do modelo Rosin-Rammler-Bennet: índice de comportamento (Eq. 3.1)	[ $\cdot$ ]
$n$	Parâmetro do modelo Herschel-Bulkley: índice de comportamento (Eq. 3.3)	[ $\cdot$ ]
$n_i$	Número $i$ de réplicas do ponto central em um Planejamento composto Central	[ $\cdot$ ]
$P$	Perímetro equivalente	[L <sup>1</sup> ]
$p$	Densidade de potência	[M <sup>1</sup> L <sup>-2</sup> T <sup>-3</sup> ]
$X$	Distribuição de tamanho acumulada	[ $\%$ ]
$X$	Umidade do cascalho	[ $\%$ ]
$X_c$	Umidade crítica do cascalho	[ $\%$ ]
$x$	Fator codificado de um Planejamento Composto Central	[ $\cdot$ ]
$d_p$	Diâmetro equivalente de uma partícula	[L <sup>1</sup> ]
$d_{63,2}$	Parâmetro do modelo Rosin-Rammler-Bennet: diâmetro com undersize igual a 63,2%	[L <sup>1</sup> ]

---

## Resumo

Como efluente da atividade de perfuração de poços de petróleo e gás, há a geração de cascalhos contaminados ou revestidos com fluido de perfuração. Uma legislação ambiental mais rigorosa e a necessidade de reduzir os custos de perfuração apontam para a necessidade de otimização da separação e reutilização do fluido de perfuração. Como exemplos de equipamentos utilizados na recuperação do fluido de perfuração, podem ser citados as peneiras vibratórias, os hidrociclones e as centrífugas. Atualmente, centrífugas verticais filtrantes são utilizadas para adequar os cascalhos às leis ambientais de descarte deste resíduo. Neste contexto, o presente trabalho traz um estudo sobre a aplicação de secagem por microondas no tratamento de cascalhos de perfuração. Ensaios exploratórios realizados em microondas doméstico indicaram o uso desta tecnologia como uma alternativa promissora para a descontaminação de cascalho. Nesta etapa, teores inferiores a 2% de n-parafina residual foram alcançados. A partir destes indícios, foi desenvolvido um forno microondas em escala de bancada para a secagem de cascalho contaminado com fluido de perfuração. A avaliação de diferentes aspectos do processo foi conduzida e foi proposto também um Planejamento Composto Central, tendo como variáveis a concentração inicial de fluido, a massa de material alimentada no forno e a energia específica aplicada. Neste caso, as respostas foram: teor residual de água e n-parafina, percentual de n-parafina removido, capacidade e massa de n-parafina removida por unidade de energia. Os testes iniciais mostraram que a temperatura de controle não afeta a eficiência de remoção da fase orgânica, porém parece afetar a qualidade do material recuperado no processo. A potência tem influência negativa na descontaminação do cascalho e a energia específica, por sua vez, afeta positivamente esse processo. A partir do Planejamento Composto Central proposto, foi possível verificar que a secagem de cascalhos por microondas é favorecida pelo aumento da massa e energia específica e prejudicada pelo aumento da concentração inicial de fluido no material. No geral, os resultados mostram que o cascalho submetido à secagem por microondas alcança teores de n-parafina residual inferiores aos alcançados atualmente com a centrífuga vertical (cerca de 4%), chegando a percentuais abaixo de 1%. Além disso, o fluido é recuperado livre de sólidos e pode ser, então, diretamente reutilizado. Finalmente, o presente trabalho gerou um conjunto de informações de grande importância para a indústria de petróleo e ainda tem aplicação direta na mesma.

**Palavras-chave:** fluido de perfuração, cascalho de perfuração, secagem por microondas



---

## Abstract

Coated or contaminated cuttings with drilling fluid are a residue of drilling. A more restrictive environmental legislation and the need to reduce the costs of drilling lead to optimization of solid-liquid separation and recycling drilling fluids. Shale shakers, hydrocyclones and centrifuges are examples of equipments used for processing drilling fluids. Nowadays, vertical filter centrifuges are used to adjust the cuttings into environmental laws. In this context, this work brings a study on the. Exploratory tests were carried out on domestic microwave oven and indicated the use of this technology as a promising alternative for cuttings decontamination. In this stage, residual n-paraffin contents lower than 2% were achieved. From these evidences, a microwave oven in bench scale was developed for drying contaminated cuttings. A set of aspects of the process were evaluated in this experimental unit. This drying methodology applied to contaminated cuttings was studied through several experimental tests and through a Central Composite Design of Experiments where the manipulated variables were drilling fluid concentration, mass and specific energy. The response variables were residual water and n-paraffin content, percentage of n-paraffin removed, mass flow and mass of n-paraffin removed per unit of energy. Initial tests showed that temperature does not affect the removal efficiency of the organic phase, but seems to affect the quality of the recovered material in the process. The power has negative influence on the cuttings decontamination and specific energy positively affects this process. From the Central Composite Design proposed, it is evident that microwave cuttings drying is favored by the increased mass and specific energy and harmed by the increase of the initial fluid concentration. The results show that cuttings drying carried out on microwave dryer reach levels of residual n-paraffin content lower than ones currently achieved by vertical filter centrifuge (about 4 %), reaching percentages below 1 %. Furthermore, the recovered fluid is free of solids and may be directly reused. Finally, this work has produced a set of important information to the oil industry and even has direct application in it.

**Keywords:** drilling fluid, drilled cuttings, microwave drying



---

---

# CAPÍTULO 1

---

## Introdução

 este capítulo são apresentados uma introdução sobre o sistema de controle de sólidos na atividade petrolífera, o equipamento comumente empregado no tratamento de cascalhos e a secagem por microondas como uma alternativa a esse processo. Também são abordados aqui as motivações, justificativas e objetivos do estudo proposto.

Inicialmente, é de considerável importância esclarecer que o presente trabalho nasceu de uma parceria entre a Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia e a Petróleo Brasileiro S.A. (Petrobras). O doutorado apresentado aqui tem cunho tecnológico e aplicação direta na indústria petrolífera. Todo o projeto foi conduzido a fim de atender às necessidades técnicas da Petrobras, a qual, por sua vez, forneceu todo o suporte referente a material, informações de processo, literatura específica e recursos financeiros, para que esse trabalho pudesse ser concluído.

No processo de perfuração, utiliza-se um fluido para remoção de fragmentos de diversos tipos de rochas (cascalhos) gerados durante o processo. Esse fluido é injetado por bombas para o interior da coluna de perfuração e retorna à superfície pelo espaço anular entre a coluna e o poço (THOMAS, 2004). Com a evolução da operação de perfuração, passaram a existir vários tipos de fluido; segundo Darley e Gray (1988) e Thomas (2004), a classificação de um fluido de perfuração é feita em função de sua composição, sendo que o principal critério se baseia na natureza da fase contínua. Neste critério, os fluidos são classificados em fluidos de base aquosa e fluidos de base não-aquosa.

O emprego do fluido de perfuração, por sua vez, gera uma mistura sólido-líquido (fluido+cascalho) que deve ser separada. Desta forma, associado à perfuração tem-se o chamado sistema de controle de sólidos, que envolve diversos equipamentos responsáveis por promover essa separação. O objetivo dos sistemas modernos de controle de sólidos é a redução global do custo da operação de perfuração, removendo os cascalhos e minimizando a perda de fluido associado a estes (PETROBRAS, 2008).

Um outro objetivo a ser atingido é o cumprimento da legislação ambiental quanto ao descarte dos resíduos gerados nesse processo (ASME, 2005). Esta etapa envolve separação sólido-líquido, na qual o teor de n-parafina nos resíduos descartados em alto mar deve ser reduzido a um valor inferior a 6,9 % em massa, quando um fluido de perfuração sintético é utilizado (UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, 2010).

Atualmente, o que de mais avançado há nos sistemas de controle de sólidos é nada menos do que versões melhoradas dos equipamentos originais, introduzidos na indústria de petróleo na década 1930 (BRICE, 2006). Embora muito mais eficiente e robusta, a tecnologia base no controle de sólidos teve poucas mudanças ao longo das últimas décadas. Certamente, o futuro dos sistemas de controle de sólidos será fundamentado nas diversas tentativas de aumentar a eficiência global de remoção de cascalhos do fluido de perfuração. Isso leva à melhoria contínua desse sistema, que inclui peneiras, hidrociclones e centrífugas, além de um investimento considerável em pesquisa e desenvolvimento de tecnologias alternativas.

Um equipamento muito importante nesse processo e também no reaproveitamento do fluido de perfuração é o “secador” de cascalho. Esse equipamento, que na verdade é uma centrífuga filtrante vertical, é utilizado para adequar os cascalhos provenientes do sistema de controle de sólidos às leis ambientais, recuperando consequentemente maior quantidade de fluido de perfuração (PEREIRA, 2010). Desta forma, a secagem do cascalho é muitas vezes referida como uma limpeza secundária dos sólidos. A recuperação do fluido de perfuração leva a uma redução de 10 a 25% no volume de resíduo de perfuração, assim, a secagem tornou-se então um procedimento padrão em sistemas fechados de controle de sólidos (PETROBRAS, 2008).

O “secador” de cascalho é, portanto, peça fundamental na adequação dos resíduos aos padrões ambientais de descarte e secundariamente na máxima recuperação de fluido de perfuração. Esse equipamento tem alcançado importância considerável na atualidade, devido às crescentes exigências ambientais, ganhando atenção destacada por parte das indústrias petrolíferas (PEREIRA, 2010).

Atualmente, a centrífuga filtrante vertical atende a legislação ambiental. No entanto, riscos operacionais ligados a esse equipamento, e o fato do teor de fluido de per-

furação residual alcançado estar muito próximo do limite ambiental, levam à busca por tecnologias alternativas. Com isso, tem havido um aumento substancial no interesse em reduzir a concentração de fluido pelo uso de diferentes equipamentos.

A secagem industrial por microondas vem sendo desenvolvida ao longo dos últimos anos e se mostra uma alternativa inovadora para a descontaminação de cascalhos de perfuração. Esse processo já é utilizado de forma eficaz nas indústrias de secagem de madeira (GANDOLFI, 2005; SEBRAE, 2009) e alimentícia (CUNHA et al., 2003; ROSA, 2010) e também vem sendo desenvolvida a produção de carvão vegetal (FIESP, 2010).

O esquema mostrado na Figura 1.1 resume o que foi elucidado até aqui, ou seja, o sistema de controle de sólidos, o uso da centrífuga filtrante para adequação dos cascalhos à legislação ambiental e a proposição da secagem por microondas como uma alternativa à esse equipamento.

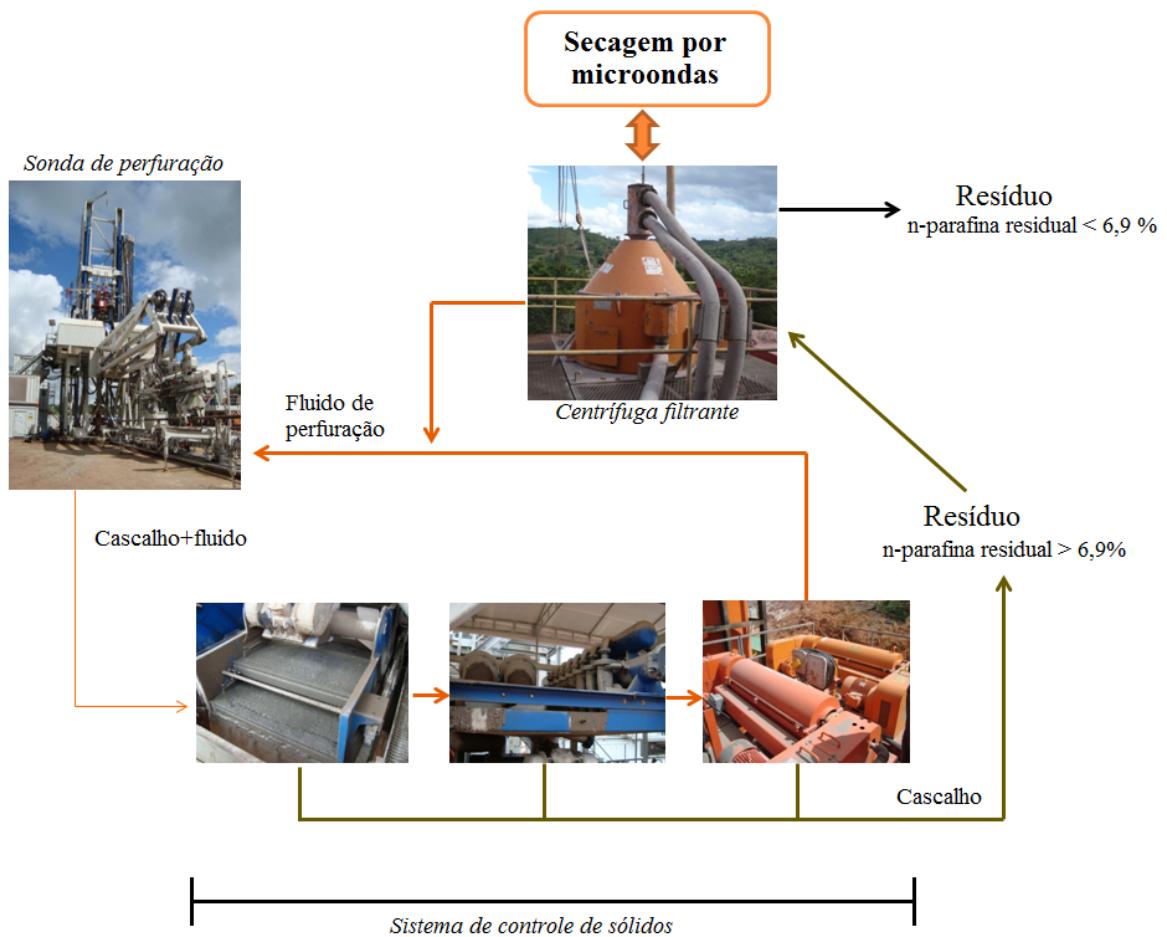


Figura 1.1: Sistema de controle de sólidos e descontaminação do cascalho de perfuração.

Na secagem por microondas, a energia é fornecida diretamente aos materiais por meio da interação molecular com o campo eletromagnético formado por microondas. As-

sim, através dessa técnica, os elementos do material são aquecidos individualmente e de forma instantânea (MUJUMDAR, 2007; MEREDITH, 1998).

O processamento por microondas tem algumas vantagens para o tratamento de materiais que contém uma mistura de material absorvente e transparente, como no caso do cascalho de perfuração contaminado. As microondas são absorvidas pelas substâncias com alto fator de perda dielétrica e passam através dos componentes com baixo fator de perda dielétrica, resultando em um aquecimento seletivo. Neste caso, economias significativas de energia são possíveis uma vez que o material dielétrico pode ser aquecido sem que ocorra o aquecimento de toda a matriz (ROBINSON et al., 2010).

O objetivo geral deste trabalho foi investigar o processo de secagem por microondas como uma alternativa ao tratamento de cascalhos contaminados com fluido de perfuração e levantar dados e informações que sejam a base para trabalhos futuros, que visem a construção de uma unidade industrial de tratamento de cascalho por microondas. Objetivos específicos consistiram da realização de uma série de ensaios para avaliação de diferentes efeitos no processo de secagem de cascalho, como, por exemplo, efeito de potência, energia específica e temperatura.

O foco principal do trabalho, por sua vez, foi a realização de um estudo experimental da secagem de cascalho por microondas, utilizando uma unidade em batelada. A partir desse estudo, pretendeu-se obter informações importantes quanto ao processo, tais como, as principais variáveis que afetam esse sistema, em diferentes aspectos, e o efeito de interação entre essas variáveis. A motivação desse trabalho foi, sobretudo, buscar uma alternativa tecnológica que atenda às legislações ambientais, as quais estão cada vez mais exigentes quanto ao descarte de cascalho contaminado com fluido de perfuração, mas também, propor uma tecnologia mais segura e econômica que a encontrada em campo.

A seguir são apresentados os capítulos referentes ao desenvolvimento deste estudo. O *Capítulo 2* apresenta uma revisão de literatura, destacando as características do fluido de perfuração, o sistema de controle de sólidos, algumas técnicas empregadas no tratamento de cascalho de perfuração e o processo de secagem por microondas. O *Capítulo 3* descreve os materiais, a unidade experimental e a metodologia empregada para a realização do presente trabalho. O *Capítulo 4* aborda os resultados obtidos referentes à caracterização dos materiais, aos ensaios conduzidos e ao Planejamento Composto Central realizado, tendo como variáveis a massa, a concentração de fluido e a energia específica aplicada. Por fim, o *Capítulo 5* apresenta as principais conclusões relativas ao trabalho realizado e também sugestões para trabalhos futuros.

---

---

# CAPÍTULO 2

---

## Revisão Bibliográfica

Este capítulo apresenta uma revisão bibliográfica a respeito do fluido de perfuração, do sistema de controle de sólidos em sondas de petróleo, uma perspectiva em relação aos diversos métodos de limpeza do cascalho de perfuração, o processo de secagem por microondas aplicado ao tratamento deste resíduo e uma breve descrição sobre planejamento de experimentos.

### 2.1 Fluido de perfuração

A perfuração ocorre em locais previamente determinados pelas pesquisas geológicas e geofísicas e estabelecidos de forma a minimizar os danos ambientais e atender às condições técnicas de modo que seja possível atingir a provável jazida (LIMA; SOUZA, 2002). Os fragmentos da rocha, gerados durante a perfuração, são comumente chamados de cascalhos de perfuração e são removidos continuamente, tendo como agente carreador fluidos de perfuração.

Esse fluido é injetado por bombas para o interior da coluna de perfuração, através da cabeça de injeção e retorna à superfície pelo espaço anular, formado pelas paredes do poço e pela coluna (THOMAS, 2004). A Figura 2.1 ilustra um fluido de perfuração do tipo sintético, à base de n-parafina, que retorna do poço.



Figura 2.1: Fluido de perfuração sintético que retorna do poço sendo perfurado.

O fluido de perfuração é separado dos cascalhos através de um processo de separação sólido-líquido e, depois de devidamente tratado, retorna ao poço, operando assim em circuito fechado. A análise contínua desses cascalhos permite detectar os primeiros indícios de hidrocarbonetos nas formações rochosas (LIMA; SOUZA, 2002).

Os fluidos de perfuração são misturas complexas de sólidos, líquidos e, por vezes, gases. Do ponto de vista químico, eles podem assumir aspectos de suspensão, dispersão coloidal ou emulsão, dependendo do estado físico de seus componentes. Quando da perfuração dos primeiros poços de petróleo utilizava-se a própria argila da formação misturada à água formando uma espécie de lama, motivo do fluido também ser denominado lama de perfuração (THOMAS, 2004).

A utilização de fluidos de perfuração começou em 1901 no poço de *Spindletop* no Texas e seu desenvolvimento permanece até hoje como um grande desafio para a indústria do petróleo. Busca-se, atualmente, o ponto ótimo entre custo, performance técnica, e a partir da década de 80, o cumprimento de legislações ambientais (SCHAFFEL, 2002).

Em suma, a eficiência da perfuração de um poço depende das características das rochas perfuradas e do fluido de perfuração empregado, tais como viscosidade, densidade e vazão, e de parâmetros operacionais como rotação, tipo de broca, peso aplicado sobre a broca e jatos utilizados.

### 2.1.1 Tipos de fluido de perfuração

A classificação de um fluido de perfuração é feita em função de sua composição. Embora ocorram divergências, o principal critério se baseia no constituinte principal da fase continua. Neste critério, os fluidos são classificados em fluidos de base aquosa (ou simplesmente aquosos) e fluidos de base não aquosa (ou simplesmente não aquosos). Há ainda a utilização de gás, que pode ser ar ou gás natural, e fluidos aerados (normalmente com

nitrogênio), no entanto, essa prática é pouco utilizada (THOMAS, 2004).

Os fluidos não-aquosos são ainda sub-classificados de acordo com a origem e conteúdo de hidrocarbonetos utilizados em sua base (AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION, 1994; ASME, 2005). A partir do final da década de 80, pesquisa e desenvolvimento desse tipo de fluido passaram a adquirir importância significativa e estratégica, principalmente em função do rigor crescente da legislação ambiental nacional e internacional.

### Fluidos aquosos

A definição de um fluido à base de água considera principalmente a natureza da água e os aditivos químicos empregados no preparo do fluido. A proporção entre os componentes básicos e as interações entre eles provoca sensíveis modificações nas propriedades físicas e químicas do fluido. Consequentemente, a composição é o principal fator a considerar no controle das suas propriedades. Obviamente, a água é a fase contínua e o principal componente de qualquer fluido aquoso (THOMAS, 2004).

Esse tipo de fluido é, geralmente, de fácil manipulação, de baixo custo de manutenção, pode ser formulado para superar diversos problemas de perfuração e provoca um menor impacto ambiental em relação aos fluidos não aquosos. A fim de melhor compreender o amplo espectro de fluidos à base de água, eles são divididos em três sub-classificações principais (AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION, 1994):

- Não inibidores.
- Inibidores.
- Polímeros.

Os fluidos não inibidores são aqueles que não suprimem significativamente o inchaço da argila, são geralmente compostos por argilas nativas ou bentonitas comerciais com pequena quantidade de soda cáustica ou cal. Eles também podem conter defloculantes e/ou dispersantes, tais como: lignitos, lignosulfonatos ou fosfatos. Sólidos nativos são dispersos no sistema quando as propriedades reológicas do fluido não puderem mais ser controladas pela diluição da água.

Já os fluidos inibidores retardam sensivelmente a expansão da argila e alcançam essa inibição pela presença de cátions; tipicamente, sódio ( $Na^+$ ), cálcio ( $Ca^{++}$ ) e potássio ( $K^+$ ). Geralmente o potássio e o cálcio, ou uma combinação dos dois, fornecem a maior inibição de dispersão de argila. Estes sistemas são geralmente utilizados para a perfuração

de argilas hidratáveis ou areias contendo argilas hidratáveis. Como a fonte do cátion é geralmente um sal, o descarte de resíduos pode tornar-se uma parcela importante do custo do uso de um fluido inibidor, pois descarte de qualquer material contendo alto teor de sal deve seguir rigorosa legislação ambiental. A Tabela 2.1 mostra a composição de um fluido aquoso convencional com agentes obturantes, bem como, a função de cada aditivo ou componente (PETROBRAS, 2011).

Tabela 2.1: Composição de fluidos aquosos convencionais.

Componente	Função	Composição
Água industrial	Fase contínua	QSP volume
Barrilha leve	Precipitar $\text{Ca}^{+2}$ e $\text{Mg}^{+2}$	0 a 0,5 lb/bbl
Argila ativada	Viscosificante	10 a 15 lb/bbl
Mica fina	Obturante	30 lb/bbl
Calcário fino	Obturante	10 lb/bbl
Calcário médio	Obturante	20 lb/bbl
Soda cáustica	Alcalinizante	0,25 a 0,5 lb/bbl

QSP = quantidade suficiente para; bbl = barril de petróleo (159 litros).

O tipo de fluido descrito na Tabela 2.1 é composto por agentes obturantes, os quais têm por finalidade selar as formações porosas. Esse fluido de perfuração é empregado quando se perfura fases em que predominam grandes extensões de areias não consolidadas, intercaladas ou não com calcários. O fluido age sobre essas formações obturando os poros e provocando um selamento que permite avançar a perfuração sem perdas ou com perdas de fluido em volumes aceitáveis, minimizando problemas de desmoronamento e prisão de coluna (PETROBRAS, 2011).

Esse fluido não deve ser empregado quando se prevê grandes extensões de formações argilosas, devido ao risco de enceramento e ao fato de que nessas formações apenas baixas taxas de penetração são alcançadas com o uso desse tipo de fluido. O tratamento do fluido se resume à reposição de materiais obturantes e, eventualmente, à diluição para manter suas propriedades reológicas (PETROBRAS, 2011).

Os fluidos poliméricos dependem de macromoléculas para conferir propriedades ao fluido de perfuração e são muito diversificados na sua aplicação. Estes fluidos podem ser inibidores ou não, dependendo, sobretudo, da utilização de um cátion inibidor. Os polímeros podem ser utilizados para aumentar a viscosidade dos fluidos, controlar as propriedades de filtração, promover a deflocação ou encapsulamento dos sólidos. A

estabilidade térmica de sistemas poliméricos pode ultrapassar 200 °C. Apesar da sua diversidade, fluidos poliméricos têm limitações. Os sólidos são uma grande desvantagem para a relação custo-benefício de um sistema de fluido polimérico (AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION, 1994). Pois, uma vez que, esse tipo de fluido não é recuperado, os polímeros adicionados são perdidos quando o fluido é descartado por conter alto teor de cascalho de perfuração. A Tabela 2.2 mostra a composição de um fluido aquoso polimérico catiônico, bem como, a função de cada componente (PETROBRAS, 2011).

Tabela 2.2: Composição de fluidos aquosos poliméricos catiônicos.

Componente	Função	Composição
Água industrial	Fase contínua	QSP
Goma Xantana	Viscosificante	2 ppb
Bicarbonato de sódio	Controlador de cálcio	0,2 ppb
CMC AVAS	Viscosificante e encapsulante	1 ppb
CMC BV ADS	Redutor de filtrado	2 ppb
Hidroxi propil amido	Redutor de filtrado	8 ppb
Polímero catiônico	Encapsulante	8 ppb
Calcário	Obturante	40 ppb
Baritina	Adensante	até 12 lb/gal
Óxido de Magnésio	Controlador de pH	1 ppb
Peróxido de Magnésio	Agente oxidante	1 ppb
Glutaraldeído	Bactericida	0,3 ppb
Cloreto de potássio	Agente inibidor	p/45.000 mg/l
NaCl	Agente inibidor	p/45.000 mg/l
Liovac 4260	Lubrificante	3 %v/v
Detergente catiônico		0,3 ppb
Anti-espumante		0,3 ppb

QSP = quantidade suficiente para.

O fluido de perfuração catiônico é recomendado para a perfuração de intervalos com

formações argilosas de reatividade baixa a média e em poços de baixa a média inclinação, podendo ser usado em casos mais críticos. Esse fluido é formulado para máximo poder de inibição de argilas e estabilização das paredes do poço (PETROBRAS, 2011).

Os cátions  $\text{Na}^+$  e  $\text{K}^+$  penetram entre as lamelas das argilas, minimizando sua dispersão no fluido. O polímero aniónico minimiza a hidratação das argilas por recobrimento de suas arestas positivas, através dos sítios negativos do polímero. O polímero catiônico adere às placas de argila por interação com os sítios ativos de carga negativa, presentes nas suas superfícies. Os agentes obturantes permitem a perfuração de formações permeáveis, a ação conjunta destes com os polímeros controladores de filtrado garante a formação de reboco consistente (PETROBRAS, 2011).

Segundo Schaffel (2002), a grande desvantagem dos fluidos aquosos é o inchaço das argilas hidrofílicas presente neste tipo de fluido ou mesmo na formação. Este fenômeno pode provocar a instabilidade do poço e a perda de fluido para as formações rochosas, além da geração extra de material. Alguns problemas operacionais tais como enceramento, aumento do torque, *drag* e até prisão da coluna, também podem decorrer do inchaço das argilas. A hidratação das argilas é minimizada pela adição dos aditivos mencionados, porém, ainda assim, o problema em questão não é completamente sanado.

Além disso, quando um fluido de base aquosa possui alta atividade de água, este pode vir a promover a dissolução de formações salinas. Devido a tais dificuldades, os fluidos de perfuração à base de água, mesmo sendo constantemente aprimorados, não conseguiram acompanhar alguns dos desafios que foram surgindo com a mudança do contexto exploratório.

Esses desafios estão relacionados principalmente com a perfuração direcional em águas profundas ou em formações salinas. A utilização dos fluidos à base de água nestes empreendimentos pode tornar a perfuração lenta, custosa ou até mesmo impraticável.

## Fluidos não-aquosos

Os fluidos de perfuração não-aquosos são freqüentemente divididos em fluidos à base de óleo e fluidos de base sintética. Os fluidos à base de óleo são derivados do petróleo e incluem óleo diesel, óleo mineral e parafinas lineares. Os fluidos sintéticos são derivados de reações químicas, nas quais o etileno é um exemplo de matéria prima. Nessa classe de fluidos têm-se as olefinas, ésteres e parafinas lineares sintéticas (ASME, 2005).

Segundo Thomas (2004), os fluidos de perfuração podem ser emulsões convencionais de óleo em água ou inversa, isto é, emulsão de água em óleo. Na emulsão convencional

o teor de água é inferior a 10% e a fase contínua é a água. Na emulsão inversa, esse teor vai de 10 a 45% e a fase contínua é composta por um material orgânico, esta é frequentemente preferida em relação à emulsão convencional. A Tabela 2.3 mostra a composição usual de fluidos não-aquosos a base de n-parafina, bem como, a função de cada componente (PETROBRAS, 2011).

Tabela 2.3: Composição de fluidos não-aquosos a base de n-parafina.

Componente	Função	Composição
N-parafina	Fase contínua	53-59 %
Salmoura saturada	Fase dispersa	47-41 %
Ez Mul	Emulsionante	8 lb/bbl
Cal hidratada	Alcalinizante	6 lb/bbl
Ecotrol	Redutor de filtrado	4,0 lb/bbl
Argila organofílica	Viscosificante	4,0 lb/bbl
Nova Mod	Modificador reológico	1,0 lb/bbl
Baritina	Adensante	até 10 lb/gal

bbl = barril de petróleo (159 litros).

O principal uso de fluidos não-aquosos é em perfurações de folhelhos altamente reativos, a fim de garantir a estabilidade do poço. Eles são aplicáveis também na perfuração de poços com grande inclinação por causa de seu alto grau de lubricidade e capacidade de impedir a hidratação de argilas. Esse tipo de fluido pode ser selecionado para aplicações especiais, como poços de alta temperatura e alta pressão, minimizando o dano à formação. Outra razão para escolha de fluidos não aquosos é que eles são resistentes a contaminantes, como anidrita, sal e gases ácidos de CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S (ASME, 2005).

O custo é uma grande preocupação ao se optar por fluidos de base não-aquosa. Comparado com sistemas convencionais de fluidos aquosos, o custo de se utilizar um fluido de perfuração à base de óleo ou de um hidrocarboneto sintético é muito alto. No entanto, o fato deste tipo de fluido poder ser recuperado e reutilizado faz com que o custo de seu emprego chegue a valores comparáveis aos do uso de fluidos aquosos. Além disso, fluidos não-aquosos podem tornar-se a única alternativa em situações onde a utilização de fluidos aquosos é totalmente inviável para garantir o sucesso da perfuração e/ou conclusão de um poço (AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION, 1994).

A grande desvantagem dos fluidos não-aquosos é o fato deles tornarem-se um conta-

minante agressivo no descarte de cascalhos de perfuração. Atualmente, com as crescentes preocupações ambientais, a utilização desse tipo de fluido é proibida ou severamente restringida em muitos países (PEREIRA, 2010). Em algumas regiões, as leis para disposição de cascalhos contendo certo teor de óleo são tão severas que os custos de contenção, transporte e eliminação pode inviabilizar a utilização deste tipo de fluido.

Além disso, o cascalho descartado ao mar proveniente de um poço, em que foi utilizado fluidos não aquosos, tende a se aglomerar em “placas”, que passam rapidamente pela coluna d’água acumulando-se no fundo do mar sob a forma de pilhas submarinas. O mesmo não ocorre quando se usa fluidos aquosos. Neste caso, o cascalho não tende a se acumular, dispersando-se pelo assoalho marinho (SCHAFFEL, 2002). Esse efeito é mostrado na Figura 2.2.

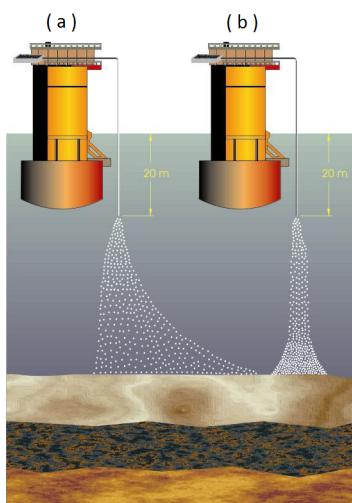


Figura 2.2: Dispersão de cascalho com fluido de perfuração aquoso (a) e não aquoso (b) (SCHAFFEL, 2002).

A formação de pilhas de cascalho no fundo do mar pode ser amenizada ou mesmo extinguida quando a concentração de fluido sintético nos cascalhos é inferior a 5%. Neste caso, os sólidos descartados são rapidamente hidratados pela água do mar comportando-se então como cascalhos revestidos de fluido base aquosa (UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, 2010).

Os fluidos de perfuração sintéticos foram desenvolvidos como uma alternativa às limitações de desempenho de fluidos aquosos e em resposta às restrições ambientais impostas aos fluidos à base de óleo. Utilizando como fluido-base substâncias químicas sintéticas, esses fluidos são também chamados “pseudo-fluidos à base de óleo”, pois, na prática, os substituem, oferecendo menor toxicidade e produção de menor volume de resíduos de perfuração.

Os fluidos sintéticos são muito utilizados em áreas marítimas onde é proibido o

descarte de cascalho quando se perfura com fluidos à base de óleo. Esse tipo de fluido tem custo superior aos oleosos, porém, não deixa de ser economicamente compensador, pois, o descarte marítimo de fluidos à base de óleo está proibido em diversas partes do mundo (SCHAFFEL, 2002).

### Pneumáticos

Os fluidos pneumáticos (à base de ar/gás) são utilizados para perfurações em zonas esgotadas ou em áreas de formações com pressões muito baixas. Esses fluidos são ineficazes em áreas onde ocorrem grandes volumes de fluidos na formação. Um grande afluxo de fluidos na formação exige a conversão do fluido pneumático para um sistema de base líquida (THOMAS, 2004).

Outra consideração que deve ser feita quando um fluido pneumático for selecionado é a profundidade do poço. Esse tipo de fluido não é recomendado para profundidades superiores a 3000 m, pois o volume de ar requerido neste caso para carrear o cascalho até o topo do poço é maior do que a capacidade do equipamento que faz a injeção de ar (AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION, 1994).

Os fluidos de perfuração aerados executam satisfatoriamente suas funções nas operações de perfuração, exceto em relação ao transporte de cascalho (ainda que apresentem a grande vantagem de não contaminá-lo) e ao controle de pressões subterrâneas. Por este motivo, sua aplicação fica limitada a regiões que possuam autorização legal e existência de formações de baixa permeabilidade, como calcários ou formações com rochas muito duras (SCHAFFEL, 2002).

### 2.1.2 Funções do fluido de perfuração

Os Fluidos de perfuração devem ser cuidadosamente formulados de forma a garantir uma perfuração controlada, segura e o mais rápido possível. Para isso, é desejável que o fluido apresente as seguintes características (THOMAS, 2004):

- Ser estável quimicamente;
- Estabilizar as paredes do poço, mecânica e quimicamente;
- Manter os sólidos em suspensão quando estiver em repouso;
- Ser inerte em relação às rochas produtoras;

- Aceitar qualquer tratamento físico e químico;
- Apresentar baixo grau de corrosão e de abrasão em relação à coluna de perfuração e demais equipamentos do sistema de circulação;
- Facilitar as interpretações geológicas do material retirado do poço;

Os fluidos de perfuração têm papel fundamental e desempenham uma série de funções essenciais para uma operação eficiente. Algumas delas estão descritas a seguir, segundo ASME (2005).

*Controle da pressão e estabilidade do poço.* Exercer pressão hidrostática sobre as formações, de modo a evitar o influxo de fluidos indesejáveis e estabilizar as paredes do poço é uma importante, e talvez a principal, função do fluido de perfuração. Este é projetado para contrabalancear a pressão natural das formações rochosas. Um equilíbrio apropriado deve ser obtido, no qual a pressão do fluido de perfuração contra as paredes do poço é suficiente para compensar a pressão exercida pelas formações rochosas. A pressão do fluido de perfuração depende basicamente de sua densidade, que é ajustada com o uso de aditivos, como por exemplo, baritina.

*Remover os sólidos de perfuração.* Limpar o fundo do poço dos cascalhos gerados pela broca e transportá-los até a superfície é uma das principais funções dos fluidos de perfuração. Este papel é extremamente importante para diminuir os esforços da broca, que é um dos equipamentos mais exigidos na perfuração. O fluido é bombeado pelo interior da tubulação de perfuração, remove os cascalhos e os carrega até a superfície. O fluido deve ter a capacidade de fazer com que as rochas flutuem nele, limpando a área de trabalho das brocas.

*Resfriar a broca e lubrificar a coluna de perfuração.* Quando a broca gira em contato com a rocha, ocorrem diversos problemas ligados ao atrito e ao aquecimento. Do mesmo modo, o canal de perfuração também sofre com o atrito das formações rochosas e com os esforços na tubulação, sobretudo de torção. Os fluidos de perfuração têm a função de lubrificar e de resfriar estes equipamentos para estender a vida útil da broca e diminuir os esforços nas tubulações.

*Estabilizar as formações rochosas.* Existe uma tendência natural de que o fluido de perfuração penetre na rocha permeável da formação, o que geralmente é minimizado com a utilização de aditivos. As formações rochosas com alto conteúdo de argila tendem a serem lavadas e removidas por fluidos aquosos. Essas formações exigem um fluido inibidor, para manter um poço estável e evitar o alargamento ou remoção de suas paredes, ou ainda, a utilização de um fluido não aquoso. Após chegar até a rocha-reservatório, a composição

do fluido de perfuração pode exigir uma mudança, a fim de evitar a obstrução dos poros da rocha.

Outras funções dos fluidos de perfuração são: controle de corrosão, facilitar a completação do poço, minimizar o impacto ambiental e auxiliar na sustentação da coluna de perfuração. A função mais crítica de um fluido de perfuração é limpar o poço removendo os cascalhos gerados no processo, presentes em torno da broca e no espaço anular (THOMAS, 2004).

A quantidade de cascalho no fluido aumenta continuamente e se estes sólidos não forem removidos o fluido rapidamente perde a sua capacidade de limpar o poço e cria uma espessa camada de sólidos. Para permitir a reutilização e reciclagem do fluido, os cascalhos devem ser continuamente e eficientemente removidos do fluido de perfuração (PEREIRA, 2010).

### 2.1.3 Propriedades do fluido de perfuração

Alguns testes são feitos em campo a fim de avaliar a qualidade do fluido de perfuração, isto é, algumas de suas propriedades físicas e químicas, bem como, o desenvolvimento da perfuração em si mesma. Para a determinação destas propriedades, são utilizados equipamentos robustos e de simples manipulação, com intuito de facilitar o trabalho do operador e devido às restrições de infraestrutura observadas em sondas de perfuração (localizadas em pequenas áreas isoladas ou ainda em alto mar).

As propriedades de controle dos fluidos podem ser físicas ou químicas. As propriedades físicas mais importantes e freqüentemente medidas nas sondas são: densidade, parâmetros reológicos, força gel, parâmetros de filtração e teor de sólidos. As propriedades químicas determinadas com maior freqüência são: pH, teores de cloreto e bentonita e alcalinidade. Algumas propriedades estão descritas a seguir segundo Darley e Gray (1988) e Thomas (2004).

*Densidade.* Os limites de variação da densidade dos fluidos para perfurar uma determinada fase são definidos pela pressão de poros (limite mínimo) e pela pressão de fratura (limite máximo) das formações expostas. Quando se deseja aumentar a densidade do fluido adiciona-se geralmente a baritina,  $\text{BaSO}_4$ , que tem densidade  $4,25 \text{ g/cm}^3$ , enquanto a densidade dos sólidos de perfuração é em torno de  $2,60 \text{ g/cm}^3$ . Para reduzir a densidade dos fluidos, faz-se diluição com o fluido base.

*Parâmetros reológicos.* O comportamento do fluxo de um fluido é definido por seus parâmetros reológicos. Para isto considera-se que o fluido segue um modelo reológico,

geralmente os modelos de Bingham ou Herschel-Bulkley, cujos parâmetros não influem diretamente no cálculo de perdas de carga na tubulação e velocidade de transporte dos cascalhos.

*Força gel.* Geralmente, os fluidos de perfuração são tixotrópicos, isto é, adquirem um estado semi-rígido quando estão em repouso e voltam a adquirir um estado de fluidez quando estão novamente em movimento. A força gel é um parâmetro de natureza reológica que indica o grau de gelificação devido à distribuição de cargas na superfície das partículas dispersas. A força gel inicial mede a resistência inicial para colocar o fluido em escoamento. A força gel final mede a resistência do fluido para reiniciar o escoamento quando este fica certo tempo em repouso. A diferença entre elas indica o grau de tixotropia do fluido.

*Parâmetros de filtração.* A capacidade do fluido de perfuração de formar uma camada de partículas úmidas, denominada de reboco, sobre as rochas permeáveis expostas pelas brocas é de fundamental importância para o sucesso da perfuração e da completação do poço. Para formar o reboco, deve haver o influxo do fluido de perfuração na direção da formação rochosa. Esse processo é conhecido por “filtração”, é essencial que o fluido tenha uma fração razoável de partículas com dimensões ligeiramente menores que as dimensões dos poros das rochas expostas. Quando existem partículas sólidas com dimensões adequadas, a obstrução dos poros é rápida e somente a fase líquida do fluido invade a rocha.

*Teor de sólidos.* O teor de sólidos, cujo valor deve ser mantido no mínimo possível, é uma propriedade que deve ser controlada com rigor. Alto teor de sólidos aumenta a probabilidade de ocorrência de problemas como: desgaste dos equipamentos, fratura das formações, devido à elevação das pressões de bombeio ou hidrostática, prisão da coluna e redução da taxa de penetração. O tratamento do fluido para reduzir o teor de sólidos pode ser preventivo ou corretivo. O tratamento preventivo consiste em inibir o fluido, física ou quimicamente, evitando-se a dispersão das partículas. No método corretivo pode-se fazer uso de equipamentos de separação ou, ainda, diluir o fluido.

## 2.2 Sistema de controle de sólidos

Os custos de manutenção de fluidos e de tratamento e descarte de resíduos, bem como, todo o custo de perfuração, podem ser reduzidos consideravelmente quando técnicas adequadas de controle de sólidos são utilizadas (PETROBRAS, 2008). Este fato foi constatado na indústria de petróleo no final do século XIX, quando, ao abrir poços de petróleo em terra, costumava-se separar os cascalhos provenientes da perfuração. Isto foi conseguido por uma série de açudes e poços que permitiram separar os sólidos naturalmente com o uso da gravidade e assim reutilizar o fluido de perfuração (THOMAS, 2004).

Esta foi a primeira técnica de controle de sólidos já utilizada. A próxima inovação no controle de sólidos veio quando um sistema de peneiras vibratórias foi introduzido no início dos anos 1930 na indústria de petróleo. As peneiras foram projetadas a partir da tecnologia utilizada na indústria de mineração e permanecem até hoje como a peça principal do sistema de controle de sólidos (BRICE, 2006).

Outro equipamento proveniente da indústria de mineração foi o classificador de cone ou hidrociclone. O princípio básico deste dispositivo envolve a força centrífuga provocada pela alta velocidade do fluido de perfuração, girando no interior do cone, e forçando os sólidos maiores e mais pesados a descerem pela parede para a parte inferior do equipamento. Assim, as peneiras vibratórias juntamente com os hidrociclos tornaram-se parte integrante do sistema de controle de sólidos.

Os hidrociclones são operados, geralmente, em conjunto com uma peneira de alto desempenho, sendo que esta processa o *underflow* desses equipamentos. Essa associação de hidrociclones e peneira é chamada de *Mud Cleaner*. Centrífugas decantadoras são a etapa final no sistema de controle de sólidos e recebem o fluido que passa pela peneira do *Mud Cleaner*.

Adjacente ao sistema de controle de sólidos, tem-se o “secador” de cascalho, que opera de forma não contínua e é responsável por remover a fase orgânica dos sólidos, até teores que se enquadrem nas legislações ambientais. O esquema proposto na Figura 2.3 mostra esse conjunto de equipamentos empregados no controle de sólidos e na descontaminação do cascalho de perfuração.

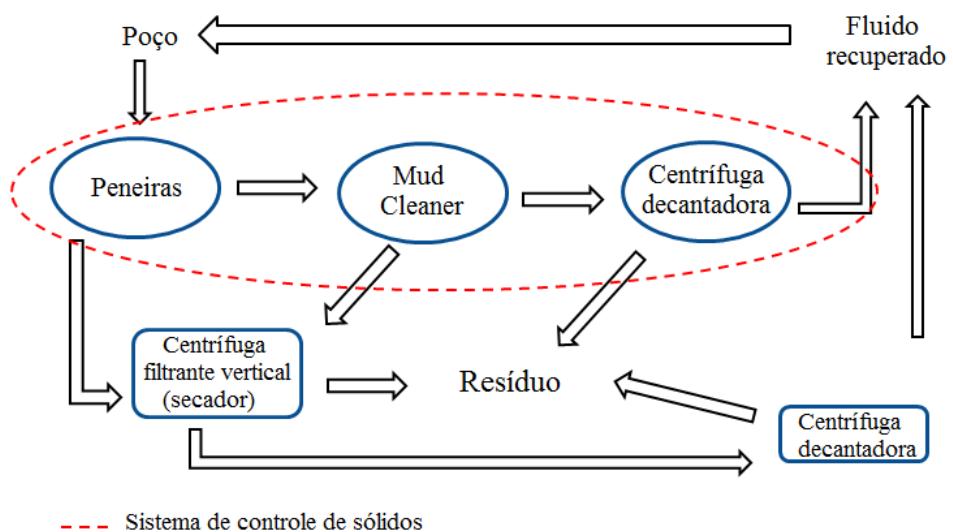


Figura 2.3: Esquema de um sistema de controle de sólidos convencional com descontaminação do cascalho de perfuração.

Os custos com fluido de perfuração e manutenção de equipamentos podem diminuir muito quando práticas corretas de controle de sólidos são utilizadas. Do ponto de vista do controle de fluido, seria desejável remover todos os sólidos de perfuração, porém isso seria economicamente inviável (PETROBRAS, 2008). O objetivo de um sistema de controle de sólidos é conseguir o equilíbrio entre a separação de sólidos e a diluição do fluido, que resultará em um nível aceitável de sólidos no fluido com um custo mínimo.

A fase sólida de um fluido de perfuração é composta por sólidos comerciais ou de perfuração. A maioria dos sólidos comerciais, tais como bentonita, têm um tamanho de partícula inferior a um micrometro. Os sólidos de perfuração são aquelas partículas que entram no sistema de circulação na forma de detritos de perfuração. O diâmetro desses sólidos depende das propriedades da rocha perfurada, do tamanho dos dentes ou insertos da broca e do tipo ou formato de broca adotada (tricônica ou PDC).

Uma das principais funções do sistema de controle de sólidos é remover o maior número de partículas na primeira vez que estes sólidos são bombeados para fora do poço. Isso requer equipamentos devidamente projetados e instalados para processar no mínimo 100 a 125% da taxa de circulação de fluido.

Sólidos que não são removidos durante a primeira circulação do fluido estão sujeitos à degradação mecânica pela broca, fresas e bombas de fluido durante cada ciclo, até que eles se tornarão finos o suficiente para impedir sua remoção por meios mecânicos. Segundo ASME (2005), para avaliar a capacidade de remoção dos equipamentos é necessário considerar a origem dos sólidos e classificá-los de acordo com os seguintes tamanhos (Tabela 2.4):

Tabela 2.4: Classificação de sólidos quanto ao tamanho.

Denominação	Faixa de tamanho ( $\mu\text{m}$ )	Tipo de partículas
Cascalho	Maior que 2000	Sólidos de perfuração, cascalhos, pedras
Areia	74 a 2000	Areia, sólidos de perfuração
Lama	2 a 74	Barita, silte, sólidos de perfuração finos
Colóides	menor que 2	Bentonita, argila, sólidos de perfuração ultrafinos

Poucos dados são conhecidos sobre o consumo de fluido ou geração de cascalho. Porém, Nicolli e Soares (2000) consideraram que em média um poço gera entre 500 e 800  $\text{m}^3$  de material resultante da Trituração das rochas pela broca.

Também é possível estimar a geração de cascalho através da taxa de penetração e diâmetro do poço: o volume de cascalho produzido por hora é igual ao volume de poço

perfurado por hora. O volume de fluido consumido por tonelada de cascalho pode ser estimado pela vazão de fluido dividida pela taxa de geração de cascalho. A Tabela 2.5, a seguir, ilustra um exemplo destes cálculos para quatro sondas terrestres da Petrobras.

Tabela 2.5: Taxa de geração de cascalho e consumo de fluido de perfuração.

Sonda	Fase	Profundidade do poço m	Vazão de fluido m <sup>3</sup> /h	Cascalho produzido m <sup>3</sup> /h	Fluido consumido m <sup>3</sup> /t de cascalho
1	2	2272	91	0,3	100,6
2	3	1619	98	0,3	143,1
3	2	610	82	0,4	82,7
4	2	1282	91	0,3	105,8

## 2.2.1 Recuperação do fluido de perfuração

Como mencionado anteriormente, o sistema de controle de sólidos é responsável por promover a separação dos cascalhos gerados durante a perfuração e que retornam misturados ao fluido de perfuração. O objetivo desse processo é, então, recuperar o máximo possível de fluido, a fim de que o mesmo possa ser reutilizado.

Para alcançar esse objetivo, cada faixa granulométrica de sólidos é removida por diferentes tipos de equipamentos, os quais são projetados para separar essas partículas de maneira eficiente e econômica. Ressalta-se que o ótimo funcionamento de um equipamento depende do seu projeto, instalação, operação e manutenção e, ainda, do desempenho do processo precedente.

As peneiras, hidrociclos e centrífugas decantadoras, que compõem o sistema de recuperação de fluido de perfuração, estão descritos a seguir (PETROBRAS, 2008).

### Peneiras vibratórias

As peneiras primárias têm um papel fundamental na eficiência global do sistema, pois são os primeiros equipamentos a partir do *flowline*. O bom dimensionamento, na quantidade e qualidade dessas peneiras, evita a sobrecarga dos hidrociclos (desareiadores e dessiltadores) e equipamentos seguintes. Desta forma, sem um peneiramento adequado do fluido de perfuração, neste estágio inicial de separação, a eficiência e efetividade de todo o sistema de controle de sólidos fica comprometida.

As peneiras devem ser projetadas para processar todo o volume circulante de fluido e possuir, preferencialmente, as menores aberturas de tela compatíveis com a operação. Em campo, são utilizadas peneiras inclinadas e vibratórias, fatores que, juntamente com o tipo de tela e tamanho de abertura, interferem diretamente na eficiência desses equipamentos.

O objetivo de se fazer vibrar a tela de uma peneira é promover a queda das partículas sólidas liberando a área sobre a tela. A vibração leva à rápida separação do fluido e dos sólidos, reduzindo a quantidade de material orgânico aderido aos sólidos. Para a máxima eficiência, os sólidos sobre a superfície da tela devem permanecer ali por um tempo mínimo relacionado à inclinação e tipo de vibração das peneiras. Alguns dispositivos usam movimento elíptico ou linear para aumentar a eficiência.

As peneiras são, e provavelmente continuarão sendo, o primeiro equipamento de um sistema de controle de sólidos corretamente projetado. Sem o monitoramento adequado do processo de separação durante esta etapa inicial, certamente haverá redução na eficiência de todos os equipamentos a jusante das peneiras no processo de controle de sólidos.

No mercado, existem as peneiras primárias, cujas telas variam geralmente entre 10 e 40 mesh, e as peneiras de alto desempenho, as quais operam com telas finas chegando a mais de 200 mesh. Nas operações de perfuração de poços de petróleo, as peneiras primárias são adequadas para a perfuração de superfície e para profundidades rasas e intermediárias, quando auxiliadas pelos demais equipamentos separadores de sólidos. Para poços profundos e quando se utiliza um fluido de perfuração com custo elevado, as peneiras de alto desempenho são preferidas.

## Hidrociclones

Hidrociclones são equipamentos comumente utilizados em processos de separação sólido-líquido e estão dispostos no sistema de controle de sólidos em série com as peneiras primárias. Nesses equipamentos, a pressão da alimentação é transformada em força centrífuga que atua para separar as partículas de acordo com a Lei de Stokes. Esses equipamentos se tornaram importantes para o controle de sólidos, por removerem de maneira eficiente partículas menores que a abertura das telas das peneiras e por serem equipamentos simples, de fácil manutenção e sem partes móveis.

Vários hidrociclones em paralelo são utilizados para atender o volume de circulação de fluido de perfuração, bem como, um volume extra se necessário. Esses equipamentos podem ser dispostos na vertical ou quase na horizontal, a depender dos parâmetros do projeto e conveniência.

A geometria interna de um hidrociclone também tem papel importante na eficiência da operação. O tamanho e o ângulo da seção cônica e o diâmetro da abertura do *underflow* influenciam fundamentalmente na eficiência da separação. A eficiência desses equipamentos pode ser medida de diferentes maneiras, mas sempre com o propósito de descartar o máximo possível de sólidos com a mínima perda de fluido (BRICE, 2006).

Os desareiadores (hidrociclones de 10") são utilizados principalmente nas fases iniciais do poço, para remover as grandes quantidades de sólidos associadas a altas taxas de penetração, nas fases de grande diâmetro. Esses equipamentos são responsáveis por remover do sistema de circulação de fluido, partículas com diâmetro entre 40 e 100 micrometros. Comumente, os desareiadores são operados com carga de 35 psi e a linha de *overflow* é direcionada para o compartimento seguinte em um ângulo de 45°, a fim de evitar vácuo excessivo na cabeça. Quando o fluido contém aditivos de alto custo, tais como, barita e polímeros, os desareiadores são operados de maneira não contínua, pois do contrário, boa parte destes materiais seriam descartados juntamente com os sólidos de perfuração.

Os dessiltadores (hidrociclones de 4") são instalados na seqüência dos desareiadores e o *overflow* desses equipamentos é o próprio fluido de perfuração recuperado, o qual retornará ao poço depois de devidamente condicionado. O condicionamento do fluido é feito a fim de se alcançar determinados níveis para propriedades como densidade e viscosidade. Nesses equipamentos, partículas com diâmetro entre 12 e 74 micrometros são separadas do fluido de perfuração.

Os dessiltadores são operados com carga de 35 psi e estão sempre presentes em maior quantidade que os desareiadores, visto que sua capacidade individual de operação é inferior. Operando desareiadores antes dos dessiltadores, reduz-se sobremaneira a quantidade de sólidos na entrada destes, melhorando, assim, a eficiência de remoção de sólidos. Se a taxa de penetração da broca é baixa ou a quantidade de sólidos gerados é pequena, os desareiadores podem ser desligados (economia de energia e manutenção) e os dessiltadores podem ser utilizados para processar a carga de sólidos na faixa de areia e silte.

### **Mud Cleaner**

Uma peneira vibratória de alto desempenho (tela fina de 200 a 400 mesh) é instalada logo abaixo dos hidrociclones, esse conjunto de equipamentos (hidrociclones + peneira) é denominado *Mud Cleaner*.

O *Mud Cleaner* foi desenvolvido no início dos anos 70 para remover as partículas finas dos fluidos de perfuração adensados, sem perda excessiva de barita e fluido, recupe-

rando aditivos e líquidos para o sistema ativo de circulação. A capacidade de processamento desse conjunto de equipamentos vai de 400 a 600 gpm e está limitada à capacidade e habilidade da tela fina de descartar os sólidos.

Tal habilidade, por sua vez, está ligada à amplitude e tipo de vibração da peneira. No *Mud Cleaner*, os sólidos retidos na tela fina são enviados às centrífugas decantadoras, equipamento final do sistema de controle de sólidos. Já o filtrado, ou seja, o fluido de perfuração e os sólidos remanescentes, incluindo a maioria da barita, retornam para o sistema ativo de circulação de fluido.

### **Centrífuga decantadora**

No sistema de controle de sólidos, após o *Mud Cleaner*, têm-se as centrífugas decantadoras, geralmente duas unidades por sonda de perfuração. Esses equipamentos têm por finalidade recuperar ainda mais fluido de perfuração aderido aos cascalhos e, assim, desempenham um papel importante na limpeza dos sólidos de perfuração. Esse tipo de centrífuga consiste de uma rosca transportadora dentro de um tambor rotativo, os quais operam sob o princípio de submeter o fluido processado a altas forças centrífugas, acelerando a taxa de sedimentação dos sólidos.

O tambor rotativo gera alta força centrífuga no interior do equipamento, promovendo a separação sólido-líquido. O líquido livre de sólidos é direcionado para a porção terminal da centrífuga e coletado por transbordo. Os sólidos sedimentam contra a parede interna do tambor rotativo, formando uma camada, e são direcionados para fora do equipamento pela rosca transportadora.

Todo o sistema de controle de sólidos descrito é de suma importância no processo de perfuração de poços de petróleo e gás, uma vez que o fluido de perfuração pode ser considerado como a “força vital do poço”, principalmente para poços de grande profundidade. Portanto, é bastante clara a necessidade de se recuperar de forma eficaz e eficiente o fluido de perfuração. Além disso, o processo de controle de sólidos é essencial na adequação dos resíduos de perfuração às leis ambientais vigentes e cada vez mais restritas.

#### **2.2.2 Tratamento dos cascalhos de perfuração**

A centrífuga decantadora é o equipamento final na cadeia de controle de sólidos em sondas de perfuração. No entanto, com a crescente restrição ambiental para o descarte de resíduos e efluentes oriundos da perfuração de poços de petróleo, houve a necessidade da criação de uma alternativa técnica-econômica visando à redução do volume de descarte e a adequação

dos mesmos às leis ambientais. A introdução do “secador” de cascalho, que é na verdade uma centrífuga filtrante vertical, tem o objetivo de atender aos parâmetros ambientais regulamentares de descarte de resíduos.

É bom salientar que tal equipamento não faz parte do controle de sólidos. Trata-se de um equipamento que tem o objetivo de reduzir o volume de resíduos gerados e de recuperar boa parte da fração líquida que seria descartada juntamente com os sólidos separados ainda bastante molhados (PETROBRAS, 2008) .

A centrífuga vertical foi desenvolvida em 1938 para ser usada em secagem de carvão e foi adaptada à indústria de petróleo em 1998. Desde então o “secador” de cascalho vem sendo largamente utilizado no controle de sólidos em sondas de perfuração e sofreu algumas modificações nos últimos anos, a fim de melhor atender a indústria petrolífera. Esse equipamento é importante em sondas *offshore* e *onshore*, onde a recuperação de fluido de perfuração e o enquadramento às leis ambientais são prioridade (M-I SWACO, 2000).

Neste tipo de equipamento, o resíduo que se deseja tratar é alimentado na sua porção superior e é direcionado a um compartimento composto de um tronco cônico rotativo dotado de aletas raspadoras. O resíduo adquire então um movimento rotativo e é arremessado contra uma tela de 10 a 30 mesh, também em movimento rotativo, e que impede a passagem dos sólidos mais grosseiros. A Figura 2.4 ilustra o funcionamento de um “secador” de cascalho.

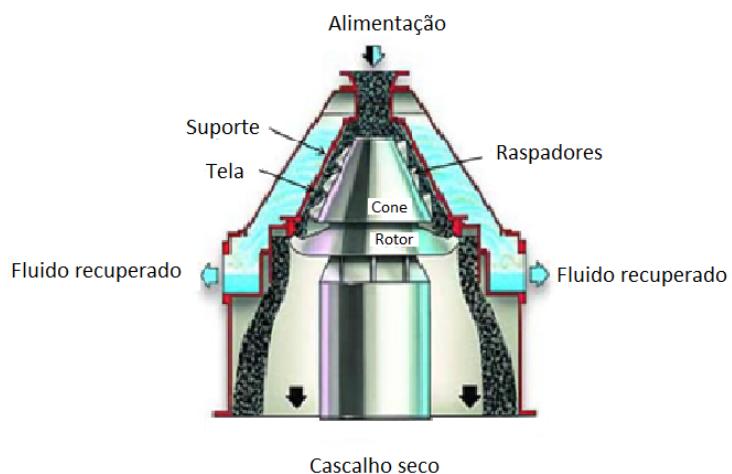


Figura 2.4: Fluxo de material e estrutura do “secador” de cascalho.

Um fato importante na operação de secagem do cascalho é que, quando o regime estacionário é atingido, o equipamento promove a formação de uma torta que acaba por reter partículas muito mais finas do que a abertura da tela poderia reter nominalmente. Logo, como regra básica de funcionamento, deve-se deixar o sistema de secagem operando

em sistema fechado até que a torta adequada seja formada.

O fluido recuperado contém ainda considerável quantidade de sólidos é estocado em um tanque de espera para posterior processamento em centrífugas decantadoras. A torta formada sobre a superfície interna da tela é raspada pelas aletas, presas ao cone rotativo, desta forma os sólidos são direcionados para a parte inferior do equipamento. Esse procedimento ocorre pelo fato de que a tela e o cone giram com uma pequena defasagem. O cascalho seco é transportado até um compartimento de armazenamento e posteriormente segue para a disposição final de acordo com o tratamento proposto (PETROBRAS, 2008).

O fluido recuperado nas centrífugas decantadoras é direcionado para o sistema ativo de circulação, juntamente com o fluido recuperado no *Mud Cleaner*, enquanto que os sólidos separados são armazenados em um compartimento para posterior disposição final, juntamente com os sólidos processados no “secador” de cascalho.

As centrífugas verticais (“secador”) e horizontais (decantadoras) compõem aproximadamente 80% das unidades de secagem de cascalho em uso hoje. No “secador”, as velocidades usuais de rotação são de 300 a 1200 *rpm* e a taxa de alimentação pode chegar a 60 t/h. O tempo de retenção dos sólidos na centrífuga, a geometria da tela e a rotação do motor variam muito entre os diferentes tipos de “secadores”. Normalmente, quanto maior a rotação maior a força centrífuga alcançada e maior a capacidade do equipamento.

A legislação tem sido a força motriz para o aumento do uso de “secadores” de cascalho, juntamente com o uso de fluidos de perfuração sintéticos. A centrífuga vertical é, até agora, o único equipamento no mercado capaz de reduzir o teor de fluido aderido ao cascalho abaixo de 4% e, ao mesmo tempo, permitir a reutilização do fluido de perfuração.

O maior obstáculo encontrado na secagem dos sólidos provenientes da perfuração é processar em fluxo contínuo a grande variedade de volume de fluido, forma e natureza do cascalho (ASME, 2005).

### 2.2.3 A questão ambiental

No Brasil, quanto à competência legal para aprovação e verificação das atividades *offshore*, cabe à Agência Nacional do Petróleo, Gás e Biocombustíveis (ANP) a aprovação e supervisão das atividades de perfuração, produção e processamento dos hidrocarbonetos produzidos; à Marinha, cabe a aprovação e supervisão das embarcações (navios de apoio e plataformas, tanto de perfuração como de produção) e ao Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Renováveis (IBAMA), a aprovação da área em que a atividade

será desenvolvida, sob o ponto de vista do impacto ambiental, e a aprovação do Plano de Emergência Individual, requisito para o licenciamento ambiental (AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS E BIOCOMBUSTÍVEIS, 2010).

Assim, a elaboração de diretrizes ambientais é resultado do trabalho conjunto entre a ANP, os órgãos ambientais estaduais e o IBAMA, com o objetivo de fornecer subsídios para o processo de licenciamento ambiental (INTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS NATURAIS RENOVÁVEIS, 2013). Os Guias de Licenciamento ambiental indicam os níveis de exigência para a liberação das atividades de pesquisa sísmica, de perfuração de poços e produção de petróleo e gás natural. Além disso, esses guias orientam a elaboração de estudos ambientais e programas de monitoramento decorrentes das exigências do processo de licenciamento ambiental.

A Coordenação Geral de Licenciamento de Petróleo e Gás (CGPEG) é o órgão executor do licenciamento ambiental das atividades marítimas de petróleo concedido pelo IBAMA. Os procedimentos para o licenciamento ambiental de atividades de Exploração e Produção Marítima de Petróleo estão regulamentados pelas Resoluções CONAMA n° 237/97, n° 23/94 e n° 350/04. As licenças referentes a essa tipologia de licenciamento são (INTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS NATURAIS RENOVÁVEIS, 2013):

- *Licença de Pesquisa Sísmica (LPS)* - Deve ser solicitada ao IBAMA para a realização de atividades de aquisição de dados sísmicos marítimos e em zona de transição. A atividade pode ser classificada em três tipos distintos, conforme a sensibilidade ambiental da área. O procedimento para Classe 1 estabelece a elaboração de Estudo de Impacto Ambiental/Relatório de Impacto Ambiental (EIA/RIMA) e realização de Audiência Pública; a Classe 2 estabelece a elaboração de Estudo Ambiental de Sísmica/Relatório de Impacto Ambiental de Sísmica (EAS/RIAS) e, caso necessário, a realização de Reunião Técnica Informativa; a Classe 3 estabelece a elaboração de Informações Complementares e pressupõe a existência de um Plano de Controle Ambiental de Sísmica (PCAS) aprovado.
- *Licença Prévia para Perfuração (LPper)* - Autoriza a perfuração de poços para identificação de jazidas e suas extensões, mediante apresentação e aprovação de Relatório de Controle Ambiental (RCA).
- *Licença Prévia de Produção para Pesquisa (LPpro)* - Autoriza a produção para pesquisa da viabilidade econômica da jazida, mediante apresentação e aprovação de Estudo de Viabilidade Ambiental (EVA).
- *Licença de Instalação (LI)* - Autoriza a instalação das unidades e sistemas necessários

à produção e ao escoamento, mediante apresentação e aprovação de Estudo de Impacto Ambiental (EIA) ou Relatório de Avaliação Ambiental (RAA).

- *Licença de Operação* (LO) - Autoriza o início da operação do empreendimento ou das suas unidades, instalações e sistemas integrantes, mediante apresentação e aprovação de Projeto de Controle Ambiental (PCA).

O processo de licenciamento ambiental de empreendimentos petrolíferos *offshore* tem representado, recentemente, tema efervescente no contexto brasileiro. As exigências impostas pelo órgão responsável pela liberação das licenças ambientais têm levantado calorosas discussões, ao mesmo tempo em que trazem à tona a necessidade de levar em consideração a conservação do ambiente marinho (PEREIRA, 2010).

Um dos aspectos que deve ser avaliado é a quantidade de material contaminante aderido ao cascalho que é extraído do poço e lançado ao fundo do mar. O cascalho pode causar desequilíbrios no meio ambiente e as avaliações ambientais devem dar atenção aos possíveis impactos dessa ação (NICOLLI e SOARES, 2010)

De acordo com Petrobras (2009), os impactos ambientais que podem advir da atividade de perfuração de um poço de petróleo *offshore* são classificados em: impactos operacionais e impactos accidentais. Os primeiros são próprios da atividade realizada e os que pertencem ao segundo grupo são aqueles que poderão ocorrer na eventualidade de um acidente.

Os principais impactos operacionais estão relacionados à qualidade dos sedimentos, à qualidade da água e do ar, aos microorganismos marinhos, à fauna e flora do fundo do mar, aos peixes, tartarugas e mamíferos marinhos, à pesca, mão-de-obra e setor de serviços. Os impactos accidentais estão relacionados ao vazamento de óleo diesel, produtos químicos e petróleo.

O cascalho e o fluido de perfuração são os resíduos que caracterizam a perfuração dos poços de petróleo e gás. A polêmica em torno da utilização e descarte destes rejeitos tem os colocados em posição de destaque no debate internacional sobre a preservação do ecossistema, na etapa de exploração marítima de petróleo e gás. Fato que vem exigindo uma legislação própria que regulamente a matéria no Brasil, principalmente após a abertura do setor de petróleo no país em 1997 (SCHAFFEL, 2002).

Nos Estados Unidos e na Europa essa legislação já existe há alguns anos e é bastante exigente. A Agência de Proteção Ambiental Americana (US EPA) estipulou que o teor de fluido sintético aderido aos cascalhos descartados em plataformas *offshore* não pode ultrapassar 6,9% em massa e o descarte de cascalhos contaminados com fluido à base de óleo estão proibidos (UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, 2010).

A Comissão Oslo/Paris (OSPAR) na Convenção para Proteção do Ambiente Marinho do Nordeste do Atlântico estabeleceu que o teor de fluido à base de óleo nos cascalho descartados em alto mar, em território Europeu, deve ser inferior a 1% em massa (OSLO/PARIS, 26 a 30 jun. 2000).

No Brasil, em plataformas *onshore* o descarte de cascalho é proibido. Para sanar esta dificuldade, esses resíduos de perfuração são depositados em aterros industriais e a empresa petrolífera é responsável por garantir a não interferência nos lençóis freáticos dessas regiões. Segundo Pires (2009), algumas alternativas de reciclagem, como a fabricação de material asfáltico ou de construção civil, a partir do cascalho de perfuração, podem ser uma solução para este resíduo.

## 2.3 Perspectivas quanto ao sistema de limpeza do cascalho

Existem diversos processos para o tratamento de resíduos de perfuração, porém muitos deles, embora altamente eficientes, são ainda economicamente inviáveis. Alguns deles estão brevemente descritos (AIRD, 2006):

- Extração com solvente líquido e centrífugas, com posterior separação de óleo, água e solvente por destilação.
- Solidificação/estabilização, mas exclui a reutilização do fluido.
- Bioremediação é possível, porém não ganhou importância significativa para os resíduos de perfuração, pois nesse processo o fluido é biodegradado e não pode ser reutilizado.
- O processo de incineração produz sólidos com baixíssimo teor de fluido, porém este método também exclui a reutilização do fluido e gera grandes emissões de gases poluentes.
- A dessorção térmica pode ser empregada, porém em alguns casos ainda provoca a degradação química do fluido tornando-o não reutilizável.
- A secagem a vácuo é outra opção, porém não alcança baixos teores de fluido no cascalho, como exigem as legislações ambientais atuais.
- Outras técnicas mais recentes que vêm sendo estudadas e desenvolvidas são a dessecção termomecânica e a utilização de microondas.

### 2.3.1 Dessorção térmica

A tecnologia de dessorção térmica pode ser utilizada no processamento de sólidos de perfuração, no entanto, há certa preocupação sobre a qualidade do fluido recuperado e sua reutilização. A questão é que a energia térmica necessária para retirar uma quantidade suficiente de hidrocarbonetos aderidos ao cascalho, para torná-lo apropriado ao descarte, pode resultar na degradação térmica do fluido. A energia térmica também pode criar hidrocarbonetos aromáticos e insaturados indesejáveis que irão afetar a toxicidade e possivelmente até mesmo o desempenho do fluido de perfuração (SEATON, 2006).

Todo processo de dessorção térmica evapora a água e o óleo aderidos aos sólidos de perfuração. O óleo puro e a água são removidos por destilação, no processo a água evapora primeiro produzindo vapor e a fase orgânica, que tem maior ponto de ebulição, evapora depois da água.

O objetivo da dessorção térmica é produzir sólidos livres ou com baixíssimo teor de fluido através de um processo de evaporação do fluido aderido ao cascalho e posterior recuperação do mesmo para reutilização na perfuração de poços. A Figura 2.5 ilustra o processo de dessorção térmica convencional.

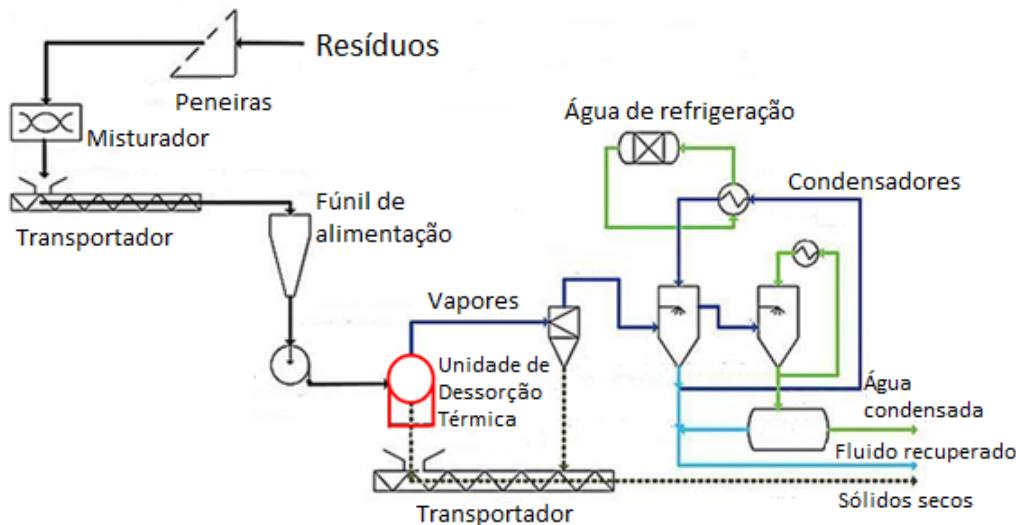


Figura 2.5: Unidade de dessorção térmica convencional.

A temperatura de craqueamento térmico é uma função do tamanho da molécula. Moléculas maiores sofrem craqueamento a temperaturas mais baixas. Os fluidos de perfuração são compostos por hidrocarbonetos de cadeias relativamente curtas e moléculas pequenas que não sofrem craqueamento nas temperaturas normalmente alcançadas nas unidades de dessorção térmica.

No entanto, alguns aditivos de cadeia longa e moléculas grandes podem também estar presentes e sofrer craqueamento. Esses aditivos podem ainda agir como catalisadores

promovendo o craqueamento de hidrocarbonetos de cadeia curta a temperaturas mais baixas, fato que impede a reutilização do fluido de perfuração. Segundo Seaton (2006), a dessorção térmica pode alcançar um teor de hidrocarbonetos totais no cascalho de perfuração inferior a 1% em massa e a temperatura máxima operacional de uma unidade de dessorção térmica é de 343°C.

### 2.3.2 Dessorção termomecânica

O processo de dessorção termomecânica (TCC<sup>RM</sup>) tem algumas vantagens técnicas em relação aos sistemas tradicionais de dessorção térmica. O processo é baseado no aquecimento mecânico direto, o que elimina a necessidade de grandes superfícies e sistemas complexos de aquecimento. Turbinas ou motores elétricos (700 kWh) são usados para a geração de energia mecânica e isso torna possível o projeto de sistemas compactos que atendam aos mais altos níveis de segurança e padrões à prova de explosão.

Os principais benefícios da dessorção termomecânica de um ponto de vista físico-químico são a temperatura de processo limitada e o curto tempo de retenção necessários para a completa remoção de fluido aderido aos sólidos. Isto reduz significativamente o risco de degradação térmica do fluido de perfuração. Com base em resultados de cromatografia gasosa, não existem obstáculos para a reutilização do fluido recuperado através da dessorção termomecânica. Isso se torna possível devido ao mecanismo especial de geração de calor empregado nesse processo (THERMTECH, 2004).

Outro benefício com o processo é que a intensa agitação quebra as partículas sólidas facilitando a difusão dos hidrocarbonetos. Isso reduz o tempo de residência na unidade de processo, o que torna possível o aumento da temperatura do processo sem induzir a degradação térmica do fluido de perfuração. O calor do processo de dessorção termomecânica é produzido através da dissipação da energia mecânica fornecida pelo rotor do equipamento, como mostrado na Figura 2.6 (THERMTECH, 2006).

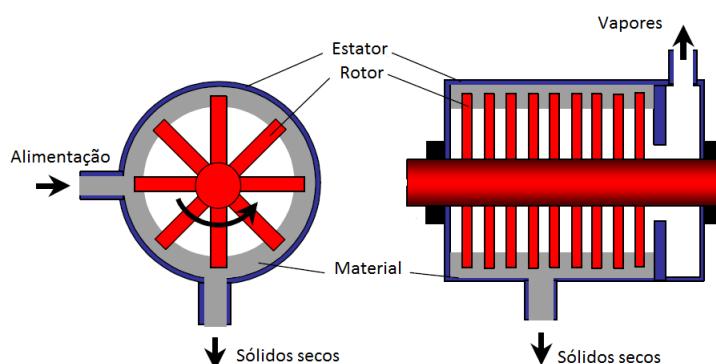


Figura 2.6: Unidade de dessorção termomecânica (vista frontal e lateral).

O leito de material próximo às paredes do moinho é mantido fluidizado por uma combinação de vaporização flash de fluidos e um campo de força centrífuga gerado pela rotação turbulenta do material. A dimensão global de um reator é de cerca de 1x1 m (comprimento interno x diâmetro interno). A massa total do leito limita-se a 200-400 kg de sólidos. Isto corresponde a um tempo médio de retenção de sólidos no reator de 6-12 minutos, mas apenas 15-30 segundos para o óleo (THERMTECH, 2004).

A capacidade de qualquer processo térmico depende do teor de resíduo a ser eliminado, principalmente o teor de água, uma vez que a evaporação da água consome grande quantidade de energia. Uma unidade padrão de dessorção termomecânica tem capacidade de aproximadamente 3 t/h com um teor de sólidos/água/óleo de 70/15/15% em massa, mas pode chegar a 5 t/h quando essa composição é de aproximadamente 90/5/5. O fluxograma simplificado de um processo de dessorção termomecânica é apresentado na Figura 2.7 (THERMTECH, 2006).

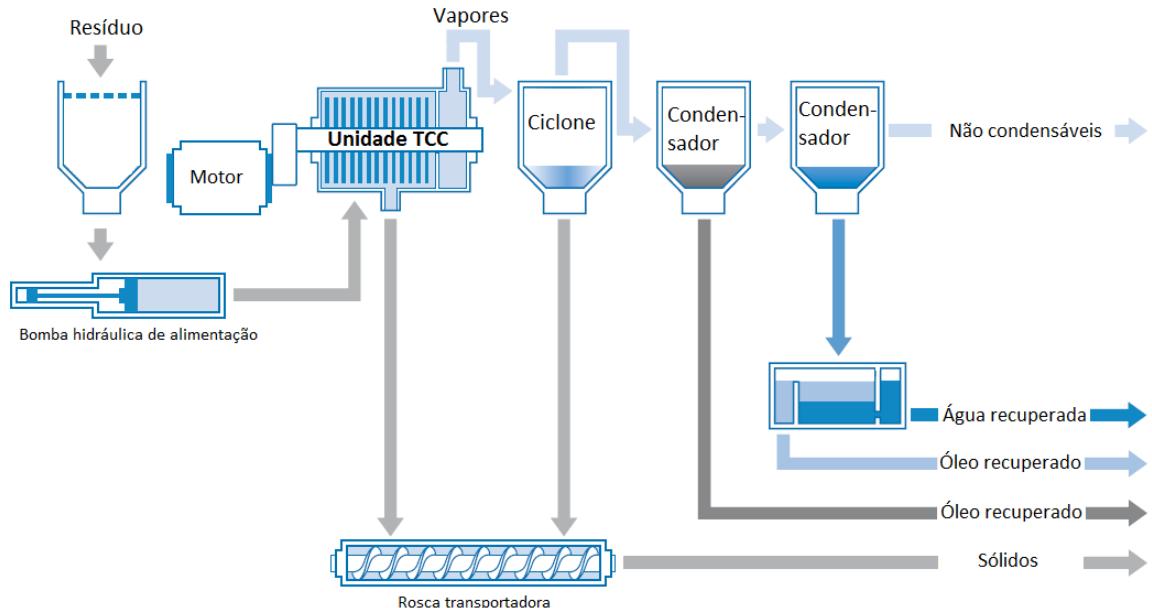


Figura 2.7: Processo de dessorção termomecânica (TCC<sup>RM</sup>).

Os resíduos de perfuração devem ser previamente classificados para não danificar o equipamento e isso é feito por meio de uma tela de vibração. Para a alimentação mais suave e estável de material, bombas de pistões duplos tem sido a solução mais confiável.

Devido ao projeto compacto e à quebra dos sólidos, quantidades significativas de partículas ultrafinas são carregadas pelos vapores. Estas partículas são eficientemente removidas por meio de um ciclone antes de os vapores serem condensados.

Os sólidos livres de fluido de perfuração são descarregados através de válvulas e direcionados para fora da unidade de processo por meio de transportadores. Hidrocarbo-

netos e água são recuperados em um arranjo de condensadores. A água do mar, torres de resfriamento ou radiadores podem ser utilizados para resfriamento dos condensadores.

### 2.3.3 Extração supercrítica

Uma vasta gama de processos de extração supercrítica têm sido estudada na última década. Infelizmente, um número limitado desses processos é passível à comercialização. Para ser competitivo, o processo de extração supercrítica deve ter uma vantagem significativa sobre os processos de separação tradicional.

O processo deve compensar o custo de capital necessário pra investir em equipamentos de alta pressão e o custo de compressão da alimentação (no caso de um solvente volátil, tal como o dióxido de carbono). Para aplicações petroquímicas, o dióxido de carbono oferece a vantagem de ser um solvente não tóxico e principalmente de fácil recuperação (ELDRIDGE, 1996).

Processos que utilizam solvente líquido geralmente exigem um sistema de destilação complexo para recuperar o solvente, tal processo pode ser substituído por uma extração supercrítica que recupera o solvente por uma simples redução de pressão. Solventes que têm boa seletividade e temperatura e pressão críticas relativamente baixas são os solventes mais eficientes.

Para a remoção de contaminantes à base de hidrocarbonetos, este critério é prontamente atendido por solventes à base de hidrocarbonetos leves, tais como etano, propano e butano. Infelizmente, estes materiais geram problemas de segurança significativos, devido à sua alta volatilidade e grande potencial de explosão.

Segundo Eldridge (1996), a nova geração de HFC (hidrocarbonetos perfluorados) oferece alguns benefícios encontrados no uso de hidrocarbonetos leves e elimina algumas dessas preocupações com segurança.

### 2.3.4 Secagem a vácuo

O sistema de secagem de cascalho a vácuo utiliza ar a alta velocidade e diferencial de pressão. Além disso, o fato do secador a vácuo ser instalado bem próximo às peneiras primárias elimina a necessidade de transporte do cascalho até o secador. Com isso, o sistema de secagem a vácuo, mostrado na Figura 2.8, simplifica a ocupação física na plataforma (BAROID SURFACE SOLUTIONS, 2007).

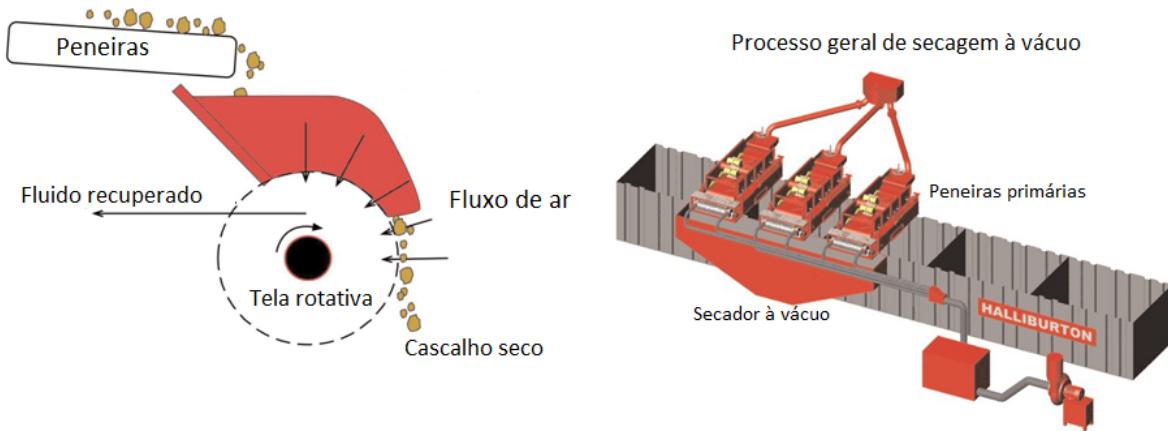


Figura 2.8: Sistema de secagem a vácuo.

Segundo HALLIBURTON (2010), a economia com a instalação do sistema de secagem a vácuo gira em torno de 80% em relação às centrífugas filtrantes. Esse equipamento exige significativamente menos manutenção, reduzindo a mão de obra na sonda e custos operacionais. Finalmente, o fato de o sistema ser composto por secadores múltiplos, cada um trabalhando com um agitador, deixa o processo menos vulnerável em caso de falha mecânica e com capacidade global superior a de um “secador” convencional.

A grande desvantagem dos sistemas de secagem a vácuo é que o teor de hidrocarbonetos alcançado após secagem do cascalho não é inferior a 5% em massa, ficando entre 5,1 e 6,7, valores muito próximos a legislação vigente hoje no Golfo do México para fluidos sintéticos (máx. 6,9%) e muito longe da europeia para fluidos à base de óleo (<1%).

## 2.4 Secagem por microondas

O processo de secagem por microondas vem sendo desenvolvido nos últimos anos e tem tido aplicações cada vez mais importantes para a indústria, principalmente a alimentícia. Esta tecnologia, inovadora para o tratamento de cascalhos de perfuração, é objeto de estudo neste trabalho. Por isso, nesta seção, serão abordados diversos aspectos quanto à técnica de secagem por microondas.

Segundo Mujumdar (2007), o aquecimento por microondas teve suas primeiras aplicações durante a Segunda Guerra Mundial - embora, muitas vezes, pareça se tratar de uma tecnologia recente - e o primeiro microondas doméstico foi inventado logo após esse período de conflito. Além disso, os conceitos fundamentais sobre eletromagnetismo foram compreendidos a mais de 100 anos atrás, sendo os radares o primeiro uso da tecnologia de microondas, os quais foram intensamente desenvolvidos à época da Segunda Guerra Mundial (POZAR, 2005).

Os fundamentos da teoria moderna sobre eletromagnetismo foram formulados em 1873, por James Clerk Maxwell. Este cientista levantou hipóteses, a partir de considerações matemáticas, sobre a propagação de ondas eletromagnéticas e a noção de que a luz é uma forma de energia eletromagnética. No entanto, foi Heinrich Hertz, um professor de física alemão e especialista em experimentos labororiais, que entendeu a Teoria de Maxwell e realizou uma série de experimentos que acabaram por validar a teoria proposta (POZAR, 2005).

O uso de microondas em escala industrial, por sua vez, é ainda bastante restrito, cerca de 100 a 150 MW de potência são empregados mundialmente com propósito industrial. O uso do aquecimento por microondas em larga escala é limitado principalmente por dois fatores: o fato de o mecanismo de aquecimento ser ainda pouco familiar à engenharia de processos e a resistência existente em relação a uma tecnologia que foge do convencional (MUJUMDAR, 2007).

Por outro lado, nos últimos anos, o interesse por essa tecnologia vem crescendo devido, em grande parte, à crise energética mundial e à familiarização e aceitação de fornos de microondas (MUJUMDAR, 2007). Os mecanismos de aquecimento nestes sistemas serão apresentados adiante.

#### 2.4.1 Fundamentos teóricos

A relação das ondas eletromagnéticas é encontrada no *Spectrum Eletromagnético* e cada onda é caracterizada por sua frequência e comprimento. Segundo Pozar (2005), as microondas ocupam o espectro eletromagnético em frequências que variam de 300 MHz a 300 GHz e comprimento de onda de 1 m a 1 mm, respectivamente. As aplicações mais comuns de microondas, como, por exemplo, fornos domésticos, utilizam frequência de 2,45 GHz. Outras frequências podem ser utilizadas dependendo da legislação de cada país ou região.

Toda onda eletromagnética é uma mistura de um componente elétrico  $E$  e um componente magnético  $H$  perpendiculares entre si e perpendiculares à direção de propagação da onda, por isso são chamadas ondas planas. O aquecimento por microondas se dá a partir da oscilação do componente elétrico e magnético do campo passando pelo ponto zero na direção de propagação, o que leva à movimentação de íons, átomos e moléculas, aumentando então a energia cinética desses componentes, a qual, por sua vez, é convertida em calor (MUJUMDAR, 2007).

Assim, quanto maior a intensidade do campo eletromagnético melhor será o aquecimento. É necessário, porém, ter em mente que microondas não é uma forma de calor, mas sim de energia que é manifestada na forma de calor a partir da interação desta com

diversos materiais (MUJUMDAR, 2007). A Figura 2.9 mostra o diagrama de ondas com seus componentes elétrico e magnético, em que  $E$  e  $H$  representam, respectivamente, o campo elétrico e magnético e  $E_0$  e  $H_0$ , suas respectivas amplitudes.

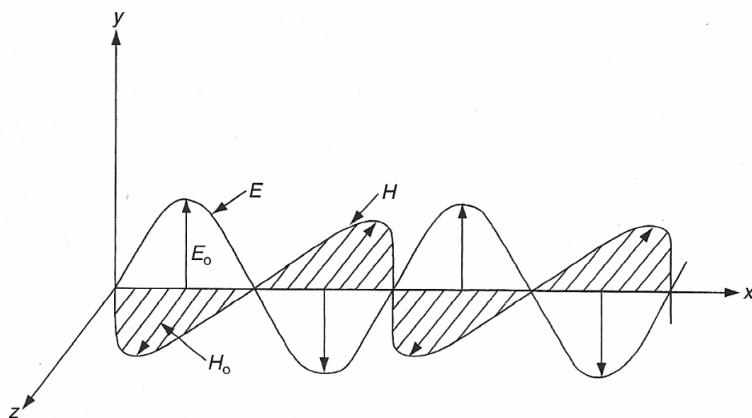


Figura 2.9: Diagrama de ondas eletromagnéticas planas (MUJUMDAR, 2007)

De acordo com Meredith (1998), Pozar (2005) e Mujumdar (2007) existem diferentes mecanismos através dos quais essa conversão de energia ocorre, os principais são:

- Condução iônica (Figura 2.10): os íons presentes, por exemplo, em uma solução aquosa são acelerados pelas microondas e a energia cinética decorrente dessa movimentação (e consequentemente colisões entre íons e moléculas) é transformada em calor.
- Rotação dipolar (Figura 2.10): ocorre a reorientação do momento dipolo das moléculas do material e, da mesma forma, a energia cinética resultante da mudança de polaridade das moléculas (as quais buscam se alinhar) é transformada em calor.

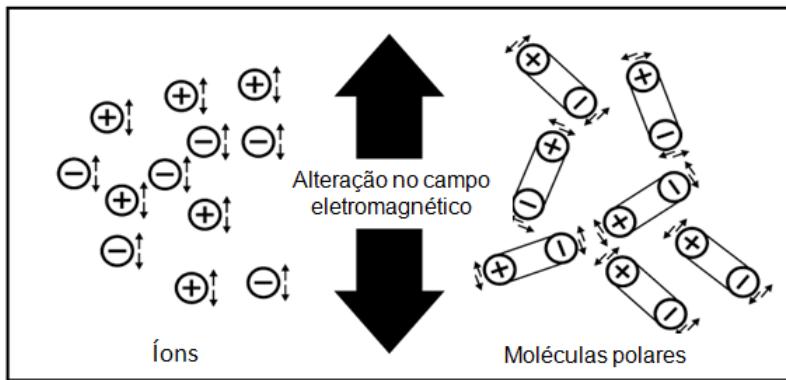


Figura 2.10: Mecanismo de aquecimento por microondas (BOGDAL; PROCIAK, 2007)

A condução iônica ocorre, geralmente, em soluções iônicas. A rotação dipolar ocorre em componentes que apresentem polaridade em sua composição, por exemplo, água e etanol.

Segundo Meredith (1998), Bogdal e Prociak (2007) e Mujumdar (2007), um material, componente ou solução pode ser caracterizado a partir de suas propriedades dielétricas, as duas principais são: constante dielétrica (ou permissividade relativa) e fator de perda dielétrica. A permissividade relativa ( $\epsilon'_r$ ) é um valor adimensional definido como um fator de multiplicação pelo qual a capacitância de um capacitor é aumentada, quando o vácuo é substituído por um material com tal constante dielétrica. A Equação 2.1 mostra exatamente essa definição.

$$\epsilon'_r = \frac{C}{C_0} \quad (2.1)$$

Onde  $C$  e  $C_0$  correspondem, respectivamente, à capacitância de um capacitor preenchido com certo material e com vácuo.

No entanto, em um aquecimento por microondas ocorrem perdas dielétricas e por condução. Desta forma, a permissividade relativa deve ser considerada em sua forma complexa, dada pela Equação 2.2, a qual leva em conta a permissividade relativa real ( $\epsilon'_r$ ) e imaginária ( $\epsilon''_r$ ), sendo que esta última representa as perdas e é chamada de fator de perda dielétrica (MEREDITH, 1998).

$$\epsilon_r^* = \epsilon'_r - j\epsilon''_r \quad (2.2)$$

A permissividade relativa complexa ( $\epsilon_r^*$ ) descreve o comportamento de um material submetido à ação de um campo eletromagnético. A sua parte real é uma medida de quanta energia é armazenada no material, enquanto que, a parte imaginária mede a dissipação dessa energia no material. Tanto a permissividade relativa, quanto o fator de perda são valores relativos à permissividade do espaço livre ( $\epsilon_0 = 8,8510^{-12}F/m$ ) e são, portanto, adimensionais. Em suma, quanto maior a constante dielétrica, ou permissividade relativa real, maior será a absorção de energia e quanto maior o fator de perda dielétrica, maior será a conversão dessa energia em calor.

De acordo com Meredith (1998) e Mujumdar (2007), a principal equação que descreve o aquecimento por microondas (Equação 2.3) é derivada das relações de Maxwell e leva em conta: a densidade de potência ( $p$ ), a intensidade do campo elétrico ( $E$ ), a frequência ( $f$ ), a permissividade do espaço livre ( $\epsilon_0$ ) e o fator de perda dielétrica ( $\epsilon''_r$ ).

$$p = 2\pi\epsilon_0\epsilon''_r f E^2 \quad (2.3)$$

Uma análise mais profunda da Equação 2.3 revela que  $E$  e  $f$  são funções do equi-

pamento, enquanto que  $\varepsilon''_r$  está relacionada à natureza do material a ser aquecido (MUJUMDAR, 2007). Outro ponto relevante é que, na prática, o valor de  $\varepsilon''_r$  varia não somente com a frequência, mas também com a temperatura, teor de umidade, estado físico do material e composição. Todos esses fatores podem mudar ao longo do aquecimento, portanto, é importante considerar o fator de perda dielétrica como uma variável do processo (MEREDITH, 1998).

As propriedades dielétricas de um material estão fortemente ligadas ao seu teor de água. Por exemplo, quanto maior a umidade, maior a constante dielétrica do material e a medida que a água é removida, a constante dielétrica diminui e ele é capaz de absorver cada vez menos energia. A Figura 2.11 ilustra esse comportamento, onde  $X_c$  representa a umidade crítica.

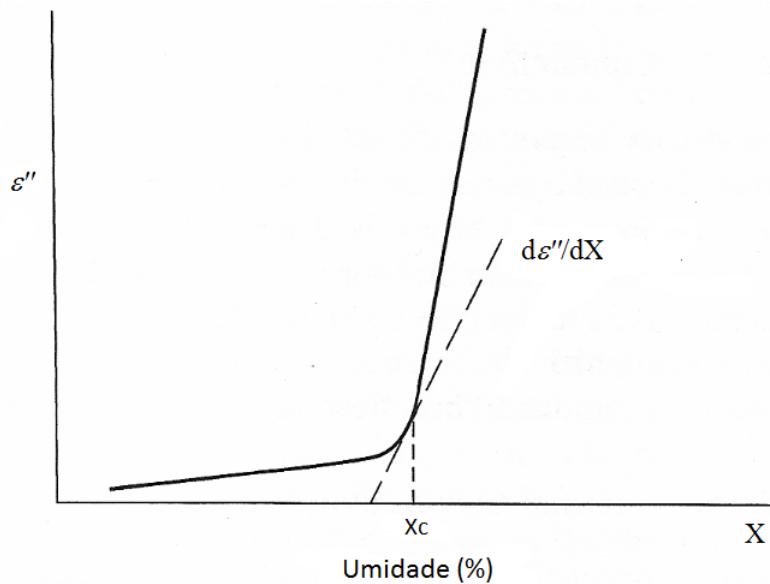


Figura 2.11: Efeito da umidade no fator de perda dielétrica (MUJUMDAR, 2007)

Embora não seja uma propriedade, a profundidade de penetração (Equação 2.4) é derivada de várias delas e tem importância considerável no processo de aquecimento por microondas, uma vez que, espera-se que a energia fornecida penetre o mais profundo possível no material. Caso isso não ocorra, o aquecimento fica limitado à superfície. Os parâmetros que afetam a penetração da energia no material são: comprimento de onda, constante dielétrica e fator de perda dielétrica, como mostrado na Equação 2.4 simplificada (MUJUMDAR, 2007):

$$D = \frac{\lambda_0 \sqrt{\varepsilon'_r}}{2\pi\varepsilon''_r} \quad (2.4)$$

Uma peculiaridade do aquecimento por microondas é o gradiente de temperatura

incomum que pode ser gerado. A menos que uma forma auxiliar de calor seja empregada, o ar do sistema permanecerá frio. Com isso, a superfície do material estará mais fria que uma região abaixo dela (MUJUMDAR, 2007).

Outra circunstância considerável é o fato de que, se o material aquecido tem dimensões grandes em relação à profundidade de penetração, então o gradiente de temperatura é semelhante ao convencional, isto é, a temperatura interior é menor que a da superfície.

Por outro lado, se o material a ser aquecido é pequeno em relação à profundidade de penetração, haverá um ponto de acúmulo de ondas eletromagnéticas no centro do material, onde ocorrerá um aquecimento maior que na superfície. Neste caso, o centro é o ponto mais quente e pode até vir a sofrer superaquecimento, mesmo a superfície não estando tão quente (MUJUMDAR, 2007).

Na secagem por microondas, a energia é fornecida diretamente aos materiais por meio da interação molecular com o campo eletromagnético formado por microondas. Assim, através dessa técnica, os elementos do material são aquecidos individualmente e de forma instantânea. Existem três classificações genéricas para o comportamento de materiais frente a ação de um campo eletromagnético (MEREDITH, 1998; BOGDAL; PROCIAK, 2007):

- Condutores: as microondas são refletidas pelo material.
- Transparentes: as microondas passam pelo material com pouca absorção.
- Absorventes: as microondas são absorvidas com base na intensidade do campo elétrico e nas propriedades dielétricas do material.

A energia específica ( $EE$ ), mostrada na Equação 2.5, é um parâmetro importante em processos que utilizam microondas e é definida como a quantidade de energia fornecida por unidade de massa. Em processos batelada, esse parâmetro representa a potência aplicada ( $P$ ) multiplicada pelo tempo de aquecimento ( $t$ ) divididos pela massa de material alimentada no processo ( $m$ ).

$$EE \left( \frac{kWh}{kg} \right) = \frac{P(kW)t(h)}{m(kg)} \quad (2.5)$$

Para ensaios onde a massa de material é significativamente diferente, uma comparação de resultados com base na energia específica é mais indicada (ROBINSON et al., 2012). A mesma lógica pode ser aplicada para ensaios com mesma massa e potências diferentes. Desta forma, para cada valor de energia específica é possível obter-se diferentes

combinações de potência, tempo de aquecimento e massa. Este conceito será bastante explorado ao longo desta tese.

Sempre que se fala em microondas surge um questionamento no que diz respeito à segurança. A Tabela 2.6 traz os limites para a densidade de potência e o tempo máximo que um ser humano pode se expor às microondas, segundo o Institute of Electrical and Electronics Engineers (2005).

Tabela 2.6: Índices de permissão de exposição humana a ondas de radiofrequência em ambientes controlados.

Frequência (MHz)	Intensidade do campo elétrico (V/m)	Intensidade do campo magnético (A/m)	Densidade de potência (W/m <sup>2</sup> )	Tempo de exposição (min)
0,1–1,0	1842	16,3/ $f_M$	9000–10000/ $f_M^2$	6
1–30	$1842/f_M$	16,3/ $f_M$	9000/ $f_M^2$ –100000/ $f_M^2$	6
30–100	61,4	16,3/ $f_M$	10–10000/ $f_M^2$	6
100–300	61,4	0,163	10	6
300–3000	–	–	$f_M/30$	6
3000–30000	–	–	100	$19,63/f_G^{1,079}$
30000–300000	–	–	100	$2,524/f_G^{0,476}$

$f_M^2$  = frequência em MHz.  $f_G^2$  = frequência em GHz.

Para frequência de 2,45 GHz, os limites de densidade de potência e tempo de exposição são, respectivamente, 81,7 W/m<sup>2</sup> e 6 min. Um ambiente controlado corresponde a uma área onde a ocupação e atividade daqueles que nela trabalham são monitoradas conforme estabelecido por um programa de segurança de radiofrequência, com a finalidade de proteção contra os riscos de exposição à mesma.

## 2.4.2 Algumas aplicações do aquecimento por microondas

Certamente a principal utilização de processos de secagem por microondas é na indústria alimentícia. Segundo Mujumdar (2007), a secagem de massas utilizando esse tipo de tecnologia leva à uma redução de 8 para 1 h de secagem, a 915 MHz. Além disso, obtém-se um melhor controle bacteriológico, redução de contaminação microbiana e infestação de insetos.

A secagem por microondas também é usada no processamento de cebola, algas e batatas. Na secagem de cebolas combinada com secagem convencional, o processo tem redução de 30% no consumo de energia e 90% das bactérias (MUJUMDAR, 2007).

Outra aplicação do uso de microondas é na indústria farmacêutica e análises laboratoriais. Na determinação de umidade, o processo por microondas reduz o tempo de análise de várias horas para poucos minutos (MUJUMDAR, 2007). A secagem por microondas também é aplicada na indústria de cerâmica, em processo de extração assistidos e na secagem de madeira, tanto para aplicações industriais, quanto para a produção de carvão vegetal (MUJUMDAR, 2007; FIESP, 2010).

#### 2.4.3 Secagem de cascalho por microondas

A secagem por microondas tem algumas vantagens para o tratamento de resíduos que contém uma mistura de material absorvente e transparente. As microondas são absorvidas pelos componentes absorventes e passam através das substâncias transparentes, resultando em um aquecimento seletivo. Neste caso, economias significativas de energia são possíveis uma vez que os materiais podem ser aquecidos individualmente sem que ocorra o aquecimento de toda a matriz.

Segundo Robinson et al. (2010), na descontaminação de cascalho via microondas os hidrocarbonetos não são aquecidos diretamente, pois eles são essencialmente transparentes em freqüências de microondas. Por outro lado, a água presente nos poros e na superfície dos sólidos de perfuração é aquecida e convertida em vapor, esse vapor escapa fisicamente dos sólidos e arrasta os hidrocarbonetos.

Desta forma, o mecanismo que ocorre no aquecimento por microondas é termodinamicamente atraente, uma vez que, a energia é necessária somente para aquecer a água, não sendo necessário o aquecimento do cascalho e nem mesmo da fase orgânica aderida aos sólidos. Além disso, como somente a água é aquecida, a temperatura atingida não causa a degradação térmica do fluido. Portanto, o tratamento de cascalho de perfuração contaminado *via* microondas se mostra uma alternativa tecnicamente viável e atraente.

Além disso, alguns resultados reportados na literatura (ROBINSON et al., 2009) indicam que usualmente a composição do fluido recuperado é semelhante a do fluido original, portanto a reutilização do mesmo não trará um significativo impacto sobre seu desempenho. No entanto, a presença de hidrocarbonetos leves indica alguma alteração nas cadeias dos hidrocarbonetos durante o processo de aquecimento, possivelmente devido à pirólise ou craqueamento.

### Alguns resultados reportados na literatura

Um grupo de pesquisadores da Universidade de Nottingham, liderado por J. P. Robinson e H. Shang, tem estudado o uso de microondas no tratamento de cascalhos de perfuração há alguns anos. Nesta seção estão descritos alguns dos resultados mais relevantes publicados por esses autores.

Shang et al. (2005) mostraram os resultados de uma análise fatorial do tratamento de cascalhos contaminados com fluido à base de óleo em um microondas laboratorial. As variáveis manipuladas foram: potência (0,4 a 1 kW), tempo de aquecimento (30 a 80 s), massa de amostra (15 a 30 g), vazão de gás de arraste (2 a 5 L/min) e pressão absoluta (560 a 360 mmHg).

Esses resultados mostraram que potência e tempo de aquecimento são os fatores que mais afetam a secagem, sendo que foram atingidos níveis inferiores a 1% de material orgânico residual. Além disso, os autores indicaram também que o uso de carvão ativado e adição de água podem melhorar o processo e o material orgânico recuperado foi pouco alterado em suas cadeias carbônicas.

Segundo Shang et al. (2006), além da potência aplicada, tempo de tratamento e vazão de gás de arraste, o teor de umidade inicial no cascalho pode afetar positivamente o processo. O trabalho mostrou que quanto maior o teor de umidade no material, melhor é a remoção do material orgânico.

Shang et al. (2007), propõe um mecanismo para a remoção do material orgânico em cascalhos de perfuração através da secagem por microondas. Segundo os autores, a água tem papel fundamental nesse processo, uma vez que é o material mais dielétrico presente na mistura cascalho/fluido. A água livre teria o papel de promover um aquecimento uniforme, enquanto a água intersticial teria o papel de arrastar os hidrocarbonetos, promovendo a remoção dos mesmos.

Robinson et al. (2009) apresentaram uma unidade contínua de secagem por microondas em escala laboratorial. Os resultados mostraram que processos conduzidos em secador contínuo podem ser até 10 vezes mais eficientes que os processos equivalentes em secadores batelada. Além disso, as principais fatores que afetam o processo contínuo são a potência aplicada e o tempo de residência no secador.

Robinson et al. (2010) propuseram simulações eletromagnéticas para diferentes configurações de um secador microondas contínuo para o tratamento de cascalhos de perfuração. As variáveis estudadas pelos autores foram: largura da cavidade do forno, geometria da guia de onda, distância entre o leito e a fonte emissora de microondas e a altura do leito. A partir dos resultados das simulações, bem como, de resultados

experimentais onde se variou: altura do leito, velocidade da esteira, vazão mássica e tempo de residência, foram determinadas condições operacionais e configurações otimizadas para o secador microondas contínuo proposto.

Robinson et al. (2012) avaliaram dois tipos de reatores para o tratamento de cascalho de perfuração por microondas. Os resultados mostraram que o uso de um sistema que promova a movimentação do leito durante a secagem pode elevar a remoção de hidrocarbonetos de 40 para 90%. Os autores afirmam que o principal fator afetado pela movimentação do leito é a profundidade de penetração das microondas, ou seja, quando o leito está sendo misturado ao longo do processo a absorção de microondas é mais uniforme e eficiente.

## 2.5 Planejamento de experimentos

O planejamento experimental é uma ferramenta poderosa para estudar o efeito conjunto de vários fatores sobre uma variável resposta de interesse. Uma das técnicas mais conhecidas é o planejamento fatorial, no qual estão envolvidos  $k$  fatores (ou variáveis) presente em diferentes níveis (BOX, 2005). O caso mais simples é aquele em que cada fator está presente em apenas 2 níveis, neste caso, o planejamento é chamado de  $2^k$ .

O planejamento fatorial tem sido muito aplicado em pesquisas básicas e tecnológicas e é classificado como um método do tipo simultâneo, ou seja, as variáveis de interesse são analisadas ao mesmo tempo (SILVA, 2008). Este fato confere ao planejamento fatorial grande vantagem em relação ao método univariado, onde o pesquisador altera uma variável mantendo as demais constantes. As principais vantagens são: melhor estimativa de efeitos e possibilidade de estimar efeitos de interação entre diferentes fatores (COX; REID, 2000).

O número de experimentos é resultante das diferentes combinações possíveis para cada fator e nível (COX; REID, 2000), sendo que os fatores podem ser quantitativos ou qualitativos. Por exemplo, um planejamento fatorial  $2^3$ , ou seja, 3 fatores avaliados em 2 níveis, gera um conjunto de  $2 \times 2 \times 2 = 8$  ensaios experimentais.

Uma desvantagem em utilizar o planejamento fatorial convencional para obter um modelo de segunda ordem é a grande quantidade de ensaios experimentais requerida. Por exemplo, para um estudo que considera 5 fatores em 3 níveis, seria necessário um conjunto de 243 ensaios. A depender do tipo de experimento, um estudo como este se torna inviável. Esse problema, por sua vez, pode ser contornado aplicando-se um método alternativo, chamado Planejamento Composto Central (PCC) (DUARTE, 2006).

O PCC é um planejamento fatorial de primeira ordem aumentado de pontos adicionais para permitir a estimativa de parâmetros de segunda ordem. O número de ensaios ( $N$ ) a serem realizados em um planejamento experimental deste tipo com  $k$  fatores é dado pela Equação 2.6 (DUARTE, 2006; VIEIRA, 2006).

$$N = 2^k + 2k + n_i \quad (2.6)$$

Onde  $n_i$  representa o número  $i$  de réplicas do ponto central. Para que algumas propriedades do planejamento sejam atingidas é necessário que  $n_i$  seja maior ou igual a 1.

Os pontos adicionais do planejamento representam os valores extremos de cada variável e são determinados pelo pesquisador. É importante que o valor escolhido deixe a matriz de variância e covariância diagonal, este é chamado PCC ortogonal e elimina as correlações entre os parâmetros (DUARTE, 2006).

Os dados obtidos em um Planejamento Composto Central são ajustados, utilizando o método dos mínimos quadrados, segundo o modelo mostrado na Equação 2.7 (MYERS, 2009).

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum \sum_{i < j=2}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (2.7)$$

A análise de variância da regressão é feita com base no quadrado do coeficiente de correlação múltipla ( $R^2$ ) e a significância dos parâmetros é calculada através da distribuição  $t$  de Student. Um método usual e bastante eficaz de se avaliar a influência dos fatores em conjunto é o método de superfície de resposta (MYERS, 2009). Cada gráfico de superfície é gerado a partir do modelo obtido para cada variável resposta.

A revisão bibliográfica apresentada neste capítulo contempla os conceitos mais importantes para uma boa compreensão do trabalho proposto. Além disso, foram apresentados o que se conhece de mais recente no tratamento de cascalhos de perfuração contaminados e os trabalhos que mais contribuíram para o desenvolvimento desta tese de doutorado. Por fim, ferramentas estatísticas aplicadas na avaliação dos resultados foram mostradas.

---

---

# CAPÍTULO 3

---

## Materiais e Métodos

**D**este capítulo estão descritos os materiais utilizados, a metodologia adotada na caracterização dos mesmos, a unidade experimental empregada e os procedimentos aplicados nos ensaios experimentais.

### 3.1 Materiais utilizados

Os materiais empregados no presente estudo consistem em cascalho seco, cascalho contaminado e fluido de perfuração. Esses materiais são provenientes da central de cascalho da Petrobras, situada no município de Carmópolis-SE e sob a supervisão da Unidade de Operações de Exploração e Produção de Sergipe e Alagoas (UO-SEAL).

Todos os materiais foram enviados em tambores de 200 L, totalizando aproximadamente uma tonelada de produto. Em cada ensaio experimental, foi utilizado um dos três materiais ou uma mistura de dois deles. A composição mássica de cada um é:

- Cascalho contaminado: 8,3% de n-parafina, 9,8% de água e 81,9% de sólidos (cascalhos e aditivos).
- Cascalho seco: 4,2% de n-parafina, 7,5% de água e 88,3% de sólidos (cascalhos e aditivos).

- Fluido de perfuração: 39,4% de n-parafina, 32,0% de água e 28,6% de sólidos (aditivos).

Nos ensaios de avaliação do efeito de reidratação, foi utilizado cascalho seco por microondas (resultante de ensaios anteriores a estes), com a seguinte composição: 3,2% de n-parafina, 1,4% de água e 95,4% de cascalho.

O método de retorta foi aplicado para medir o teor de n-parafina e água no cascalho, antes e após a secagem. Para isso, foi utilizada retorta Fann de 50 ml. Esse procedimento consiste basicamente em aquecer certa quantidade de cascalho contaminado até que todo fluido seja evaporado. Os vapores são condensados em uma proveta e a concentração é determinada segundo o procedimento recomendado pelo American Petroleum Institute (2005). Para medição das massas foi utilizada balança com precisão  $10^{-2}$  g.

## 3.2 Metodologia para caracterização dos materiais

A descrição da caracterização dos materiais está dividida em duas subseções onde são tratadas separadamente as propriedades do cascalho e do fluido de perfuração.

### 3.2.1 Cascalho de perfuração

A densidade real e as distribuições de tamanho e forma foram determinadas para o cascalho seco, proveniente da Central de Cascalhos da Petrobras. Primeiramente, todo o material (cerca de 200 kg) foi submetido a quarteamento manual, em seguida, uma amostra representativa (cerca de 10 kg) foi submetida a quarteamento mecânico. As amostras passaram então por processo de secagem em estufa à 105 °C, durante 24 horas, para eliminar a umidade. O material resultante tem teor de n-parafina e água iguais a 2,1% e 2,5% em massa, respectivamente.

#### Distribuição de tamanho

A distribuição granulométrica dos sólidos foi determinada pela técnica de peneiramento. O equipamento empregado é o modelo *AS 200 control* da Retsch. O peneiramento foi conduzido com 1000 g de material, amplitude de 1,2 mm durante 30 minutos. Esses parâmetros foram determinados a partir dos resultados de ensaios onde variou-se massa,

amplitude e tempo de peneiramento. Não foi observado efeito de aglomeração durante o peneiramento do material.

Os ensaios para determinação da distribuição de tamanho foram realizados em triplicata. A classificação das peneiras utilizadas é: 400, 150, 65, 48, 35, 32, 24, 16, 14, 12, 10, 8, 7 e 4 mesh. Os valores das aberturas correspondentes são (em  $\mu\text{m}$ ): 38, 106, 212, 300, 425, 500, 710, 1000, 1180, 1400, 1700, 2360, 2800 e 4760.

Determinou-se, então, as distribuições de freqüência e acumulada, bem como, o diâmetro médio de Sauter. A distribuição acumulada foi ajustada, por meio de regressão não linear, segundo o modelo de distribuição Rosin-Rammler-Bennet (RRB), conforme Equação 3.1 (HOLDICH, 2002). Dentre diversos modelos avaliados, esse é modelo que forneceu o melhor ajuste dos dados (PEREIRA, 2010).

$$X = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{d_p}{d_{63,2}} \right)^n \right] \quad (3.1)$$

Onde  $n$  e  $d_{63,2}$  são os parâmetros do modelo e representam, respectivamente, o formato da curva de distribuição e o diâmetro correspondente a um *undersize* de 63,2%. As variáveis  $X$  e  $d_p$  são, respectivamente, a distribuição acumulada (variando de 0 a 1) e o diâmetro característico (em  $\mu\text{m}$ )

### Densidade real

A densidade real do material foi determinada pela técnica de picnometria a Hélio realizada no equipamento *AccuPyc 1331* da Micromeritics, com precisão de  $\pm 10^{-4}$  g/cm<sup>3</sup>. As análises foram feitas em tréplica para cada faixa de tamanho classificada. Os resultados apresentados correspondem às médias dos valores obtidos.

### Distribuição de forma

Foram analisadas imagens dinâmicas digitais do cascalho seco, a partir das quais, foi possível determinar a distribuição de tamanho e de forma desse material.

Para isso, foi utilizado o sistema de análise de imagem dinâmica *Camsizer* da Retsch, cujo software permite gravar e processar um grande número de imagens de partículas individuais. Esse equipamento tem precisão de  $\pm 0,1 \mu\text{m}$ , seu *range* de tamanho de partícula é de 30  $\mu\text{m}$  a 30 mm e a velocidade de aquisição chega a 60 imagens/s.

Foram realizadas três análises a fim de garantir a reprodutibilidade dos resultados. Quanto à forma, foram analisadas a razão de aspecto e a circularidade do material. Também foi avaliada a distribuição de tamanho a partir do diâmetro característico  $x_{cmin}$ , que corresponde à menor largura da partícula e pode ser comparado ao diâmetro de peneira.

A razão de aspecto (RA) possibilita a caracterização da forma anisotrópica da partícula, em outras palavras, o seu comprimento prolongado. Esse parâmetro é definido pela razão dos diâmetros  $x_{cmin}$  (largura) e  $x_{Femax}$  (comprimento). Diâmetros Feret ( $x_F$ ) são as distâncias entre dois paralelos tangentes aos lados opostos da partícula, desta forma,  $x_{Femax}$  corresponde à maior distância (ALLEN, 1997).

O fator de circularidade (FC) é uma das propriedades mais utilizados para caracterizar a forma de partículas. Esse parâmetro é baseado na relação entre a área  $A$  da projeção bidimensional da partícula e a área do círculo que possui o mesmo perímetro  $P$  da partícula (ALLEN, 1997). Assim, o fator de circularidade é calculado conforme a Equação 3.2.

$$FC = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (3.2)$$

### 3.2.2 Fluido de perfuração

O fluido de perfuração utilizado é o chamado BRMUL, esse fluido é uma emulsão inversa de solução saturada de NaCl e n-parafina. Essa emulsão é composta por 5% em volume de sólidos aditivos e a proporção n-parafina/água é, geralmente, de 55/45. A massa específica desse fluido é de aproximadamente 1,2 g/cm<sup>3</sup>. Para este material, foram avaliadas suas propriedades reológicas e dielétricas.

#### Propriedades reológicas

O reômetro utilizado nos ensaios de reologia deste trabalho é o reômetro coaxial Brookfield modelo R/S *Plus*. Para uso desse equipamento, uma amostra de 45 ml é necessária e os dados são obtidos instantaneamente com o uso do software *Rheo3000*.

Esse equipamento fornece dados de tensão cisalhante e viscosidade aparente para uma dada faixa de taxa de deformação. A faixa de operação deste equipamento é de 2 a 2148 s<sup>-1</sup>, para taxa de deformação, de 4 a 134.000 cP, para viscosidade aparente e tensão cisalhante máxima igual a 287 Pa.

Nos ensaios, foram utilizados *spindle* coaxial modelo CC3-40 e banho termostático ligado a uma jaqueta de aquecimento para manter a temperatura do material a 45°C. O fluido foi mantido a essa temperatura durante os ensaios de reologia na tentativa de reproduzir as condições operacionais encontradas no campo, uma vez que o fluido de perfuração chega à superfície a aproximadamente 45°C. É importante ressaltar que esse fluido foi armazenado em tanque agitado e antes de cada ensaio o mesmo permanecia, pelo menos, sob duas horas de agitação para se obter uma emulsão homogênea.

Foram realizados dois diferentes ensaios para avaliar as propriedades reológicas do fluido de perfuração. O primeiro consiste em simular os ensaios realizados em campo, onde viscosímetros são utilizados. Para isso, o fluido foi primeiramente submetido a um pré-cisalhamento durante 60 segundos à taxa de 1021 s<sup>-1</sup>. Em seguida, o material foi submetido durante 10 segundos às taxas de 1021, 511, 340,6, 170,3, 10,2 e 5,1 s<sup>-1</sup>.

Essas taxas de deformação correspondem às velocidades utilizadas nos viscosímetros de campo, geralmente o viscosímetro da FANN modelo 35A. Neste caso, foram avaliadas a tensão de cisalhamento e a viscosidade aparente do fluido ao final de cada período de 10 segundos.

O segundo ensaio compreende um pré-cisalhamento à 1800 s<sup>-1</sup> durante 60 segundos, em seguida um decréscimo de taxa de 1800 a 40 s<sup>-1</sup> em aproximadamente 6 minutos. Neste intervalo de tempo, viscosidade aparente e tensão cisalhante foram tomadas a cada passo de 40 s<sup>-1</sup>. A partir daí, a taxa de deformação foi de 40 s<sup>-1</sup> à 2 s<sup>-1</sup> em aproximadamente 3 min, sendo o passo de 2 s<sup>-1</sup>. Também foram tomadas, ao final de cada passo, viscosidade aparente e tensão cisalhante.

O modelo Herschel-Bulkley (HB) é amplamente utilizado para descrever o comportamento reológico de fluidos de perfuração (AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION, 1994; ASME, 2005; AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2006) e, dentre vários outros modelos, esse foi o que apresentou melhor ajuste das curvas de escoamento de fluidos a base de n-parafina (PEREIRA, 2010). Desta forma, os reogramas obtidos nesta etapa foram ajustados segundo esse modelo, conforme Equação 3.3.

$$\tau = \tau_0 + K\gamma^n \quad (3.3)$$

Onde  $\tau_0$ ,  $K$  e  $n$  são os parâmetros do modelo e representam, respectivamente, tensão crítica de escoamento (Pa), índice de consistência (Pa<sup>1-n</sup>s<sup>-n</sup>) e índice de comportamento (CHHABRA, 2007). As variáveis  $\tau$  e  $\gamma$  são, respectivamente, a tensão cisalhante (Pa) e a viscosidade aparente (Pa.s).

### Propriedades dielétricas

As propriedades dielétricas do fluido de perfuração utilizado nos ensaios foram medidas com o kit de sonda dielétrica modelo *85070E* da Agilent. Esses ensaios foram realizados no Laboratório de Telecomunicações da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, em Natal-RN.

Foram realizadas medidas da permissividade relativa complexa do fluido de perfuração, isto é, permissividade relativa real e fator de perda dielétrica. As medidas foram tomadas à frequência de 2,45 GHz e temperatura de 25 a 70 °C em intervalos de 5 °C. Para efeito de comparação foram medidas também as propriedades da água e da n-parafina pura nas mesmas condições.

## 3.3 Unidade experimental

O secador de cascalho, utilizado no desenvolvimento deste trabalho, foi projetado e instrumentado em parceria com a empresa Innovare, detentora da tecnologia de secagem industrial de madeira por microondas. A cavidade do forno foi projetada e construída pela empresa. Já os sistemas de exaustão, condensação, instrumentação e aquisição de dados foram elaborados em conjunto com a Universidade. Ajustes nestes sistemas, bem como, a escolha de materiais utilizados na vedação do forno, também foram um trabalho conjunto.

O maior obstáculo encontrado, em relação ao sistema de exaustão do forno, foi superar o efeito de condensação de vapores no interior da cavidade. Outra dificuldade encontrada refere-se ao sistema de vedação do forno, uma vez que, a maioria dos materiais comumente utilizados em fornos de microondas industriais sofrem algum tipo de reação frente à n-parafina. Portanto, foi necessário buscar diferentes materiais e métodos para a vedação do forno. Essa vedação é de grande importância para que seja gerada uma atmosfera inerte no interior do equipamento.

Também houve dificuldades em relação à instrumentação, impedindo a aferição com precisão da temperatura no leito do material. Recipientes fabricados a partir de diferentes materiais, como por exemplo, fibra de vidro, foram testados para disposição do material no interior do forno. O vidro, por sua vez, foi o material que melhor suportou a combinação n-parafina e alta temperatura.

A unidade experimental é composta pela cavidade do forno equipada com 6 fontes de microondas com capacidade individual de 1 kW, operando a 2,45 GHz; balança com

capacidade de 300 kg e precisão de 0,05 kg; exaustor de 1,5 HP; condensador de vapores e sistema de aquisição de dados. A Figura 3.1 ilustra a unidade experimental.

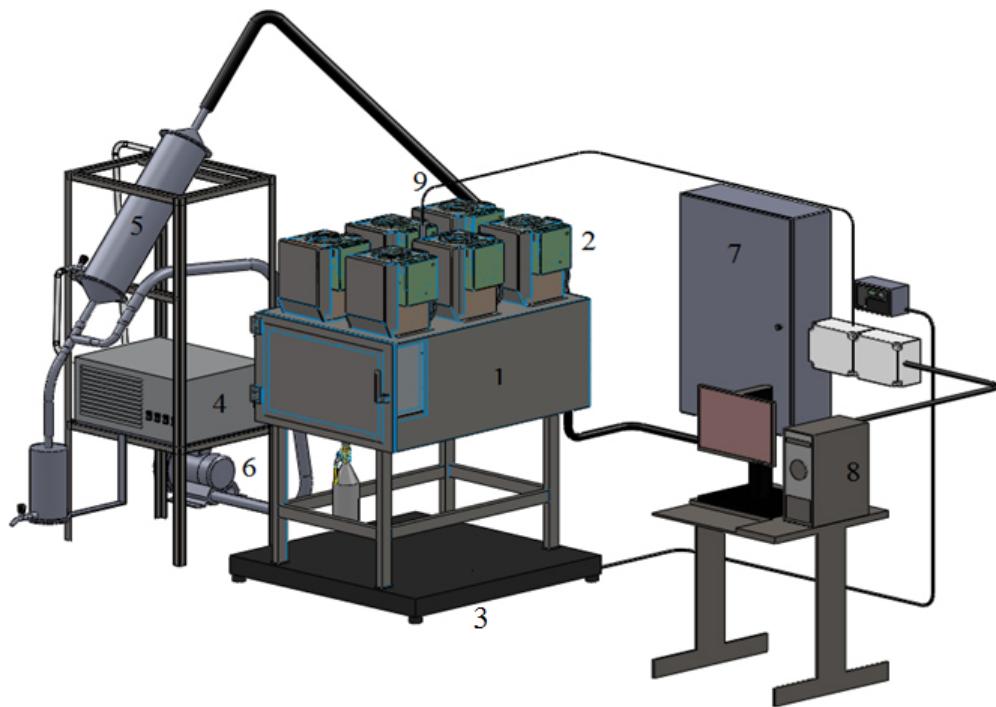


Figura 3.1: Unidade Experimental.

Onde,

1. Forno microondas.
2. Seis unidades emissoras de microondas.
3. Balança.
4. Banho termostático para refrigeração do condensador.
5. Condensador.
6. Exaustor.
7. Painel de controle.
8. Computador para aquisição de dados.
9. PT100 para aferição da temperatura dos vapores gerados.

A cavidade do forno tem dimensões iguais a 100 x 60 x 35 cm (C x L x A). As fontes de microondas são acionadas individualmente (*via software*) permitindo a variação

da potência aplicada entre 1 e 6 kW, em intervalos de 1 kW. A temperatura dos vapores no interior do forno é medida por um termômetro de resistência (PT100) e controlada por um sistema *on-off*.

Esse controle é feito a fim de que não haja pirólise da matéria orgânica recuperada e para que ela possa ser, então, reutilizada como base não-aquosa. O sistema é fechado de modo que não há entrada de ar para o interior da unidade.

O sistema de controle do forno permite definir quais fontes de microondas serão utilizadas e também uma temperatura de referência para os vapores. Quando as fontes são acionadas a temperatura dos vapores na cavidade do forno começa a aumentar. Esse aumento de temperatura apresenta certa inércia, ou seja, mesmo quando as fontes são desligadas a temperatura dos vapores segue aumentando por um intervalo de tempo. O mesmo ocorre quando a temperatura está diminuindo e as fontes são religadas.

Desta maneira, quando a temperatura dos vapores atinge determinado percentual da temperatura de *set point* (ambos definidos pelo operador), as fontes de microondas são desligadas. Depois de certo tempo, a temperatura começa a cair. Quando a temperatura dos vapores atinge novamente o valor de referência, as fontes são religadas.

A Figura 3.2 mostra a tela do sistema de controle utilizado para operação do forno microondas e controle da temperatura dos vapores.

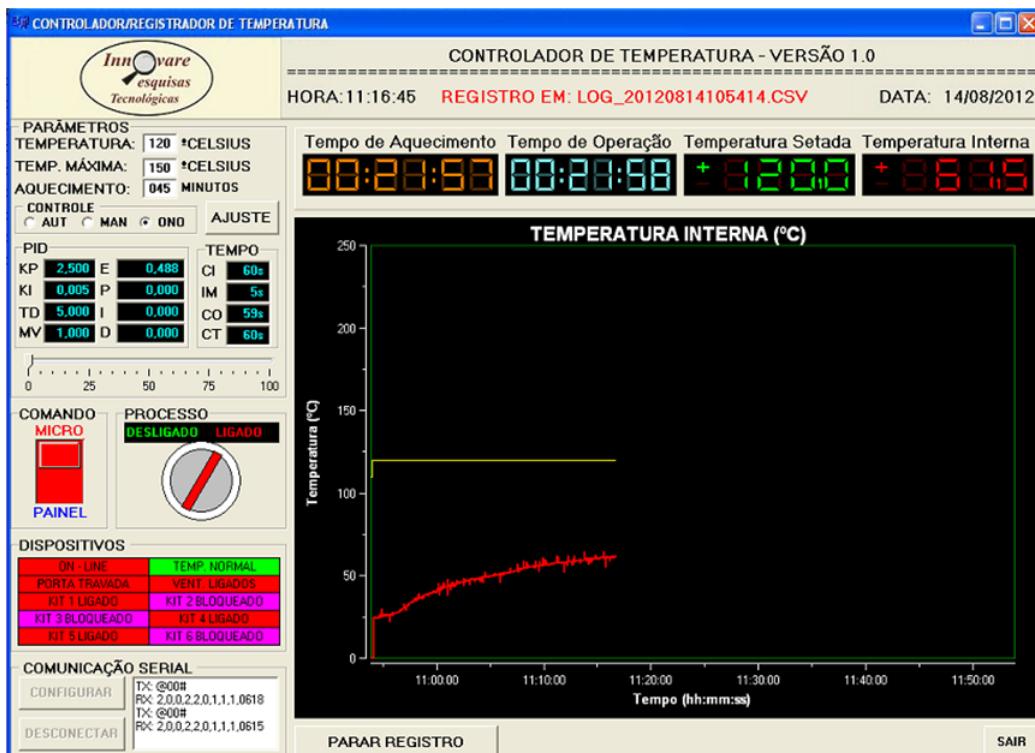


Figura 3.2: Interface do sistema de controle e operação do forno.

Os dados alimentados no programa pelo operador são: temperatura de controle (“TEMPERATURA - Temperatura Setada”), temperatura de segurança (“TEMP. MÁXIMA”) e tempo de aquecimento (“AQUECIMENTO - Tempo de aquecimento”).

A temperatura de segurança corresponde à temperatura máxima que os vapores podem atingir, isto é, no caso dessa temperatura ser alcançada, o forno é automaticamente desligado. O tempo de aquecimento corresponde ao período em que ocorre emissão de microondas, ou seja, período em que os kits estão ligados. A “Temperatura Interna” corresponde à temperatura *online* dos vapores gerados no interior da cavidade e o “Tempo de Operação” ao tempo total do experimento.

## 3.4 Metodologia para ensaios experimentais

Todos os testes descritos a seguir têm em comum a velocidade de exaustão e o uso de 3 recipientes de vidro, para acomodação do material no interior do forno (Figura 3.3).



Figura 3.3: Material alimentado no forno em recipientes de vidro.

A massa total de material varia de acordo com o objetivo de cada ensaio e foi sempre dividida igualmente nos três recipientes. A massa alimentada no forno está diretamente relacionada à altura do leito de material, uma vez que, a área dos recipientes é constante.

A altura do leito, por sua vez, está ligada à eficiência do processo de secagem por microondas, pois a absorção de energia eletromagnética depende, entre outros fatores, da altura do material aquecido (ROBINSON et al., 2010). No entanto, devido às dificuldades encontradas para se ter precisão na medida dessa altura, adotou-se como variável do processo a massa de material, e não a altura do leito.

A energia específica é uma das variáveis estudadas. Como visto anteriormente, ela corresponde à quantidade de energia aplicada por unidade de massa de material a ser tratado. Uma vez que a massa é mantida constante, a energia específica pode ser modificada alterando-se o tempo de aquecimento e/ou a potência aplicada (número de fontes ligadas). Ambos variaram conforme o objetivo de cada ensaio.

Na interface do sistema, o tempo de aquecimento corresponde ao período em que

ocorre emissão de microondas, ou seja, período em que as fontes estão ligadas, e é inferior ao tempo total de operação.

Inicialmente avaliou-se o procedimento de secagem através de ensaios de repetibilidade. Em seguida, foram avaliados o efeito da temperatura de controle, potência e energia específica na descontaminação do cascalho através da secagem via microondas e também o efeito da reidratação do cascalho já seco, em uma segunda etapa de secagem por microondas.

### **3.4.1 Avaliação inicial do procedimento**

Foram conduzidos três ensaios sem controle de temperatura para verificar a repetibilidade das principais respostas e da curva de aquecimento dos vapores.

O material utilizado nestes ensaios foi o cascalho contaminado, com teor de n-parafina e água iguais a 8,3% e 9,8% em massa, respectivamente. Cada ensaio foi conduzido com 6 kg de material, potência de 6 kW e 22 minutos de aquecimento, o que representa energia específica igual a 0,37 kWh/kg.

Foram medidas as curvas de aquecimento dos vapores no interior do forno e a média e desvio padrão do teor de n-parafina e água residual e do percentual de n-parafina e água removido nos três ensaios.

### **3.4.2 Efeito da temperatura de controle**

Nos ensaios para verificar o efeito da temperatura de controle, foi utilizado cascalho contaminado, cujo teor de n-parafina e água inicial era de 8,3% e 9,8% em massa, respectivamente.

Foram realizados ensaios para investigar como a temperatura de controle afeta a remoção da fase não-aquosa do cascalho de perfuração contaminado. Para isso, foi aplicada potência de 6 kW e as temperaturas de controle adotadas foram: 120, 140 e 160 °C. A energia específica dos ensaios foi de 0,65 kWh/kg.

Todos os ensaios foram realizados uma única vez com massa de 6 kg (distribuídos igualmente nos três recipientes) e as variáveis resposta analisadas foram o teor de n-parafina e água residual e o percentual de n-parafina e água removido. Também foram avaliadas as curvas de aquecimento do vapor gerado durante a secagem.

### 3.4.3 Efeito da potência

Nos ensaios para verificar o efeito da potência, foi utilizada uma mistura de cascalho seco e fluido de perfuração. Adicionou-se ao cascalho, fluido de perfuração que resultou em um teor de n-parafina e água iguais a 9,8% e 12,1% em massa, respectivamente.

O efeito da potência na descontaminação de cascalho foi avaliado através de ensaios em que se variou a potência aplicada e a energia específica (ou tempo de aquecimento). Em cada ensaio, 6 kg de cascalho foram colocados no forno, sendo 2 kg em cada recipiente. A temperatura de controle foi de 120 °C.

Foram aplicadas potências de 3, 4 e 6 kW para três diferentes valores de energia específica: 0,5, 0,6 e 0,7 kWh/kg. Esses valores de potência foram escolhidos com o intuito de se manter uma distribuição do campo elétrico uniforme no interior da cavidade do forno. Maiores detalhes sobre as configurações adotadas para 3, 4 e 6 kW são encontrados no Apêndice A.

Cada experimento foi realizado uma única vez e foram avaliados o teor de n-parafina residual e a curva de aquecimento, que mostra a variação da temperatura dos vapores na cavidade do forno com o tempo de operação.

### 3.4.4 Efeito da energia específica

Nos ensaios para verificar o efeito da energia específica, foi utilizado cascalho contaminado, cujo teor de n-parafina e água inicial era de 8,3% e 9,8% em massa, respectivamente.

Ensaios únicos foram realizados com o intuito de investigar a influência da energia específica no processo de descontaminação do cascalho. Para isso, foram mantidos constantes: potência aplicada (3 kW), massa (6 kg) e teor inicial de n-parafina e água. A temperatura de controle foi mantida a 120 °C.

Neste caso, a variável manipulada foi o tempo de secagem, e consequentemente a energia específica. As variáveis resposta foram o teor de n-parafina e água residual e o percentual de n-parafina e água removido.

### 3.4.5 Efeito da reidratação

Uma vez que, segundo Robinson et al. (2010), a água é o veículo de remoção da fase orgânica, decidiu-se investigar o efeito da adição de água em um cascalho já seco *via*

microondas, para depois ser submetido a um segundo processo de secagem.

A quantidade de n-parafina e água inicial nesse cascalho, em base seca, era de 3,4 g de n-parafina/100 g de sólidos seco e 1,5 g de água/100 g de sólidos seco, respectivamente. Nesta etapa, optou-se por trabalhar com o teor de água em base seca, pois este descreve de maneira real a umidade do material.

Nesses ensaios, água foi adicionada ao cascalho seco para elevar a quantidade desse componente no material. Os teores de umidade no cascalho após adição de água foram: 12, 22, 27 e 32 g de água/100 g de sólidos seco.

Foi realizado um ensaio para cada nível de umidade, sendo que a potência aplicada (3 kW), a massa de material alimentado no forno (6 kg) e o tempo de aquecimento (45 min) foram mantidos constantes. Nessas configurações a energia específica assume o valor de 0,38 kWh/kg. Ao final de cada experimento, foi avaliado o teor de n-parafina residual e o percentual de n-parafina removido. A temperatura dos vapores foi mantida a 120 °C.

A fim de ilustrar a importância de avaliar um processo de secagem considerando valores em base seca, os resultados foram comparados com os dados correspondentes em base úmida, uma vez que, essa é a metodologia comumente utilizada em campo.

### 3.4.6 Resumo dos ensaios experimentais

Os resultados obtidos nos experimentos até aqui descritos nortearam as condições e variáveis adotadas no estágio seguinte, que compreende a realização de um Planejamento Composto Central. A avaliação inicial do procedimento adotado mostrou que os resultados têm repetibilidade considerável e são, portanto, confiáveis, tanto em relação aos resultados da secagem propriamente dita, quanto das curvas de temperatura dos vapores.

O teste de efeito da temperatura de controle levou à escolha de um valor intermediário em relação às temperaturas estudadas, minimizando a degradação térmica do fluido e ao mesmo tempo garantindo um tempo de operação não muito longo. O teste de potência direcionou a escolha do valor da potência empregada, de forma a garantir o menor tempo de operação e melhor distribuição do campo no interior da cavidade.

O teste de energia específica, por sua vez, determinou a escolha do maior nível adotado para essa variável no PCC. Finalmente, o teste para verificar o efeito da umidade inicial do material na secagem indicou que essa não seria uma variável importante a ser considerada no planejamento experimental.

A Tabela 3.1 mostra as condições operacionais e as variáveis estudadas em cada um

dos ensaios descritos anteriormente.

Tabela 3.1: Resumos dos testes para avaliar diferentes efeitos.

Teste	Condições operacionais			Variáveis
	T °C	P kW	E kWh/kg	
Avaliação inicial	—	6	0,37	—
Efeito da temperatura	—	6	0,65	T = 120, 140 e 160 °C.
Efeito de potência	120	—	—	P = 3, 4 e 6 kW E = 0,5, 0,6 e 0,7 kWh/kg
Efeito de energia específica	120	3	—	E = 0,2 e 0,3 a 0,7 kWh/kg.
Efeito de umidade	120	3	0,38	X = 12, 22, 27 e 32 g de água/ 100 g de sólidos seco

## 3.5 Planejamento Composto Central

Por ser uma ferramenta rica, que diminui esforços experimentais e que permite uma série de discussões relevantes, foi proposto para o presente trabalho um Planejamento Composto Central (PCC) levando em conta as variáveis mais importantes na secagem de cascalho por microondas.

Para o PCC aplicado neste estudo, com relação às análises estatísticas a serem efetuadas, foram definidas como variáveis independentes: concentração mássica inicial de fluido (em %), massa de cascalho alimentada no forno (em kg) e energia específica (em kWh/kg). A concentração de fluido diz respeito ao teor de fluido total, isto é, corresponde à soma dos teores iniciais de água e n-parafina.

A concentração mássica de fluido foi ajustada adicionando-se fluido de perfuração ao cascalho seco. A energia específica foi modificada variando-se o tempo de aquecimento, isto é, período em que as fontes permanecem ligadas. Em todos os experimentos a temperatura de controle foi mantida a 130 °C e a potência aplicada foi de 6 kW, ou seja, todas as fontes de microondas foram acionadas.

Considerando, então, os três fatores (variáveis) apresentados, o conjunto de experimentos compreende 20 ensaios (conforme Equação 2.6), dos quais seis são réplicas do

ponto central. Esse número de réplicas foi escolhido a fim de que o alfa de ortogonalidade, ou seja, os valores codificados dos pontos axiais ( $+\alpha$  e  $-\alpha$ ) fossem  $+1,5$  e  $-1,5$ . A Tabela 3.2 mostra a matriz do Planejamento Composto Central, apresentada em sua forma adimensional (codificada) e obtida com uso do *software* Statistica 7.

Tabela 3.2: Matriz de um Planejamento Composto Central para 3 fatores e 6 réplicas do ponto central.

Experimento	Concentração total	Massa de cascalho	Energia específica
1	-1,0	-1,0	-1,0
2	-1,0	-1,0	+1,0
3	-1,0	+1,0	-1,0
4	-1,0	+1,0	+1,0
5	-1,0	-1,0	-1,0
6	+1,0	-1,0	+1,0
7	+1,0	+1,0	-1,0
8	+1,0	+1,0	+1,0
9	-1,5	0	0
10	+1,5	0	0
11	0	-1,5	0
12	0	+1,5	0
13	0	0	-1,5
14	0	0	+1,5
15 (6)*	0	0	0

\*Réplicas do ponto central.

Os valores codificados (adimensionais) das variáveis independentes foram calculados conforme Equação 3.4.

$$x = 2 \frac{\delta - \bar{\delta}}{d} \quad (3.4)$$

Onde,  $x$  é o valor do fator codificado (nível),  $\delta$  é o valor do fator na escala original,  $\bar{\delta}$  é a média entre os níveis na escala original (corresponde ao valor no ponto central) e  $d$  é a diferença entre os níveis +1 e -1.

A Tabela 3.3 traz a correspondência de cada um dos fatores com sua forma codificada, com base na Equação 3.4.

Tabela 3.3: Correspondência entre fatores e suas formas codificadas.

Nível	Concentração total %	Massa de cascalho kg	Energia específica kWh/kg
-1,5	14	6	0,4
-1,0	16	7	0,5
0	20	9	0,7
+1,0	24	11	0,9
+1,5	26	12	1,0

É importante ressaltar que a faixa de concentração total de fluido foi escolhida conforme é encontrado em campo, a fim de que os experimentos representem a realidade operacional da melhor forma possível. Já os valores de massa foram adotados com base na capacidade dos recipientes utilizados. Os níveis de energia específica, por sua vez, foram determinados considerando que o maior valor levaria a um teor de n-parafina residual próximo a zero. Esse valor foi obtido por extrapolação dos resultados dos ensaios realizados anteriormente para verificar o efeito da energia específica.

Embora os resultados dos ensaios que verificaram a influência da potência mostrem que potências menores levam a resultados mais satisfatórios, a potência de 6 kW foi escolhida para o PCC. Isto se deu pelo fato de que essa potência leva a uma distribuição uniforme do campo eletromagnético no interior do forno e também a uma vazão de processamento maior, pois, a mesma energia específica quando 3 e 6 kW são aplicados é alcançada em menos tempo no segundo caso.

As respostas avaliadas no planejamento experimental foram: teor de n-parafina e água residual (em %), percentual de n-parafina removido, capacidade (em kg/h) e razão de limpeza, isto é, massa de n-parafina removida por unidade de energia (g de

n-parafina/kWh). Uma vez que o processo é em batelada, entende-se por capacidade a massa de cascalho alimentada dividida pelo tempo de operação do forno.

No presente trabalho, a determinação dos parâmetros do modelo e a análise estatística foram realizadas utilizando como ferramenta o *software* Statistica 7. Cada resposta foi avaliada utilizando o método de superfície de resposta, as quais foram obtidas a partir dos modelos ajustados conforme Equação 2.7.

Em suma, o *Capítulo 3* apresentou os materiais e os métodos utilizados na caracterização dos mesmos, a unidade experimental e os procedimentos experimentais adotados no desenvolvimento do presente trabalho.

---

---

## CAPÍTULO 4

---

### Resultados e Discussões

**D**este capítulo são abordados os resultados obtidos no presente estudo, referentes à caracterização do cascalho e fluido de perfuração e aos ensaios experimentais de descontaminação de cascalho por microondas.

Primeiramente, é importante ressaltar que testes exploratórios foram conduzidos inicialmente em um microondas doméstico. A decisão de investir em uma unidade batelada foi tomada a partir de resultados promissores nesta etapa inicial, os quais estão descritos no Apêndice B.

Além disso, após a instalação da unidade experimental e antes de serem definidas as condições operacionais, aproximadamente 50 ensaios foram realizados para ajuste da unidade experimental. Esses ajustes se deram principalmente no que diz respeito a exaustão de vapores, vedação do forno, recipientes e condensação de vapores no interior do forno. Os resultados de alguns desses ensaios estão reportados no Apêndice C.

#### 4.1 Caracterização dos materiais

A seguir estão descritos os resultados de caracterização do cascalho e do fluido de perfuração relativos à densidade real, distribuição de forma e tamanho, reologia e propriedades dielétricas.

### 4.1.1 Cascalho de perfuração

O cascalho seco utilizado na caracterização, após ser submetido a secagem em estufa, tem concentração de água e n-parafina iguais a 2,1 e 2,5 % em massa (base úmida), respectivamente.

#### Distribuição de tamanho

Os resultados de distribuição de tamanho acumulada e de frequência para o cascalho de perfuração, obtidos por peneiramento, são mostrados na Figura 4.1. O diâmetro médio de Sauter é de  $238,35 \mu\text{m}$ .

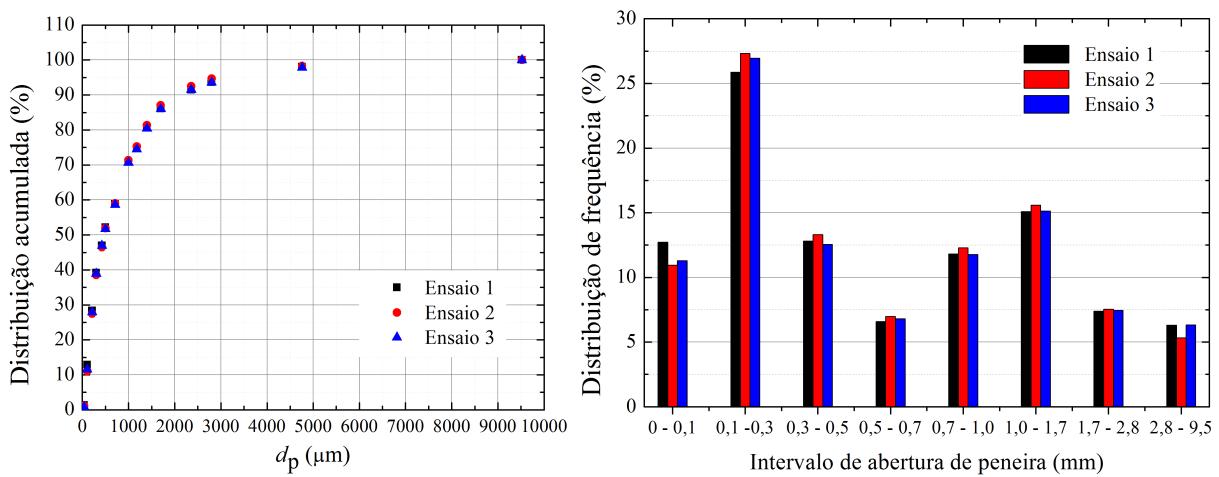


Figura 4.1: Distribuição de tamanho acumulada e de frequência do cascalho de perfuração obtidas por peneiramento.

Da distribuição acumulada, nota-se que metade das partículas de cascalho tem diâmetro inferior a  $500 \mu\text{m}$  e 95% tem diâmetro inferior a  $3000 \mu\text{m}$ . É interessante o fato de que a faixa granulométrica dos cascalhos é bastante ampla, variando de alguns micrometros até quase 1 centímetro. O tamanho dos fragmentos de rocha gerados dependem, sobretudo, do tipo de broca utilizada e do tipo de formação que está sendo perfurada. No entanto, geralmente, os cascalhos são gerados com diâmetros característicos relativamente grandes e vão sendo fragmentados até poucos micrometros pela ação da broca de perfuração.

A partir da distribuição de frequência, percebe-se uma distribuição de partículas bimodal, ou seja, o cascalho de perfuração apresenta dois diâmetros médios. O menor diâmetro médio encontra-se entre 100 e 300  $\mu\text{m}$  e o maior, entre 1000 e 1700  $\mu\text{m}$ .

A Tabela 4.1 traz os parâmetros do modelo RRB para a distribuição de tamanho acumulado do cascalho. Com base no quadrado do coeficiente de correlação, pode-se ve-

rificar que a variabilidade dos dados ajustados é explicada em grande parte (99,69%) pelo modelo. Dos parâmetros, tem-se que 63,2 % das partículas possuem diâmetro equivalente inferior a 778  $\mu\text{m}$ .

Tabela 4.1: Parâmetros do modelo RRB para o cascalho de perfuração.

Parâmetro	Valor	Desvio padrão
$d_{63,2}$ ( $\mu\text{m}$ )	778	23
$n$ (-)	0,8686	0,0348
$R^2$		0,9969

### Densidade real

A densidade real em  $\text{g}/\text{cm}^3$  de cada faixa de tamanho classificada está apresentada na Tabela 4.2.

Tabela 4.2: Densidade real do cascalho em diferentes faixas de tamanho.

Abertura da peneira $\mu\text{m}$	Abertura da peneira mesh	Densidade real $\text{g}/\text{cm}^3$	Desvio padrão $\text{g}/\text{cm}^3$
4760	4	2,54	0,02
2800	7	2,49	0,02
2360	8	2,52	0,02
1700	10	2,50	0,01
1400	12	2,51	0,01
1180	14	2,52	0,00
1000	16	2,51	0,00
710	24	2,51	0,02
500	32	2,50	0,02
425	35	2,49	0,02
300	48	2,49	0,02
212	65	2,48	0,02
106	150	2,48	0,03
38	400	2,51	0,01

Os resultados mostram que a densidade real do material está de acordo com a literatura (THOMAS, 2004) e ainda que não há variação significativa desse parâmetro nas diferentes faixas de tamanho avaliadas. A média global é de  $2,51 \text{ g}/\text{cm}^3$  e desvio padrão de  $0,02 \text{ g}/\text{cm}^3$ .

## Distribuição de forma

A Figura 4.2 traz imagens do cascalho de perfuração obtidas pelo método de análise de imagem digital. É notável a vasta faixa de tamanho e o formato irregular das partículas de cascalho de perfuração.

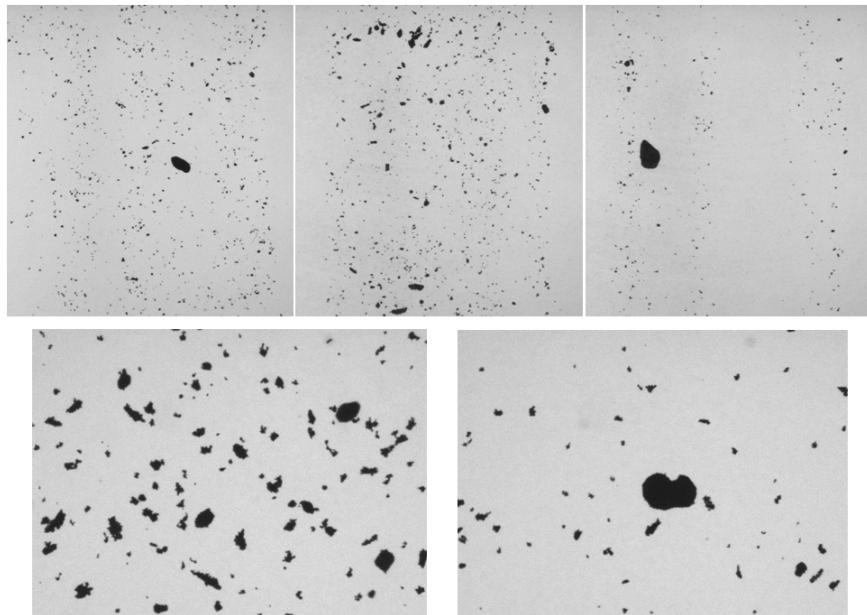


Figura 4.2: Imagem do cascalho de perfuração.

Quanto à forma, foram avaliadas a razão de aspecto e a circularidade desse material. Ambos os resultados estão mostrados na Figura 4.3

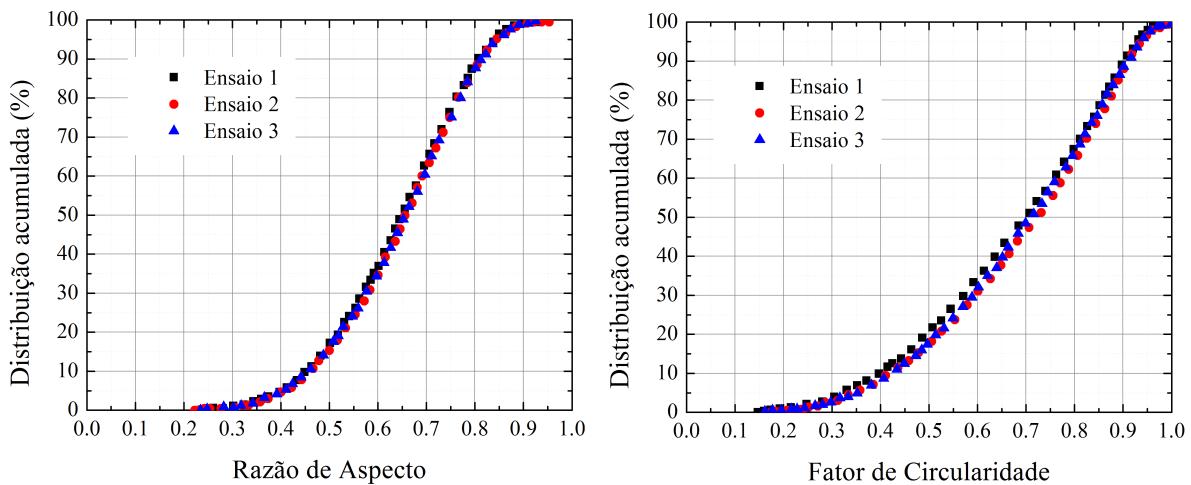


Figura 4.3: Razão de Aspecto (RA) e fator de circularidade (FC) do cascalho de perfuração.

A partir dos resultados, nota-se que 50 % do cascalho tem razão de aspecto superior a 0,65 e praticamente todas as partículas tem razão de aspecto inferior a 0,9. Desta

forma, os cascalhos de perfuração podem ser considerados como um conjunto de partículas não esféricas, porém pouco alongadas. Observa-se também que 50 % do cascalho tem circularidade inferior a 0,70 e 90% tem circularidade inferior a 0,9. Isto indica que grande parte das partículas projetam uma área quase circular.

O mesmo equipamento em que foi feita a análise de forma do cascalho permite também a obtenção da distribuição de tamanho. A Figura 4.4 mostra os resultados de distribuição acumulada e de frequência para o cascalho, segundo o método de análise dinâmica de imagem.

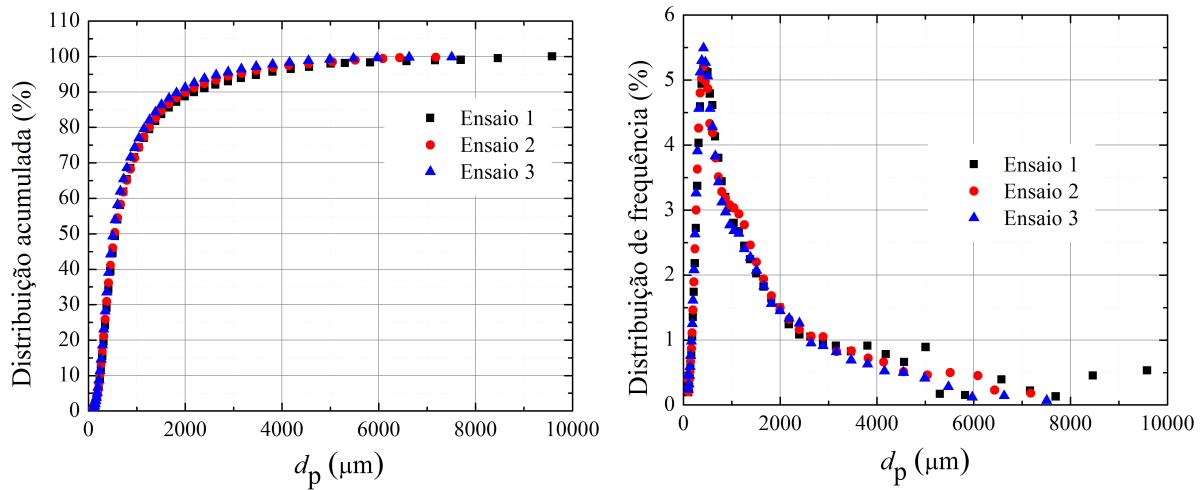


Figura 4.4: Distribuição de tamanho acumulada e de frequência do cascalho de perfuração obtidas por análise de imagem digital.

Quanto à distribuição acumulada, os resultados são semelhantes aos obtidos pelo método de peneiramento. Metade das partículas tem diâmetro inferior a 500  $\mu\text{m}$ , 95 % tem diâmetro inferior a 3000  $\mu\text{m}$  e o diâmetro máximo é próximo de 1 centímetro. A distribuição de frequência, por sua vez, apresentou certa divergência, mostrando uma distribuição de partículas unimodal, com diâmetro médio próximo de 500  $\mu\text{m}$ .

#### 4.1.2 Fluido de perfuração

O fluido de perfuração utilizado na caracterização tem concentração de água, n-parafina e sólidos aditivos iguais a 32, 39 e 29 % em massa, respectivamente.

#### Propriedades reológicas

Primeiramente o fluido de perfuração foi submetido à análises de reologia. O primeiro teste consiste em determinar as propriedades reológicas conforme é feito em campo. A

Figura 4.5 traz os resultados para essa análise em termos de tensão cisalhante e viscosidade aparente.

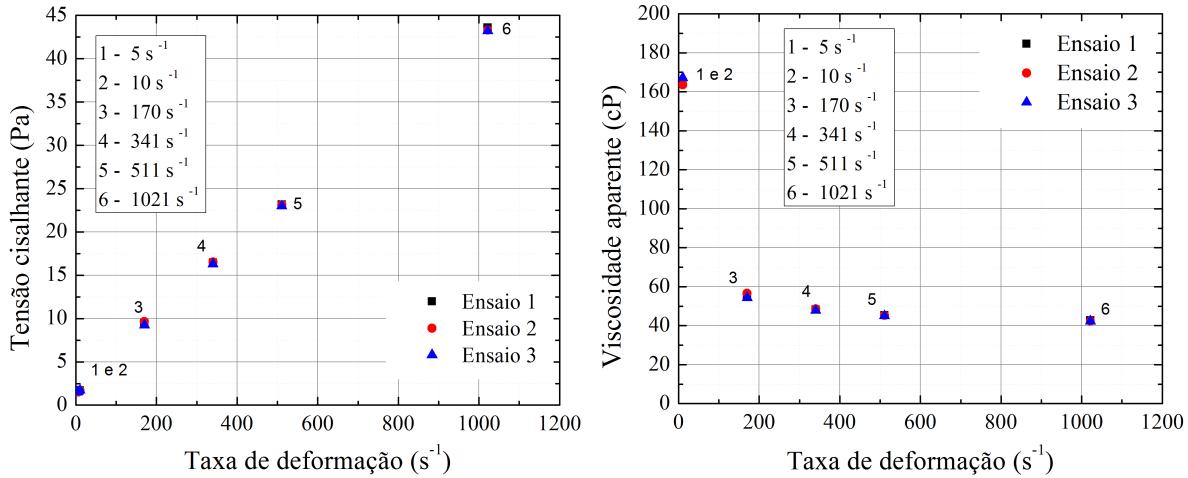


Figura 4.5: Tensão cisalhante e viscosidade aparente do fluido de perfuração medidas conforme procedimento de campo.

Uma comparação dos valores de tensão cisalhante obtidos experimentalmente para o fluido de perfuração, com valores reais de campo (conforme Tabela 4.3) mostra que o fluido utilizado no presente trabalho difere em relação a fluidos encontrados em campo.

Tabela 4.3: Comparação entre fluido de perfuração utilizado nos ensaios e em campo.

Taxa de deformação (s⁻¹)	Tensão cisalhante (Pa)	
	Presente trabalho	Campo
1021	43,36	102,4
511	23,09	65,5
340,6	16,42	48,5
170,3	9,45	33,4
10,2	1,68	14,1
5,1	1,52	12,8

Certamente, o objetivo de manter em laboratório a emulsão que caracteriza os fluidos de perfuração, mantendo-o sob intensa agitação, não foi alcançado. Os dados de campo foram fornecidos em forma de relatórios, mediante visita à algumas sondas da Petrobras no interior da Bahia, as quais utilizam fluidos de perfuração sintéticos a base de n-parafina.

A segunda análise consiste em determinar a curva de escoamento, ou seja, o reograma do fluido de perfuração, juntamente com a variação da viscosidade aparente, os quais são mostrados na Figura 4.6.

Da curva de escoamento, nota-se um comportamento pouco pseudoplástico do fluido em questão. Da análise da variação de viscosidade, percebe-se que a mesma tende

a um patamar próximo à 40 cP. O comportamento reológico encontrado para o fluido de perfuração utilizado é bastante incomum, uma vez que, espera-se que fluidos sintéticos a base de n-parafina sejam fluidos do tipo pseudoplásticos (ASME, 2005; DARLEY; GRAY, 1988).

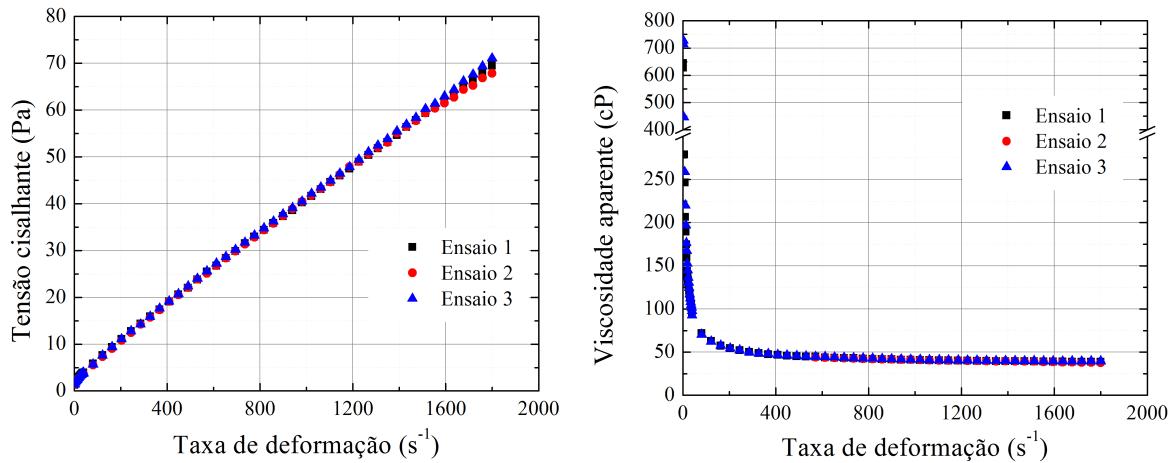


Figura 4.6: Curva de escoamento e variação da viscosidade aparente do fluido de perfuração.

Devido à esse comportamento reológico não esperado, as curvas de escoamento e de viscosidade aparente do fluido utilizado no presente trabalho foram comparadas às curvas correspondentes de um fluido de perfuração padrão. Esse fluido padrão foi fornecido pelo Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da Petrobras (CENPES) e tem composição semelhante à do fluido empregado neste estudo. A Figura 4.7 mostra essa comparação para análises sob mesmas condições.

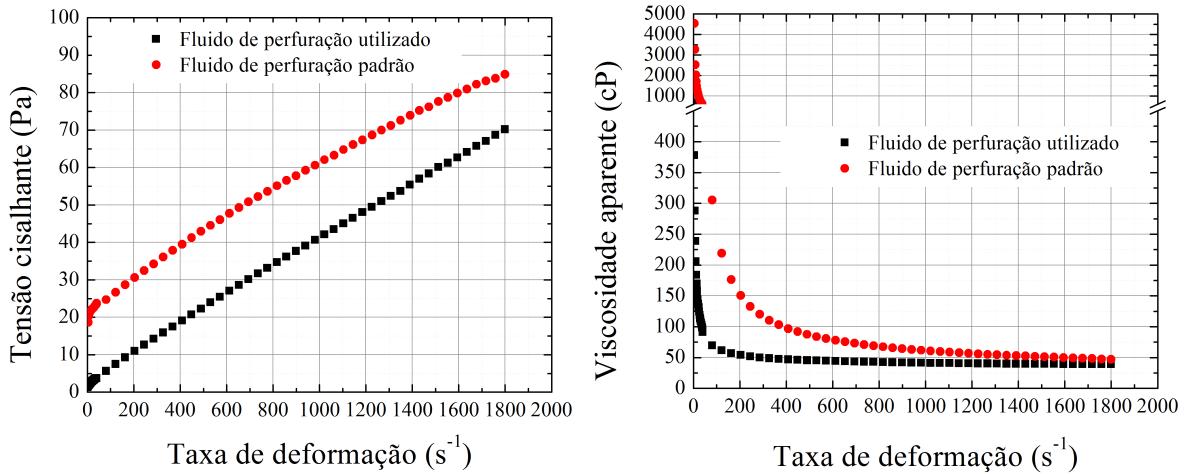


Figura 4.7: Comparação entre propriedades reológicas do fluido empregado e de um fluido padrão.

A divergência observada tanto em relação ao fluido de campo, quanto ao fluido padrão, pode, em parte, ser explicada pela quebra da emulsão do fluido utilizado neste

estudo. Embora esse material tenha sido mantido sob agitação intensa, com o objetivo de manter uma emulsão, é possível que isso não tenha ocorrido completamente.

Para que um fluido de perfuração apresente as propriedades reológicas conforme os fluidos de campo e padrão apresentados, é necessário que pequenas gotículas de água estejam dispersas na fase orgânica. Porém, quando em repouso, a tendência é que essa emulsão se quebre, promovendo a separação das fases.

Levando em conta o longo tempo que esse fluido passou em repouso até chegar ao laboratório e ser submetido novamente a agitação, é possível que a emulsão necessária para promover o comportamento reológico do tipo pseudoplástico não tenha sido obtida. Uma vez que a interação entre a fase orgânica e aquosa é importante no mecanismo de aquecimento por microondas, entende-se que a estabilidade da emulsão que constitui o fluido de perfuração terá influência positiva na descontaminação do cascalho por microondas.

Os dados de tensão cisalhante *versus* taxa de deformação, foram ajustados segundo o modelo reológico Herschel-Bulkley. Os parâmetros do modelo para o fluido estudado e para o fluido padrão estão apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4: Parâmetros do modelo HB para o fluido de perfuração utilizado e padrão.

Parâmetro	Fluido utilizado		Fluido padrão	
	Valor	Desvio padrão	Valor	Desvio padrão
$\tau_0$ (Pa)	1,70	0,03	17,81	0,63
$K$ (Pa <sup>1-n</sup> s <sup>-n</sup> )	0,07	0,00	0,26	0,05
$n$ (-)	0,92	0,00	0,74	0,03
$r^2$	0,9999		0,9957	

Os parâmetros do modelo também indicam que o fluido de perfuração utilizado, ao contrário do esperado, tem comportamento reológico do tipo Newtoniano. Mais uma vez, é provável que isso ocorra pela presença de grandes gotículas de água que não foram quebradas pela agitação imposta ao fluido. Por outro lado, o comportamento pseudoplástico do fluido de perfuração padrão pode ser observado pelos parâmetros do modelo HB ajustados.

## Propriedades dielétricas

Quanto às propriedades dielétricas, foram avaliadas a permissividade relativa real e o fator de perda dielétrica do fluido de perfuração. Os resultados foram comparados com as propriedades da água e da n-parafina pura e estão mostrados na Figura 4.8. Nota-se

que, as propriedades do fluido tem valores intermediários entre os da água e da n-parafina pura. Isto é totalmente compreensível, uma vez que, o fluido de perfuração é uma mistura de ambos. No entanto, a água tem menor influência tanto na constante dielétrica, quanto no fator de perda dielétrica do fluido de perfuração, embora a proporção água/n-parafina seja muito próxima.

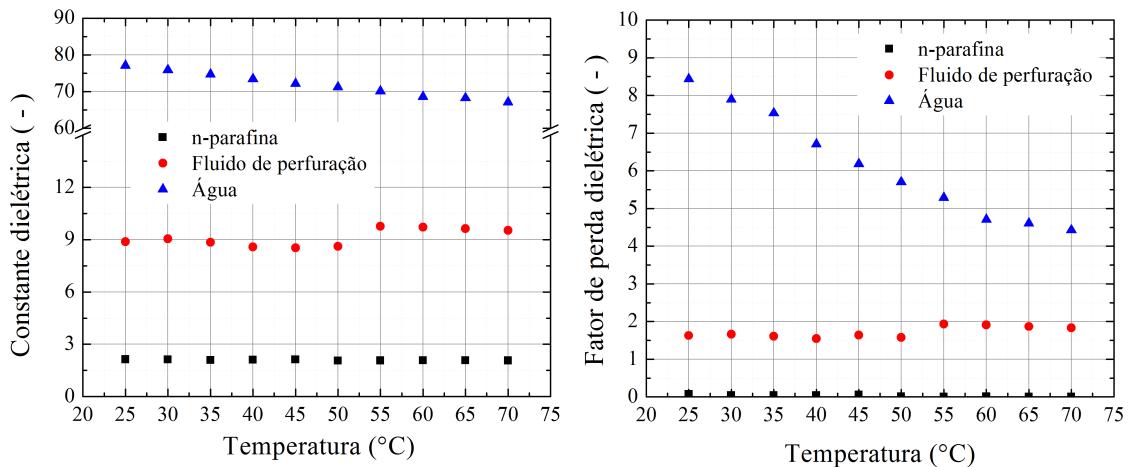


Figura 4.8: Constante dielétrica ( $\epsilon'_r$ ) e fator de perda dielétrica ( $\epsilon''_r$ ).

Esse comportamento pode ser explicado pelo fato de que, embora a proporção de água e n-parafina seja semelhante, a fase contínua da emulsão que caracteriza o fluido de perfuração é composta pelo material orgânico, isto é, pela n-parafina. Uma vez que as gotículas de água estão envoltas por material orgânico, a fase exposta (n-parafina) afetará de forma mais expressiva as propriedades dielétricas dessa emulsão.

Os resultados para a n-parafina, confirmam o fato desta ser um material essencialmente transparente frente à ação de microondas e está de acordo com a literatura (MUJUMDAR, 2007). Portanto, o aquecimento do fluido de perfuração por microondas se dá, sobretudo, pelo aquecimento de sua fase aquosa.

Além disso, observa-se que as propriedades da água têm considerável sensibilidade à temperatura, variação essa que não ocorre no fluido de perfuração e na n-parafina pura. Também é perceptível o fato de que as propriedades do fluido de perfuração apresentam maior desvio quando comparadas às da n-parafina pura e da água. Isso ocorre, possivelmente, por ser o fluido de perfuração um material heterogêneo.

## 4.2 Avaliação do efeito de diferentes variáveis

Nesta seção serão apresentados a avaliação inicial do procedimento e os resultados experimentais de ensaios realizados para verificar a influência da temperatura de controle,

potência, energia específica e reidratação na descontaminação de cascalho de perfuração por microondas.

### 4.2.1 Avaliação inicial do procedimento

Primeiramente, foram conduzidos três ensaios, sob mesmas condições operacionais, para verificar a repetibilidade, tanto do teor residual de água e n-parafina, quanto da curva de aquecimento dos vapores. Foram avaliados também os percentuais de água e n-parafina removidos.

Nestes ensaios, as condições operacionais foram: 6 kg de material alimentado no forno, potência de 6 kW e energia específica igual a 0,37 kWh/kg. A Figura 4.9 mostra as curvas de aquecimento dos vapores sendo gerados no interior da cavidade do forno.

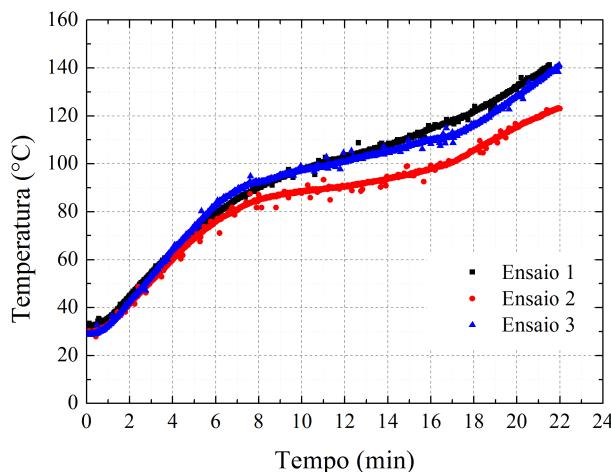


Figura 4.9: Curvas de aquecimento - ensaios de repetibilidade.

As curvas de aquecimento apresentam repetibilidade considerável, levando-se em conta principalmente a heterogeneidade do sistema. Além disso, a secagem do cascalho se dá, aparentemente, em três fases. Supõe-se que na primeira fase de aquecimento (até cerca de 7 min - 0,12 kWh/kg), ocorre apenas o aquecimento do sistema, já na segunda fase, entre 7 e 17 minutos (0,12 a 0,28 kWh/kg), aproximadamente, ocorre a evaporação predominante de água, a partir daí, há a remoção de n-parafina efetivamente.

Os valores médios de cada variável, bem como, os desvios padrão, estão mostrados na Tabela 4.5. Uma vez que o desvio padrão está muito próximo à incerteza do método aplicado para medir o teor de n-parafina e água residual, considera-se que o procedimento tem resultados confiáveis e consistentes. Além disso, os percentuais de água e n-parafina removidos, que levam em conta o teor residual e a diferença de massa em cada ensaio,

apresentaram também desvio padrão baixo.

Tabela 4.5: Valor médio e desvio padrão das respostas no teste de repetibilidade.

Variáveis (%)	Média	Desvio padrão
Teor de n-parafina residual	8,06	0,27
Teor de água residual	1,77	0,15
Percentual de n-parafina removido	40,2	2,1
Percentual de água removido	87,6	2,0

#### 4.2.2 Efeito da temperatura de controle

Os ensaios que visam avaliar a influência da temperatura de controle na secagem de cascalho tiveram como parâmetro de comparação o teor residual de água e n-parafina e os percentuais de água e n-parafina removidos. Nestes ensaios as condições operacionais foram: 6 kg de material, 6 kW de potência e 0,65 kWh/kg de energia específica (o que corresponde à 45 min de exposição às microondas). A Figura 4.10 mostra as curvas de aquecimento média para os ensaios com diferentes temperaturas de controle.

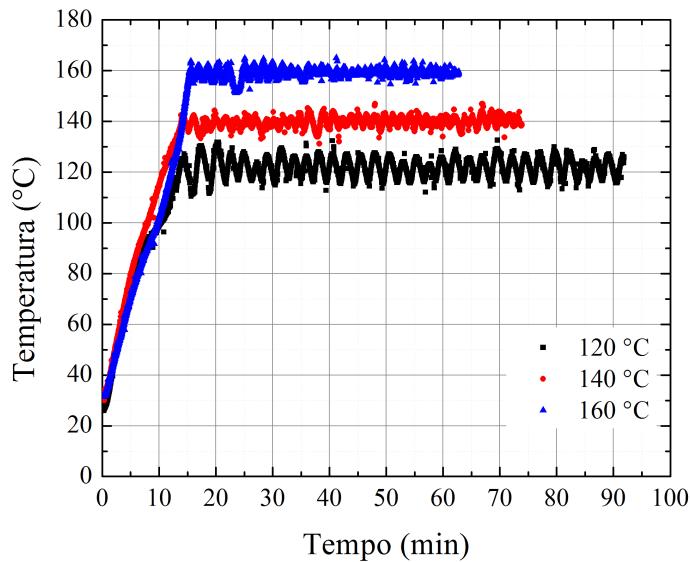


Figura 4.10: Curvas de aquecimento - diferentes temperaturas de controle.

O aquecimento, até que a temperatura de controle seja atingida, é bastante semelhante nos três ensaios. Além disso, fica evidente o fato de que, quanto maior a temperatura de controle, menor será o tempo total do experimento. Isto ocorre devido ao

fato de que, para uma temperatura maior o período de controle de temperatura é menor, pois mais tempo é gasto até que a temperatura alvo seja alcançada. Percebe-se também que este aumento de tempo não é diretamente proporcional à diminuição da temperatura, pois quando se passa de 160 para 140 °C, o tempo de operação aumenta em 10 minutos e quando se passa de 140 para 120 °C, esse aumento é de 20 minutos.

A Tabela 4.6 traz os valores médios e o desvio padrão para cada variável analisada neste experimento.

Tabela 4.6: Valor médio e desvio padrão das respostas no teste de efeito da temperatura.

Variáveis (%)	Média	Desvio padrão
Teor de n-parafina residual	4,16	0,12
Teor de água residual	1,67	0,05
Percentual de n-parafina removido	65,0	1,2
Percentual de água removido	88,0	0,3

Também neste caso, o desvio padrão está muito próximo à incerteza do método de retorta utilizado, considera-se, portanto, que diferentes temperaturas de controle não afetam significativamente a limpeza de cascalho por microondas.

Embora a temperatura de controle não afete os resultados em termos de remoção de n-parafina, é preciso avaliar o efeito dessa mudança na qualidade do fluido recuperado. A Figura 4.11 mostra uma análise visual do fluido recuperado nos processos de secagem à diferentes temperaturas.

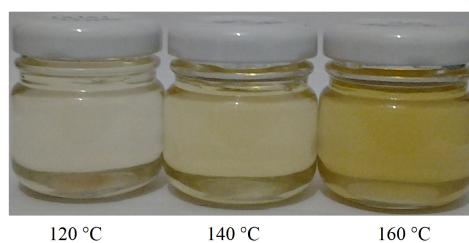


Figura 4.11: Efeito da temperatura no fluido recuperado.

Nota-se que, à medida que a temperatura aumenta, a n-parafina recuperada adquire uma coloração amarela mais intensa. Esta diferença, provavelmente, é devida à degradação das cadeias carbônicas do material. Para uma análise mais precisa de quanto a n-parafina é modificada pela ação da temperatura no processo de secagem, faz-se necessária uma comparação entre a n-parafina pura e o material orgânico recuperado.

Essa análise deve ser feita através de cromatografia gasosa. Apenas a partir desses

resultados seria possível determinar qual a temperatura máxima que a n-parafina pode ser submetida e, ainda assim, ser reutilizada sem prejudicar as propriedades físico-químicas do fluido.

#### 4.2.3 Efeito da potência

Outro fator avaliado foi o efeito da variação da potência no processo de secagem de cascalho de perfuração por microondas. Foram avaliados três níveis de potência em três níveis de energia específica.

A Figura 4.12 mostra o efeito da potência na secagem de cascalho contaminado. Os resultados indicam que, para mesma energia específica, quanto menor a potência aplicada mais hidrocarbonetos são removidos. Em todos os níveis de energia específica avaliados, a secagem foi mais eficiente a medida que se diminuiu a potência aplicada.

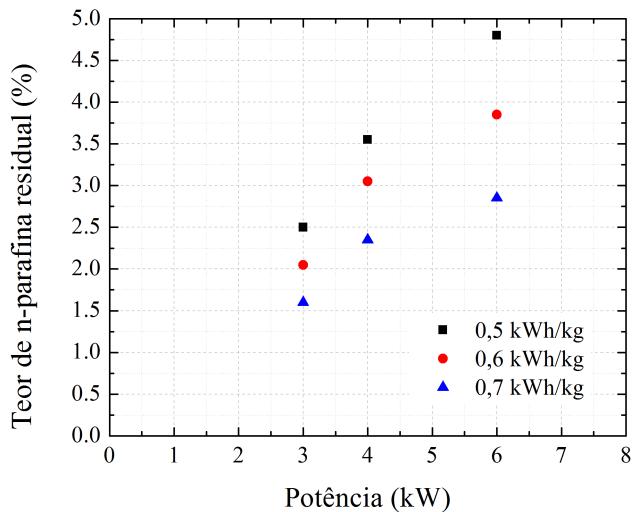


Figura 4.12: Efeito de potência.

No entanto, para dada energia específica, a utilização de uma potência menor implica em um maior tempo de exposição. Por exemplo, para 0,6 kWh/kg a 3 kW é necessário duas vezes o tempo de exposição quando a 6 kW. Portanto, a utilização da potência que proporciona a melhor secagem acarreta, invariavelmente, em um maior tempo de operação. Na prática, isso equivale a uma menor capacidade de processamento.

Analizando a Figura 4.12, pode-se perceber ainda que a variação do teor de n-parafina residual é maior quando se passa de 4 para 3 kW, quando comparado ao percentual a mais removido quando se passa de 6 para 4 kW. Essas observações podem ser melhor compreendidas a partir da Tabela 4.7.

Tabela 4.7: Variação percentual no teor de n-parafina residual.

Energia específica kWh/kg	Variação percentual no teor de n-parafina residual de 6 para 4 kW	Variação percentual no teor de n-parafina residual de 4 para 3 kW
0,5	26%	30%
0,6	21%	33%
0,7	18%	32%

Por exemplo, para energia específica de 0,7 kWh/kg, a variação no teor residual de fase orgânica quando a potência varia de 4 para 3 kw é de 32%, no entanto, quando essa comparação é feita para variação da potência de 6 para 4 kW, esse valor cai para 18%. Outra tendência observada é que quando se passa de 6 para 4 kW, a variação no teor de n-parafina residual cai à medida que a energia específica aumenta, porém quando se passa de 4 para 3 kW esse percentual é praticamente constante.

A Figura 4.13 ilustra a curva de aquecimento para os três valores de potência estudados e energia específica de 0,7 kWh/kg, sendo a temperatura de controle igual a 120 °C.

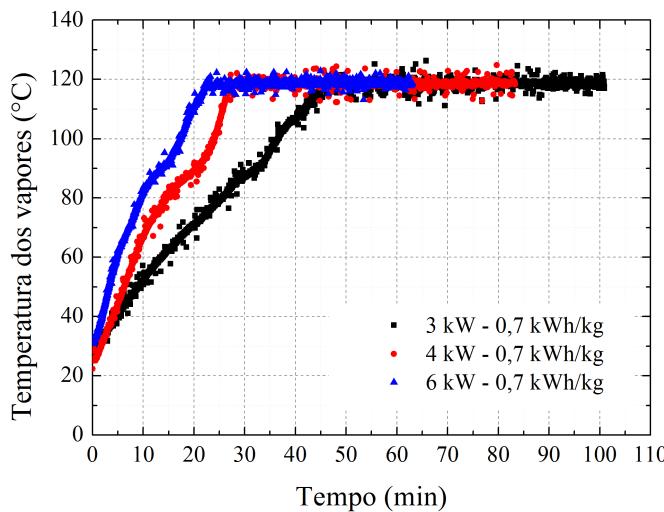


Figura 4.13: Curvas de aquecimento - efeito de potência.

Observando a Figura 4.13 fica claro que quanto menor a potência, menor a taxa de aquecimento até que a temperatura de controle seja atingida. Isto indica que a eficiência de remoção da n-parafina deve estar intimamente ligada à velocidade com que esse material é aquecido e removido. Ou seja, a mesma quantidade de energia, quando fornecida gradativamente, promove a remoção de maior quantidade de material orgânico, quando comparado a um fornecimento abrupto de energia.

Outra observação é o fato de que para a potência de 3 kW o tempo de realização do experimento é de 100 minutos e para a potência de 6 kW, 60 minutos. Como a energia específica foi mantida e a potência dobra ao sair de 3 para 6 kW, o tempo de exposição da amostra às microondas foi a metade, todavia, o tempo de realização do experimento não segue esta lógica. Isso se deve ao fato de que as fontes emissoras de microondas permanecem menos tempo desligadas na condição de 3 kW.

Esses resultados diferem do que foi proposto por Shang et al. (2005), isto é, quanto maior a potência melhor a remoção de n-parafina. No entanto, os autores avaliaram o efeito de potência mantendo constante o tempo de aquecimento, ou seja, variou-se ao mesmo tempo potência e energia específica. Desta forma, não é possível uma comparação direta entre os resultados mostrados por Shang et al. (2005) e os apresentados nesta seção.

#### 4.2.4 Efeito da energia específica

Mesmo com o maior tempo para execução dos experimentos, a potência de 3 kW foi adotada como referência para o planejamento e execução dos experimentos relacionados aos efeitos da energia específica e da reidratação do cascalho.

A Figura 4.14 mostra o efeito da energia específica na secagem de cascalho contaminado. Como esperado, quanto maior a energia específica melhor é a remoção de n-parafina. O comportamento observado também está de acordo com Shang et al. (2006).

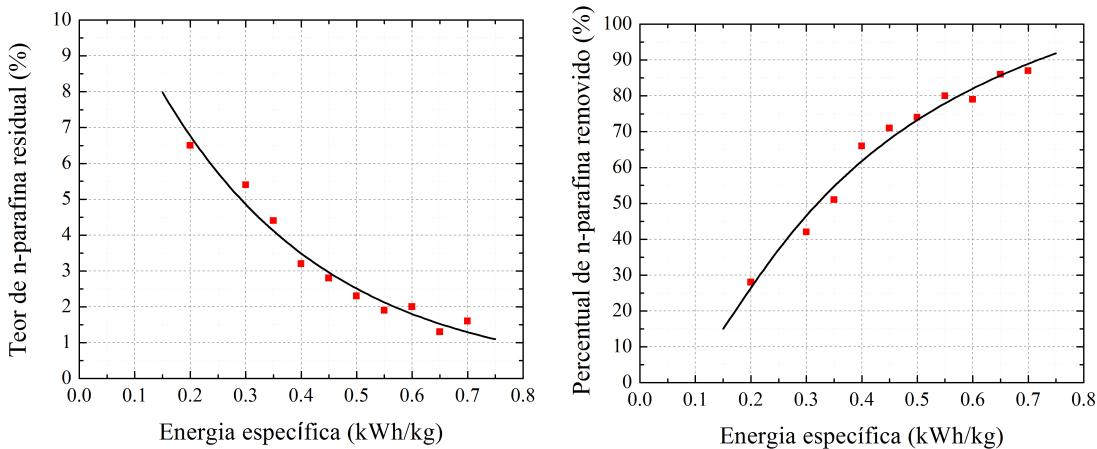


Figura 4.14: Efeito de energia específica para n-parafina.

Na Figura 4.14 tem-se o percentual residual de n-parafina calculado pelo método padrão de retorta, esse percentual antes da secagem é de 8,3%. Essa figura também mostra o percentual de n-parafina removido em função da energia específica. O teor de n-parafina limite segundo a legislação ambiental (6,9%) é alcançado com 0,2 kWh/kg e a partir de 0,55 kWh/kg é possível atingir valores inferiores a 2%.

O ajuste não linear dos resultados mostrados na Figura 4.14 leva à Equação 4.1 ( $R^2=0,9848$ ), onde  $x$  corresponde à energia específica, em kWh/kg, necessária para atingir o percentual  $y$  de n-parafina residual.

$$y = 13,12 \exp(-3,31x) \quad (4.1)$$

A extração dos resultados permite afirmar que, para as condições estudadas, é possível se chegar a teores inferiores a 1% de n-parafina residual com 0,78 kWh/kg. Os resultados indicam também que utilizando a tecnologia de microondas é possível promover a secagem de cascalhos a teores inferiores aos alcançados através da centrífuga filtrante empregada atualmente.

Da Figura 4.14 pode-se perceber que metade da n-parafina inicial foi removida sob energia específica de 0,35 kWh/kg e que a 0,70 kWh/kg, 87% da parafina foi removida. O ajuste dos resultados, por regressão não linear, leva à Equação 4.2 ( $R^2=0,9897$ ), onde  $x$  corresponde à energia específica, em kWh/kg, necessária para remover o percentual  $y$  de n-parafina.

$$y = 144,57 \exp(-0,34x^{-1}) \quad (4.2)$$

A extração dos resultados permite afirmar que, para as condições estudadas, é possível remover 99% de n-parafina com 0,90 kWh/kg.

A Figura 4.15 mostra o percentual residual de água calculado pelo método padrão de retorta e o percentual de água removido em função da energia específica. A concentração inicial de água é de 9,8%.

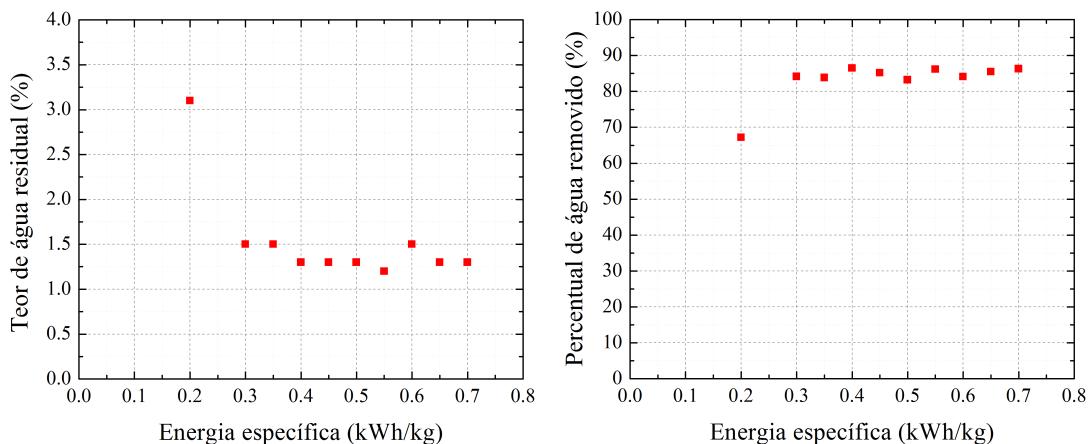


Figura 4.15: Efeito de energia específica para água

Nota-se que, quando a energia específica de 0,3 kWh/kg é atingida, praticamente toda água livre já foi removida. A partir daí o teor de água residual e o percentual de água removido permanecem praticamente constantes, ou seja, a água residual corresponde à água intersticial que não é removida pelo método aplicado. Por outro lado, da Figura 4.14 percebe-se que a n-parafina continua a ser removida.

Esse mecanismo pode ser melhor compreendido voltando-se para a curva de aquecimento do material, mostrada na Figura 4.16.

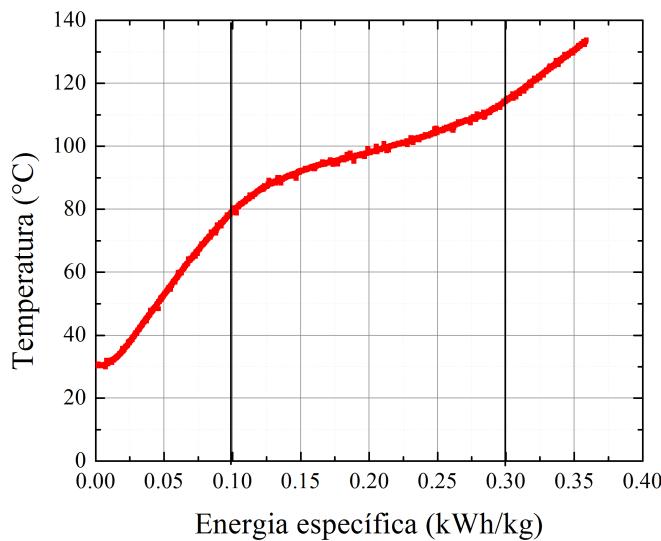


Figura 4.16: Curva de aquecimento média do cascalho de perfuração.

Avaliando em conjunto as Figuras 4.14, 4.15 e 4.16, percebe-se que a partir de 0,10 kWh/kg água e n-parafina começam a ser removidas. Até 0,30 kWh/kg, toda a água livre foi evaporada e a n-parafina, por sua vez, continua a ser removida.

Esse fato vai de encontro à teoria defendida por Robinson et al. (2010) que afirmam ser a água o veículo de remoção da n-parafina, sendo essa removida por arraste. Por outro lado, como já foi visto, a n-parafina é essencialmente transparente frente à ação de microondas e taxas de aquecimento menores levam a maiores níveis de remoção do material orgânico.

Assim, com base no conjunto de resultados até aqui apresentados, pode-se inferir que, a n-parafina é aquecida por condução pelo calor gerado a partir da vibração e movimentação das moléculas de água. Embora a água intersticial não escape fisicamente dos sólidos, é possível que a energia cinética gerada nessas moléculas pela ação das microondas continue aquecendo a n-parafina, mesmo depois que toda a água livre foi evaporada. Além disso, os sólidos também acabam sendo aquecidos por condução e devem ter o seu papel no aquecimento da fase orgânica.

Somado a isto, tem-se o fato de que um aquecimento gradativo promove uma remoção mais eficiente da fase orgânica. Isso pode ser explicado pelo fato de que, em um aquecimento lento, a água livre permanece mais tempo em contato com a n-parafina, e portanto a suposta transferência de energia de um material para o outro é maior.

#### 4.2.5 Efeito da reidratação

A Figura 4.17 mostra a variação do percentual de n-parafina removido com o aumento da umidade inicial do material. A potência aplicada foi de 3 kW e energia específica de 0,38 kWh/kg.

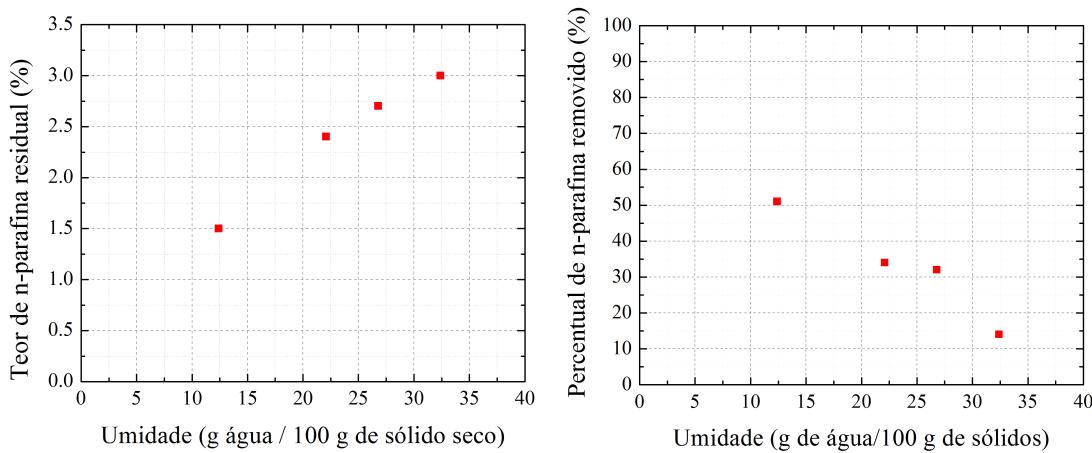


Figura 4.17: Efeito da reidratação.

Os resultados mostram que o aumento da umidade influência negativamente na secagem, isto é, quanto maior a umidade inicial do material, menos hidrocarbonetos são removidos. Esses resultados não correspondem ao mostrado por Shang et al. (2005), os quais indicaram que o aumento da umidade inicial do material afetaria de forma positiva a remoção da fase orgânica.

No entanto, os autores mencionados estudaram esse efeito para níveis de umidade entre 6 e 14 % em base úmida. Neste trabalho, esses valores variaram de 10 a 24 %. Para uma análise mais justa, faz-se necessária uma investigação desse efeito, quando da adição de quantidades inferiores de água, ou seja, umidade inicial inferior à 12 g de água/100 g de sólidos.

Supõe-se que o comportamento observado ocorre pelo fato de a água adicionada estar na superfície do material. Desta forma, essa água é removida primeiramente sem promover o aquecimento da fase orgânica. Por outro lado, a água que compõe a emulsão água/n-parafina consegue promover o aquecimento da fase orgânica, pois existe uma interação entre esses componentes.

A água adicionada é aquecida e removida primeiramente, com isso, energia é gasta para remover apenas água. Além disso, quanto maior a quantidade de água adicionada menor a interação desta com a fase orgânica e, portanto, menos eficiente é a remoção da mesma. Nota-se que os percentuais de n-parafina removidos em uma segunda etapa de secagem, após adição de água, são inferiores aos resultados mostrados da Figura 4.14.

A Tabela 4.8 mostra os resultados do conteúdo de n-parafina e água em base úmida (método convencional de análise da retorta) e em base seca. Além disso, o percentual de n-parafina removida ao longo da segunda secagem também está expresso.

Tabela 4.8: Comparação do efeito da reidratação do cascalho em base úmida e base seca.

Variáveis		Experimentos			
		1	2	3	4
Teor de n-parafina em base úmida (%)	inicial	2,7	3,0	3,2	2,8
	final	1,5	2,4	2,7	3,0
Teor de n-parafina em base seca (g/100 g sólidos)	inicial	3,2	3,8	4,2	3,8
	final	1,5	2,5	2,8	3,3
Umidade em base úmida (%)	inicial	10,7	17,5	20,5	23,8
	final	1,2	1,4	3,2	5,8
Umidade em base seca (g/100 g sólidos)	inicial	12,4	22,1	26,8	32,4
	final	1,2	1,5	3,4	6,4
Percentual de n-parafina removida (%)		51	34	32	14

Para a amostra quatro, o percentual de n-parafina, pelo procedimento padrão de retorta, antes da secagem é de 2,8% e depois ele chega a 3,0%. Observa-se um falso aumento do percentual de n-parafina por causa da remoção de água. Na verdade, 14% de toda n-parafina foi removida, isso mostra quão impróprio os percentuais em base úmida são para se avaliar a eficiência de um processo de secagem. Assim, equipamentos de secagem devem ter sua performance medida pela variação da quantidade de n-parafina em base seca.

## 4.3 Planejamento Composto Central

Nesta seção estão descritos os resultados referentes ao Planejamento Composto Central (PCC) adotado no presente trabalho, tendo como variáveis o teor inicial de fluido de perfuração, a massa e a energia específica aplicada. As respostas, por sua vez, são: teor residual de água e n-parafina, percentual de n-parafina removido, capacidade e razão de limpeza. Serão descritos os efeitos de cada fator (variável) e também das diversas interações entre eles, baseados nos parâmetros do modelo ajustado com nível de significância de 10%. A Tabela 4.9 traz os resultados obtidos no PCC aplicado à secagem de

cascalho de perfuração proveniente do sistema de controle de sólidos.

Tabela 4.9: Resultados dos ensaios do PCC.

Teste	Variáveis			Respostas				
	C	M	E	n-parafina residual	n-parafina removida	Capacidade	Razão de limpeza	Água residual
1	-1	-1	-1	4,56	34,47	9,13	71,05	1,74
2	-1	-1	+1	1,24	82,64	5,12	56,89	1,60
3	-1	+1	-1	4,30	42,90	10,65	47,40	1,30
4	-1	+1	+1	0,43	94,10	3,77	64,78	1,49
5	+1	-1	-1	10,24	22,97	10,50	52,75	1,68
6	+1	-1	+1	6,37	54,07	5,06	68,98	1,51
7	+1	+1	-1	9,11	32,20	10,82	73,94	1,65
8	+1	+1	+1	3,86	73,02	4,93	93,15	1,46
9	-1,5	0	0	1,12	77,94	6,21	49,97	1,34
10	+1,5	0	0	8,87	44,48	4,74	84,49	1,52
11	0	+1,5	0	5,80	45,48	6,67	59,65	1,69
12	0	-1,5	0	4,47	58,2	4,59	76,34	1,59
13	0	0	+1,5	8,23	20,34	10,00	46,70	1,59
14	0	0	-1,5	2,73	74,85	3,60	68,72	1,70
15	0	0	0	5,25	49,98	4,46	64,53	1,49
16	0	0	0	5,43	48,13	6,00	62,14	1,42
17	0	0	0	5,99	42,57	3,6	54,95	1,34
18	0	0	0	5,70	48,46	5,51	66,38	1,48
19	0	0	0	5,68	47,28	4,89	62,00	1,95
20	0	0	0	5,69	46,61	5,00	61,37	2,13

Da Tabela 4.9 pode-se destacar os experimentos 4 e 5, os quais levaram ao menor

e maior valor de n-parafina residual (0,43% e 10,24%), respectivamente. O teste 4 é caracterizado por nível baixo ( $-1$ ) de concentração e níveis altos ( $+1$ ) de massa e energia específica; o inverso ocorre para o teste 5. Este fato indica que a concentração tem forte influência negativa no teor de n-parafina residual, enquanto que, tanto massa quanto energia específica favorecem a remoção da n-parafina, isto é, levam a um baixo valor de fase não-aquosa residual.

Outro ponto importante que pode ser observado pela análise dos resultados é o fato de que em apenas 4 testes (5, 7, 10 e 13) o teor de n-parafina legalmente aceito para descarte (6,9%) não foi alcançado. Esse fato indica que a secagem por microondas é uma técnica promissora no tratamento de cascalhos dentro da região experimental estudada, a qual, ao menos no que diz respeito à concentração de fluido é muito próxima da encontrada em campo.

Em se tratando de capacidade, os maiores valores foram obtidos nos testes 3, 5 e 7, os quais têm em comum o nível de energia específica igual a  $-1$ . O teste 8, caracterizado pelo nível  $+1$  em todas as variáveis, apresentou o maior valor para a razão de limpeza.

Os resultados referentes ao teor de água residual mostraram pouca variação e ainda valores, no geral, abaixo de 2%, indicando que a água livre foi removida em todos os experimentos. Esses dados estão de acordo com o que foi mostrado na avaliação do efeito da energia específica, uma vez que, o intervalo dessa variável no PCC foi de 0,4 a 1,0 kWh/kg. Foi visto anteriormente que a partir de 0,3 kWh/kg não há variação significativa no teor residual de água.

Os resultados obtidos para cada variável foram submetidos a ajuste por regressão não linear, segundo o modelo descrito pela Equação 2.7. O modelo referente ao teor de água residual não apresentou parâmetros significativos. A Tabela 4.10, mostra a média, o desvio padrão e o maior e menor valor obtido para o teor de água residual.

Tabela 4.10: Resultados estatísticos para teor de água residual.

Média	Máximo	Mínimo	Desvio Padrão Padrão
1,62%	2,13%	1,34%	0,19%

Nota-se que em todos os ensaios o teor de água residual é baixo e, uma vez que esse valor se repete de forma significativa, entende-se que toda a água livre é removida nesse processo de secagem por microondas. Portanto, o percentual de água residual corresponde à água ligada ou intersticial. Este fato é coerente com a propriedade da água de ser um material bastante absorvente frente a um campo de microondas.

A Tabela 4.11 traz os parâmetros significativos ( $P$ ), o valor de  $p$ -nível de signi-

ficância e o quadrado do coeficiente de correlação  $R^2$ . Os índices 1, 2 e 3 correspondem, respectivamente, a concentração de fluido, massa de cascalho e energia específica. O nível de significância adotado foi de 10%. O gráfico de distribuição dos resíduos para cada regressão não linear encontram-se no Apêndice D.

Tabela 4.11: Parâmetros significativos do modelo ajustado para as respostas.

Parâmetro	N-parafina residual		% de n-parafina removido		Capacidade		Razão de limpeza	
	P	p-nível	P	p-nível	P	p-nível	P	p-nível
$\beta_0$	5,58	0,0000	47,24	0,0000	4,77	0,0000	64,31	0,0000
$\beta_1$	4,88	0,0000	-19,42	0,0000	NS	NS	16,03	0,0004
$\beta_2$	-1,06	0,0000	10,66	0,0000	NS	NS	8,70	0,0240
$\beta_3$	-3,91	0,0000	40,23	0,0000	-5,06	0,0000	11,43	0,0052
$\beta_{11}$	-0,58	0,0048	11,61	0,0000	1,15	0,0757	NS	NS
$\beta_{22}$	-0,46	0,0179	3,55	0,0845	1,28	0,0502	NS	NS
$\beta_{33}$	NS	NS	NS	NS	2,29	0,0017	NS	NS
$\beta_{12}$	-0,65	0,0060	NS	NS	NS	NS	15,29	0,0034
$\beta_{13}$	-0,48	0,0281	-6,87	0,0082	NS	NS	8,04	0,0828
$\beta_{23}$	-0,49	0,0265	NS	NS	NS	NS	8,64	0,0647
$R^2$	0,9939		0,9826		0,8753		0,8227	

NS = Parâmetro não significativo; P = parâmetro.

O teor de n-parafina residual e o percentual de n-parafina removido são afetados por quase todos os parâmetros. Por outro lado, a capacidade é afetada apenas pelos termos quadráticos e pelo termo linear da energia específica e a razão de limpeza não é influenciada por nenhum termo quadrático.

No caso do teor de n-parafina residual, uma vez que o objetivo é alcançar o menor valor para essa variável, nota-se que apenas a concentração ( $\beta_1$ ) é um parâmetro de influência contrária ao objetivo. Essa resposta é afetada principalmente pela concentração de fluido ( $\beta_1$ ) e energia específica ( $\beta_3$ ), enquanto a primeira desfavorece o teor residual de fase orgânica ( $\beta_1 > 0$ ), a segunda favorece ( $\beta_3 < 0$ ).

O percentual de n-parafina removida, por sua vez, é favorecido principalmente pela energia específica ( $\beta_3 = 40,23$ ) e é desfavorecido pela concentração e interação desta com a

energia específica. As respostas capacidade e razão de limpeza são afetadas principalmente pela energia específica ( $\beta_3$ ) e concentração de fluido ( $\beta_1$ ), respectivamente. Além disso, a capacidade é favorecida apenas pelos termos quadráticos, os quais, por sua vez, são menos expressivos que o termo linear da energia específica. O consumo energético por massa de n-parafina também é influenciado de maneira considerável pela massa, energia específica e pelas interações entre os três fatores. Nenhuma variável tem influência negativa na razão de limpeza.

A partir da análise do quadrado do coeficiente de correlação, percebe-se que a variabilidade do teor de n-parafina residual e percentual de n-parafina removida é melhor explicada pelo modelo ajustado, quando comparada à variabilidade das outras duas respostas. Esse fato pode ser resultado da maior incerteza das curvas de aquecimento durante o período de controle da temperatura.

A Figura 4.18 mostra a curva de superfície do modelo reduzido, isto é, levando-se em conta apenas parâmetros significativos, da variável teor de n-parafina residual.

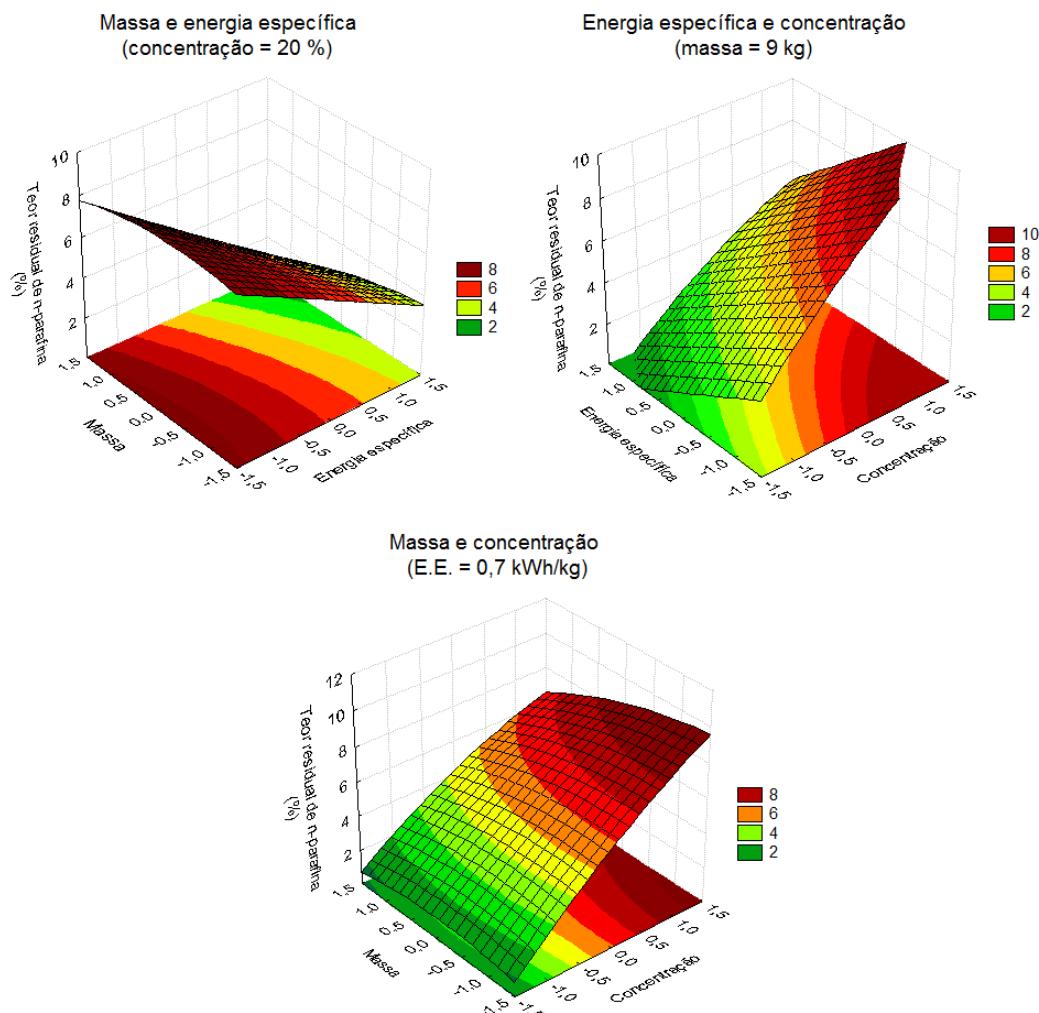


Figura 4.18: Superfície de resposta para o teor de n-parafina residual.

Os menores teores de n-parafina foram atingidos a valores de massa e energia específica iguais a +1,5 e à baixa concentração (nível -1,5). Além disso, a influência da massa é menor à medida que a concentração e a energia específica diminuem. Nota-se ainda, que o teor limite para descarte de cascalho contaminado, isto é, 6,9%, é alcançado em uma região significativamente grande.

As constatações referentes ao teor de n-parafina residual, a partir dos coeficientes do modelo ajustado e das superfícies de resposta, estão de acordo com Shang et al. (2005), cujos resultados mostraram que massa e tempo de tratamento (diretamente relacionado à energia específica) são variáveis que afetam significativamente a descontaminação do cascalho por microondas e, ainda, que a influência do tempo de tratamento (ou seja, da energia específica) é maior que a da massa.

A Figura 4.19 mostra a curva de superfície do modelo reduzido da variável percentual de n-parafina removida.

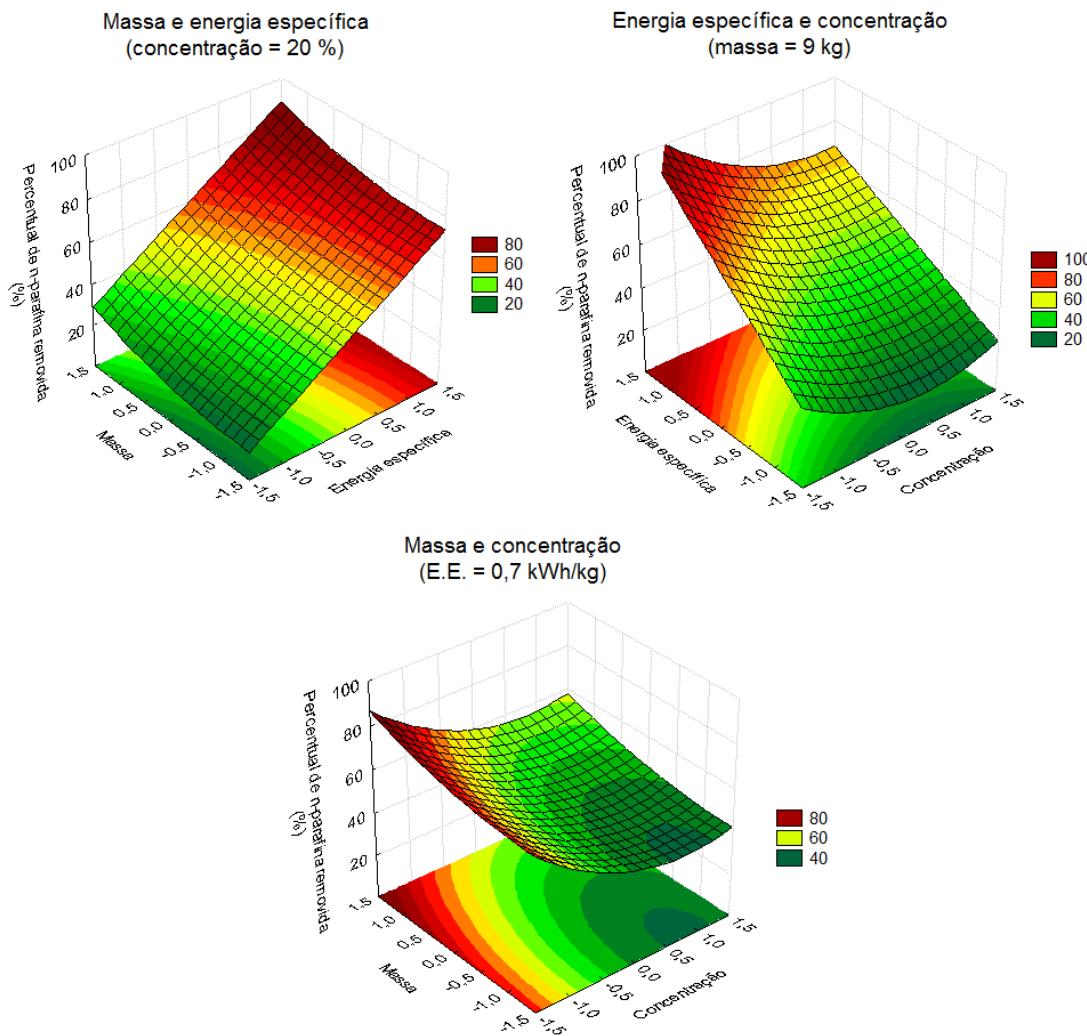


Figura 4.19: Superfície de resposta para o percentual de n-parafina removido.

Essa resposta também é favorecida pelo aumento da massa e energia específica e pela diminuição da concentração. No entanto, neste caso, à baixa energia específica, o aumento da massa tem influência positiva. Os maiores percentuais foram atingidos em níveis elevados (+1,5) de massa e energia específica e nível baixo (-1,5) de concentração. Observa-se que valores acima de 90% foram alcançados nessas condições.

A Figura 4.20 mostra a curva de superfície do modelo reduzido da variável capacidade. Os maiores valores foram alcançados no nível mais baixo (-1,5) de energia específica e nos níveis extremos (-1,5 e +1,5) de massa e concentração.

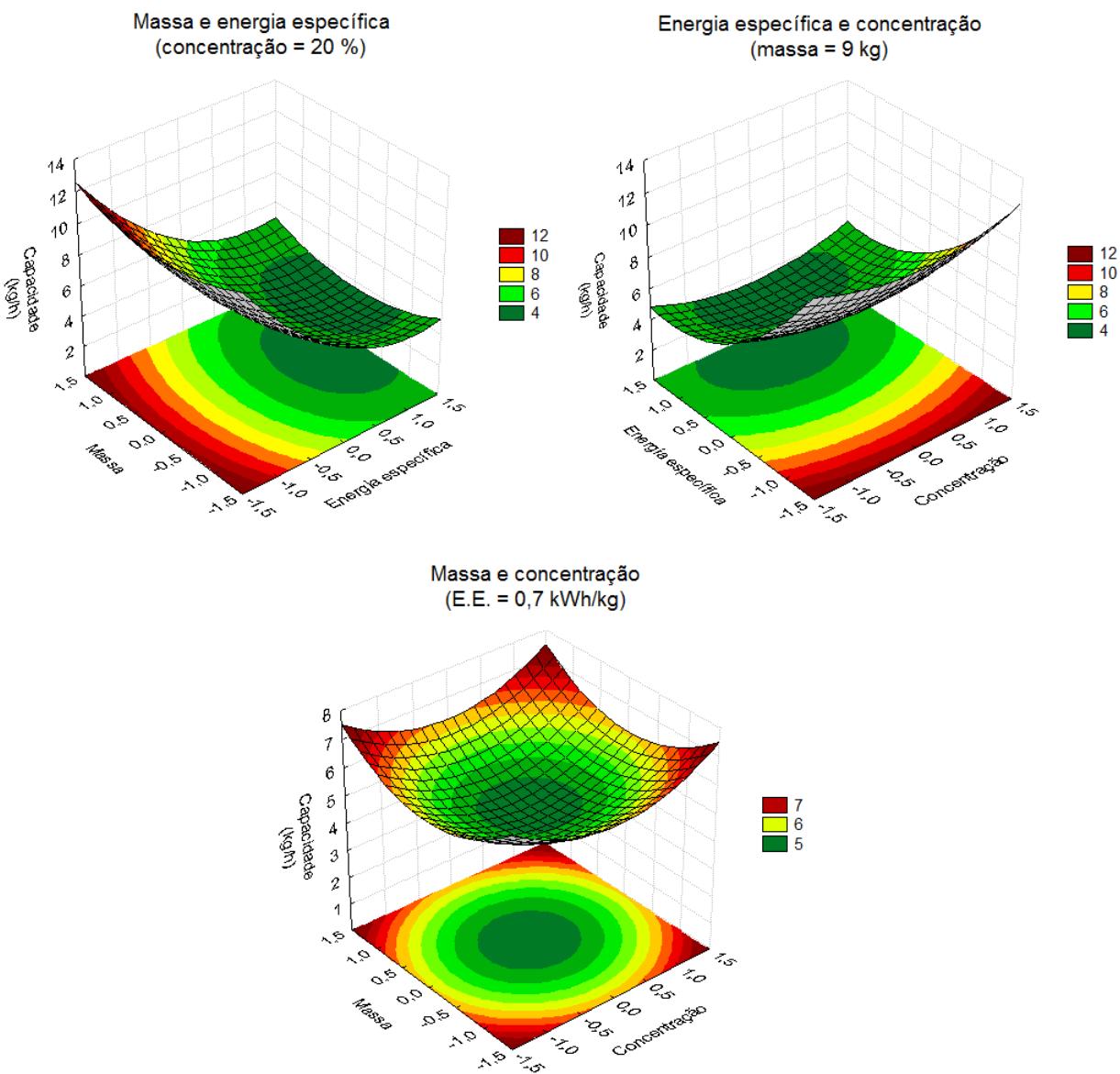


Figura 4.20: Superfície de resposta para a capacidade.

Uma vez que a energia específica está diretamente ligada ao tempo de operação e aquecimento - quanto maior o tempo de aquecimento, maior a energia específica - esta variável influencia significativamente a capacidade (definida como a massa dividida pelo

tempo total de operação). Porém, essa influência é negativa, ou seja, quanto maior o tempo de aquecimento (e energia específica), menor será a capacidade do processo.

Além disso, neste caso, o ponto central do Planejamento Composto representa um ponto de mínimo para a capacidade. Portanto, quando o objetivo é maximizar essa resposta, o ideal é trabalhar com níveis extremos de massa e concentração ( $-1,5$  ou  $+1,5$ ) e nível baixo de energia específica ( $-1,5$ ).

A Figura 4.21 mostra a curva de superfície do modelo reduzido para a razão de limpeza.

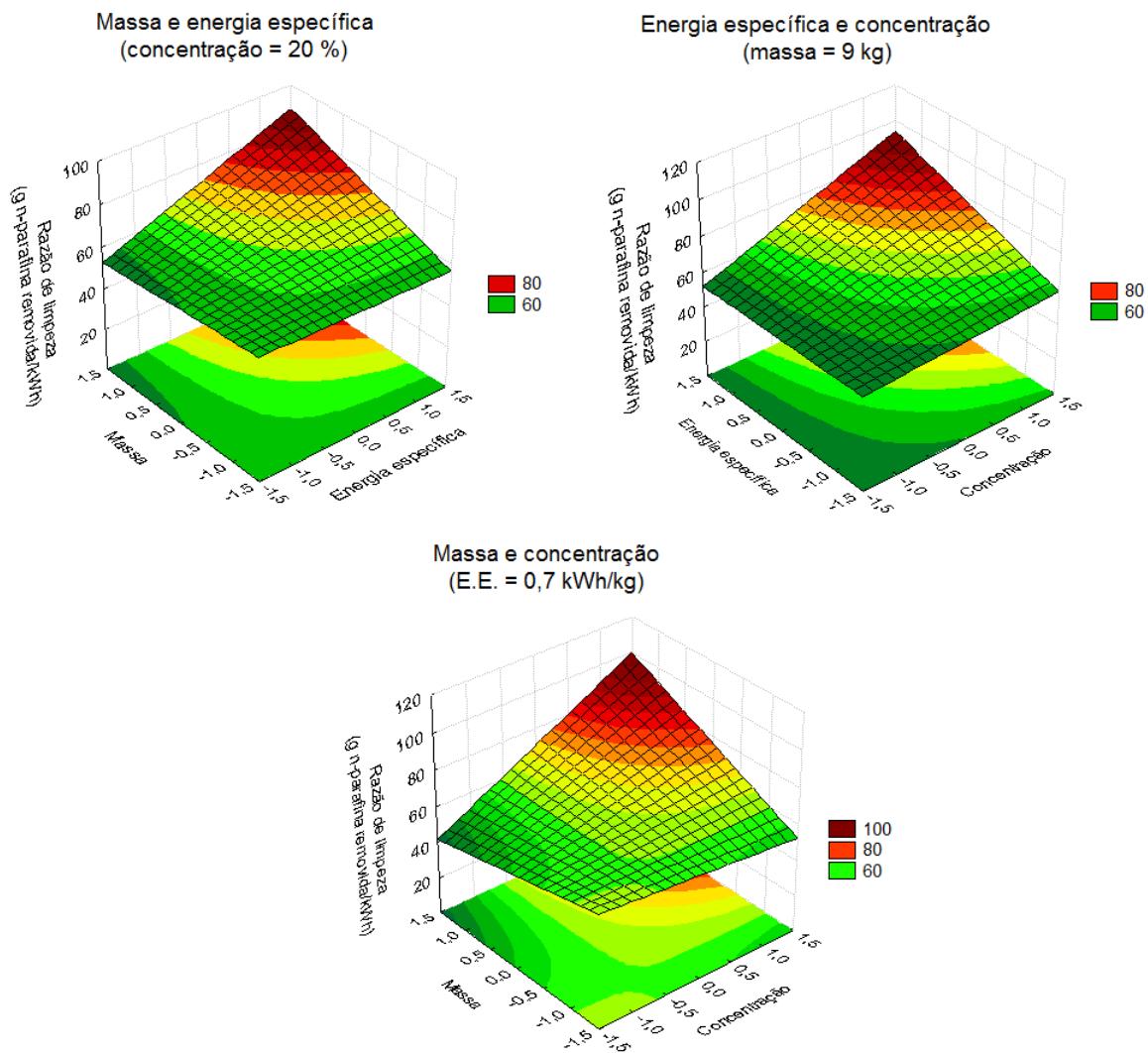


Figura 4.21: Superfície de resposta para a razão de limpeza.

No caso dessa resposta, onde o interessante é maximizar a massa de n-parafina removida por unidade de energia, deve-se trabalhar no extremo positivo de todas as três variáveis estudadas. Portanto, o consumo energético é otimizado à medida que concentração, massa e energia específica aumentam.

A partir de uma análise geral, considerando a região estudada, percebe-se que o aumento da massa favorece tanto a capacidade e a razão de limpeza, quanto o tratamento do resíduo (teor de n-parafina residual e percentual de n-parafina removido). Esse comportamento pode ser explicado pela maior absorção de energia à medida que a massa de material aumenta.

Quanto maior a quantidade de componentes absorventes, maior será a quantidade de energia absorvida. No entanto, esse comportamento tem um ponto de máximo (fora da região estudada), a partir do qual o aumento da massa irá afetar de forma negativa o processo. Nesse ponto, as microondas não conseguem penetrar em todo o material.

Vale ressaltar, ainda, que a influência da massa está diretamente relacionada à altura do leito. Essa variável, por sua vez, tem papel importante na secagem por microondas, pois está relacionada à profundidade de penetração das mesmas. Assim, a secagem é otimizada pelo aumento da altura do leito, até o ponto em que essa não ultrapasse a profundidade de penetração do sistema.

Quando o leito é maior que a profundidade de penetração, o material da parte inferior do leito não sofrerá a ação das microondas. Desta forma, até que a profundidade de penetração seja alcançada, quanto maior a altura do leito (e consequentemente a massa), maior a quantidade de energia absorvida pelo material.

Em se tratando de concentração, o aumento da mesma favorece a capacidade e a razão de limpeza, porém a capacidade, assim como a remoção de n-parafina, é favorecida também por baixos níveis de concentração. Esse comportamento é claramente entendido, pois, quanto maior a quantidade de fluido no cascalho, maior a quantidade de material a ser removido e, portanto, menor a eficiência em termos de descontaminação do cascalho.

No que diz respeito a energia específica, se o foco é o tratamento do cascalho e razão de limpeza, deve-se trabalhar com níveis mais elevados dessa variável, porém, se o foco é capacidade, o indicado é aplicar níveis mais baixos. Fica claro que quanto maior a energia específica, maior a quantidade de energia recebida (e absorvida) pelo material, portanto mais eficiente será o processo de tratamento do cascalho. Porém, como já foi mencionado, o aumento dessa variável resulta em um aumento do tempo de operação e portanto diminui a capacidade do processo.

A Tabela 4.12 mostra um resumo de como cada variável afeta as diferentes respostas analisadas. A direção das setas indica quais os níveis de cada variável afetam positivamente as respostas. Por exemplo, níveis elevados de concentração de fluido favorecem a capacidade e a razão de limpeza e níveis extremos de massa influenciam de forma positiva a capacidade.

Tabela 4.12: Tabela de influência de cada variável nas diferentes respostas.

	Teor residual de n-parafina	Percentual de n-parafina removido	Capacidade	Razão de limpeza
Concentração de fluido	↓	↓	↓ ↑	↑
Massa de cascalho	↑	↑	↓ ↑	↑
Energia específica	↑	↑	↓	↑

Desta forma, o ideal é encontrar uma faixa de trabalho que atenda em conjunto às quatro respostas estudadas. Uma região ótima seria concentração de fluido em níveis entre -1 e 0, massa de cascalho acima de +1 e energia específica entre 0 e +1. A Tabela 4.13 traz os valores assumidos por cada resposta nesta região.

Tabela 4.13: Valores assumidos por cada resposta em uma região ótima.

Região ótima			
Concentração de fluido	Massa de cascalho	Energia específica	
-1 e 0	> +1	0 e +1	
Valores assumidos por cada resposta			
Teor residual de n-parafina	Percentual de n-parafina removido	Capacidade	Razão de limpeza
0 a 5 %	54 a 95 %	4 a 9 kg/h	53 a 83 g de n-parafina/kWh

O valor limite para descarte de cascalho contaminado com n-parafina (6,9%) é alcançado quando a concentração está a níveis inferiores ao nível 0, a massa está acima do nível +1 e a energia específica acima do nível -0,5. Por outro lado, para garantir, ao mesmo tempo, esse teor de n-parafina residual e remoção de pelo menos 75% de toda n-parafina, essa região deve ser ajustada para concentração abaixo de -1, mesmo nível para massa e energia específica acima de +1.

O projeto de uma unidade semi-industrial contínua de secagem de cascalhos *via* microondas está sendo desenvolvida e os dados obtidos neste estudo do tratamento de cascalho através de um secador de microondas batelada foram utilizados como base no projeto final desta nova unidade. A Figura 4.22 mostra o protótipo dessa unidade contínua semi-industrial para a descontaminação de cascalho de perfuração.

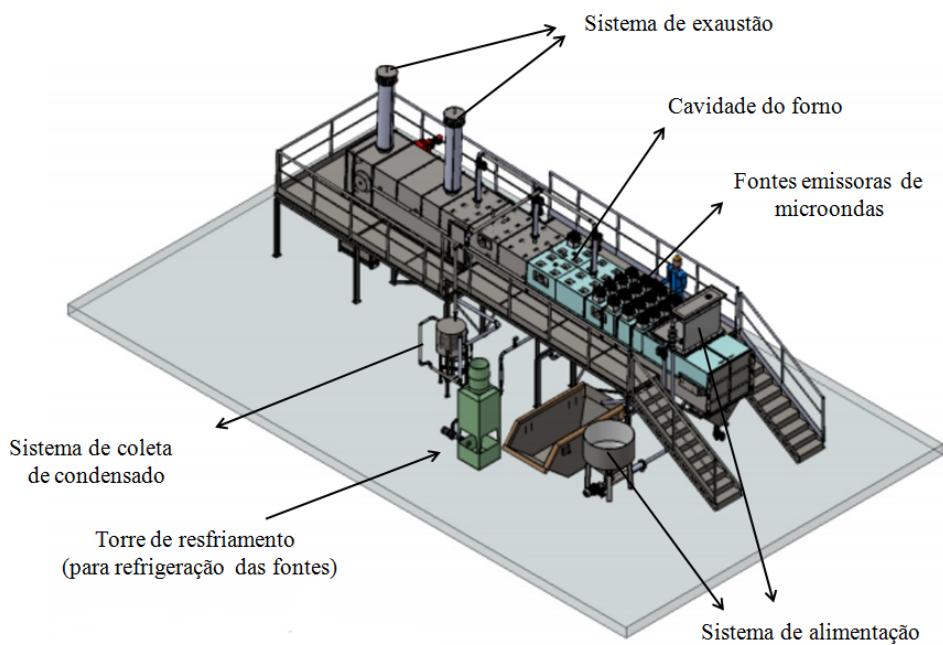


Figura 4.22: Protótipo da unidade contínua semi-industrial para secagem de cascalho de perfuração por microondas.

Algumas variáveis de projeto para um sistema contínuo de secagem por microondas são: tempo de residência, densidade de potência aplicada, energia específica e capacidade. Os dados resultantes deste trabalho nortearam o projeto da unidade contínua de secagem apresentada, principalmente em relação às variáveis mencionadas acima. Desta forma, as dimensões da cavidade do forno são  $6,5 \times 1,3$  (C x L), a potência total é de 84 kW, sendo 56 fontes de 1,5 kW cada, a capacidade do forno é de 0,5 ton/h e o tempo de residência é de aproximadamente 7 horas.

## 4.4 Aspectos gerais da descontaminação de cascalho

Vários aspectos podem ser considerados em uma comparação entre o processo de tratamento de cascalhos por microondas e o equipamento comumente empregado no campo. Os principais aspectos se referem ao fluido recuperado, ao resíduo gerado, a questões ambientais, operacionais e de segurança.

Os resultados obtidos mostram que os níveis de descontaminação alcançados pelo secador de microondas são significativamente superiores aos alcançados em uma centrífuga filtrante. Além disso, o fluido recuperado através dessa técnica se encontra isento de sólidos, ao contrário do que ocorre no processo convencional.

Apesar de ser um sistema térmico a secagem por microondas não deve promover alterações químicas no fluido recuperado e este pode ser então reutilizado. Outros processos térmicos utilizados na descontaminação do cascalho, como a dessorção, geram um resíduo altamente tóxico e cancerígeno. Dessa forma, nesses tipos de processos térmicos o fluido recuperado não pode ser reutilizado. Esse fato praticamente inviabiliza a utilização dessas técnicas devido ao custo elevado de fluidos sintéticos.

A Figura 4.23 mostra uma comparação entre os produtos do “secador” convencional e do secador de microondas. A diferença tanto no cascalho seco quanto no fluido recuperado é notável. Na descontaminação do cascalho por microondas, a fase aquosa e não-aquosa (basicamente n-parafina) são recuperadas em duas fases distintas. Neste caso, a n-parafina completamente isenta de sólidos pode ser reutilizada na formulação de um novo fluido de perfuração.

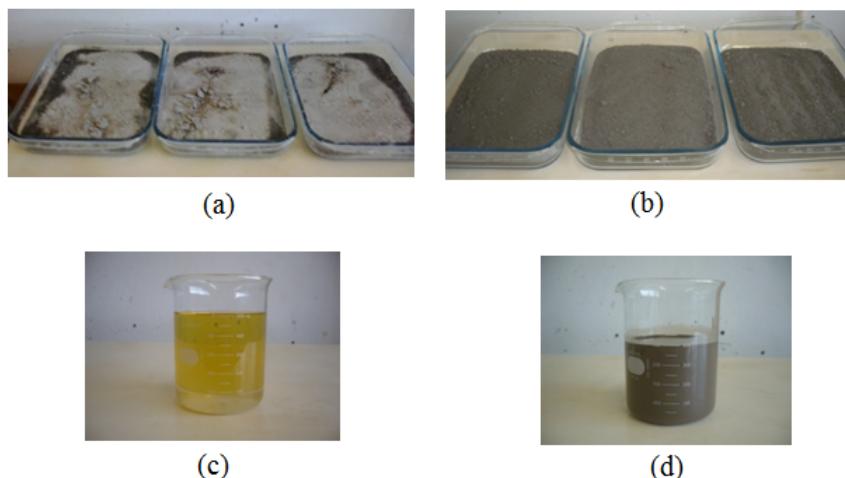


Figura 4.23: Cascalho seco no secador microondas (a) e convencional (b) e fluido recuperado no secador microondas (c) e convencional (d).

Na secagem convencional, o fluido recuperado encontra-se altamente contaminado com partículas e, por isso, é de baixa qualidade. A utilização desse fluido só é possível após o mesmo passar por uma centrífuga decantadora, para redução da concentração de sólidos que não foram removidos no “secador”, e depois disso ele precisa ainda ser diluído.

O fluido recuperado em uma descontaminação por microondas pode ser totalmente e diretamente reutilizado sem necessidade de diluição ou algum outro processo de purificação. Uma vez que a fase orgânica do fluido constitui o material de maior custo na fabricação do fluido de perfuração, economias consideráveis podem ser obtidas quando esse componente é recuperado praticamente sem perdas. Além disso, no “secador” convencional a máxima remoção de fluido é diretamente proporcional ao teor de sólidos no material recuperado, isto é, quanto maior o volume de fluido removido, maior a quantidade de sólidos removidos juntamente com este.

Os resultados indicam ainda que o processo de descontaminação de cascalho por microondas, ao contrário do processo convencional, pode ser controlado e automatizado. Ou seja, é possível variar a potência ou mesmo a energia específica aplicada de modo a se alcançar um teor de n-parafina residual desejado. É possível definir o que é ambientalmente menos impactante: trabalhar com maior gasto de energia, e consequentemente maior emissão de gás carbônico, e obter um resíduo com níveis quase zero de n-parafina ou trabalhar com menor carga energética e resíduo não tão seco, mas que se enquadre na legislação ambiental.

Outra vantagem do controle do processo é que, à medida que o limite imposto pelos órgãos ambientais diminuir (e essa é a tendência), é possível adequar o equipamento para a nova legislação apenas alterando a quantidade de energia aplicada. No “secador” convencional, esse controle preciso não é possível, portanto, caso ocorra alguma alteração na legislação ambiental, esse equipamento deixaria de ser tecnicamente viável.

Nos processos adotados em campo, o resíduo da perfuração constitui o cascalho proveniente do “secador” e da centrífuga decantadora. A mistura desses dois resíduos deve atender à legislação ambiental. No entanto, o cascalho processado na centrífuga decantadora contém ainda elevado teor de fluido, o que leva a mistura a ficar no limite do teor de n-parafina permitido. No tratamento de cascalho por microondas, a centrífuga decantadora é desnecessária e, portanto, a quantidade de fluido recuperado é maior e o volume de resíduo, bem como o teor de n-parafina aderido a este, é menor.

Fazendo uma comparação de custo entre os dois processos (centrífuga vertical e microondas), nota-se que, em se tratando apenas do equipamento em si, o consumo de energia no secador microondas é aparentemente maior que o do “secador” convencional. No entanto, outros ítems devem ser considerados nessa comparação de custo, uma vez que, a descontaminação do cascalho na centrífuga filtrante engloba, ainda, uma centrífuga decantadora e a diluição do fluido recuperado. Para a descontaminação via microondas, deve-se levar em conta apenas o custo de operação do secador.

Outro ponto a ser discutido é a questão de segurança, associado à centrífuga filtrante tem-se problemas de acidentes com operadores, principalmente devido ao transportador de rosca helicoidal utilizado na alimentação deste equipamento. O projeto de uma unidade semi-industrial contínua de descontaminação de cascalho por microondas está sendo desenvolvida e aspectos de automação e segurança estão sendo considerados.



---

---

# CAPÍTULO 5

---

## Conclusões e Sugestões

ste capítulo apresenta as principais conclusões referentes ao estudo da descontaminação de cascalho de perfuração pelo processo batelada de secagem por microondas e propõe algumas sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

### 5.1 Conclusões

As principais conclusões do presente estudo são:

- No processo de secagem de cascalho por microondas praticamente toda a água livre do material é removida. Ainda assim, a n-parafina continua a ser removida mesmo depois de toda água ter sido evaporada.
- Dentro da faixa estudada, a temperatura de controle não afeta a eficiência de remoção da n-parafina. Porém, é provável que quanto maior a temperatura de controle adotada maior será a degradação química das cadeias carbônicas do fluido recuperado.
- A taxa de aquecimento dos vapores durante a secagem está intimamente ligada à eficiência da mesma e, ainda, quanto menor a taxa de aquecimento maior a remoção

da fase orgânica. Em sistemas batelada, taxas de aquecimento mais brandas podem ser alcançadas utilizando menores potências e maiores tempos de secagem.

- A técnica de microondas é capaz de remover a n-parafina até teores que se enquadrem na legislação ambiental e inferiores aos alcançados no processo convencional.
- A adição de água ao cascalho, antes do mesmo ser submetido à secagem por microondas, não aumenta a remoção de n-parafina.
- Mantendo as demais condições operacionais constantes, quanto maior a energia específica utilizada melhor é a eficiência do processo de secagem, em termos de remoção de n-parafina.
- O processo de tratamento de cascalho utilizando microondas é influenciado pela concentração inicial de fluido, massa de cascalho alimentado ao secador e energia específica aplicada.
- O aumento da concentração inicial de fluido afeta de forma negativa a secagem e de forma positiva a capacidade e a eficiência energética.
- O aumento da massa favorece tanto o processo (capacidade e economia de energia), quanto o tratamento do resíduo (teor de n-parafina residual e n-parafina removida).
- A energia específica, por sua vez, favorece a descontaminação do cascalho e diminui o consumo de energia por n-parafina removida, porém afeta negativamente a capacidade de processo.
- Visando a descontaminação do cascalho - teor residual de n-parafina e percentual de n-parafina removido - deve-se trabalhar com baixa concentração de fluido e massa e energia específica elevadas.
- Visando o processo - capacidade e razão de limpeza - deve-se trabalhar com alta concentração de fluido e massa e baixa energia específica.
- O valor limite para descarte de cascalho contaminado com n-parafina (6,9%) é alcançado quando a concentração é inferior a 20%, a massa é maior que 11 kg e a energia específica maior que 0,5 kWh/kg. Por outro lado, para garantir, ao mesmo tempo, esse teor de n-parafina residual e remoção de pelo menos 75% de toda n-parafina, essa região deve ser ajustada para concentração abaixo de 16% e energia específica acima de 0,9 kWh/kg.
- A secagem por microondas apresenta diversas vantagens no que diz respeito à preservação ambiental e custo. Níveis quase zero de n-parafina no cascalho podem ser alcançados, resultando em um menor volume de resíduo, além de um resíduo ambientalmente limpo.

- Ao contrário do que ocorre em sistemas convencionais, o fluido recuperado na des-contaminação de cascalho por microondas está isento de sólidos e pode ser diretamente reutilizado. Além disso, através da secagem via microondas é possível se fazer o controle do processo, ou seja, escolher o nível de remoção de n-parafina de forma a diminuir o impacto ambiental.

## 5.2 Sugestões para trabalhos futuros

A seguir são apresentadas algumas sugestões para a continuidade do estudo sobre a des-contaminação de cascalho com aplicação de microondas.

- Avaliar a qualidade da n-parafina recuperada na secagem de cascalho por microondas, através de cromatografia gasosa.
- Analisar a influência de um gás de arraste durante a secagem, em diferentes vazões.
- Conduzir a secagem de cascalhos oriundos da perfuração de diferentes tipos de formação rochosa. Afim de verificar a influência do tipo de formação na secagem.
- Investigar a secagem, após reidratação do material já seco, em uma região de umidade inferior à investigada neste trabalho.
- Realizar um planejamento experimental variando potência e energia específica e mantendo constantes a concentração inicial de fluido e a massa de cascalho. Pois, a influência da potência não foi quantificada, embora tenha sido verificada. Seria interessante mostrar qual variável afeta mais intensamente a secagem: energia específica ou potência aplicada.
- Avaliar a secagem de cascalhos por microondas em processo contínuo.
- Avaliar a secagem por microondas de cascalhos contaminados com fluidos à base de diferentes materiais orgânicos.



---

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS E BIOCOMBUSTÍVEIS. *A Fiscalização da Segurança Operacional nas Atividades de Exploração e Produção de Petróleo e Gás Natural*. 2010. Disponível em: <http://www.anp.gov.br/?id=1606>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- AIRD, P. *Drilling Waste Management Technology Descriptions*. 2006. Disponível em: [http://www.roughneckcity.com/uploads/Drilling\\_Waste\\_Management\\_Technology\\_1\\_.pdf](http://www.roughneckcity.com/uploads/Drilling_Waste_Management_Technology_1_.pdf). Acessado em 15 nov. 2010.
- ALLEN, T. *Particle Size Measurement. Powder Sampling and Particle Size Measurement*. 5. ed. Londres: Chapman & Hall, 1997.
- AMERICAN OIL COMPANY CORPORATION. *Drilling Fluids Manual*. 1994.
- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. *Recommended Practice for Field Testing of Oil-based Drilling Fluids. Recommended Practice 13B-2*. Washington, 2005.
- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. *Rheology and Hydraulics of Oil-well Drilling Fluids. Recommended Practice 13D*. Washington, 2006.
- ASME. *Drilling Fluids Processing Handbook*. Estados Unidos: Elsevier, 2005.
- BAROID SURFACE SOLUTIONS. *RotaVac Rotary Vacuum Dryer (RVD) Fluid Recovery and Cuttings Drying System*. 2007. Disponível em:.
- BOGDAL, D.; PROCIAK, A. *Microwave-Enhanced Polymer Chemistry and Technology*. USA: Blackwell, 2007.

- BOX, G. E. P. *Statistics for Experimenters - Design, Innovation, and Discovery*. 2. ed. Estados Unidos: John Wiley & Sons, 2005.
- BRICE, W. *Solids Control Introduction and Theory*. 2006. Disponível em: [http://www.welldrilling.com/Solids\\_Control.htm](http://www.welldrilling.com/Solids_Control.htm). Acessado em: 21 jun. 2013.
- CHHABRA, R. *Bubbles, Drops and Particles in Non-Newtonian Fluids*. [S.l.]: CRC Press Taylor & Francis Group, 2007.
- COX, D. R.; REID, N. *The Theory of Design of Experiments*. Estados Unidos: Chapman & Hall, 2000.
- CUNHA, M.; CANTO, M.; JR., A. M. Secagem de café cereja descascado por ar quente e microondas. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 23, n. 3, 2003.
- DARLEY, H. C. H.; GRAY, G. R. *Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids*. 5. ed. USA: Butterworth-Heinemann, 1988.
- DUARTE, C. R. *Estudo Experimental e de Simulação da Fluidodinâmica e Recobrimento em Leito de Jorro*. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2006.
- ELDRIDGE, R. B. Oil contaminant removal from drill cuttings by supercritical extraction. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 35, p. 1901–1905, 1996.
- FIESP. *Energia - Fronteiras da Tecnologia: Forno Para Produção de Carvão Vegetal*. 2010. Disponível em: <http://www.fiesp.com.br>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- GANDOLFI, O. Tecnologia de microondas na secagem de madeira - aspectos técnicos e comerciais do sistema de secagem. *Revista Referência*, 2005. Disponível em: <http://www.ghandehr.com.br/index.php?i=5>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- HALLIBURTON. *RotaVac Rotary Vacuum Dryer (RVD)*. 2010. Disponível em:.
- HOLDICH, R. *Fundamentals of Particle Technology*. [S.l.]: Midland Information Technology and Publishing, 2002.
- INSTITUTE OF ELECTRICAL AND ELECTRONICS ENGINEERS. *IEEE Standard for Safety Levels with Respect to Human Exposure to Radio Frequency Electromagnetic Fields, 3 kHz to 300 GHz (IEE Std. C95.1-2005)*. New York, 2005.
- INTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS NATURAIS RENOVÁVEIS. *Diretrizes Ambientais e Procedimentos*. 2013. Disponível em: <http://www.ibama.gov.br/licenciamento/>. Acessado em: 21 jun. 2013.

- LIMA, V. L.; SOUZA, P. J. *Avaliação das Técnicas de Disposição de Rejeitos da Perfuração Terrestre de Poços de Petróleo*. Salvador, 2002.
- M-I SWACO. *Verti-G Cuttings Dryer, Drilling Waste Management*. Estados Unidos, 2000. (Folder eletrônico cordialmente cedido pela empresa M-I Swaco).
- MEREDITH, R. *Engineers Handbook of Industrial Microwave Heating*. London: Institute of Electrical Engineers, 1998.
- MUJUMDAR, A. S. *Handbook of Industrial Drying*. 3. ed. Estados Unidos: CRC Press Taylor & Francis Group, 2007.
- MYERS, R. H. *Response Surface Methodology*. 3. ed. Estados Unidos: John Wiley & Sons, 2009.
- NICOLLI, D.; SOARES, C. B. P. Avaliação da dispersão do cascalho de perfuração lançado em águas profundas. *T&N Petróleo*, n. 15, p. 64–67, 2000.
- OSLO/PARIS. Decision 2000/3 on the use of organic-phase drilling fluids (OPF) and the discharge of OPF-contaminated cuttings. In: *Convention for the Protection of the Marine Environment in the North-East Atlantic*. Copenhagen: [s.n.], 26 a 30 jun. 2000.
- PEREIRA, M. S. *Caracterização de Cascalho e Lama de Perfuração ao Longo do Processo de Controle de Sólidos em Sondas de Petróleo e Gás*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2010.
- PETROBRAS. *Apostila de controle de sólidos: separação de sólidos na perfuração de poços*. Rio de Janeiro, 2008.
- PETROBRAS. *Relatório de Impacto Ambiental: Atividade de Perfuração Marítima nos Blocos BM-C-26 e BM-C-27*. Abril 2009. Disponível em: <http://licenciamento.ibama.gov.br/Petroleo/Atividade%20Perfura%E7%E3o%20-%20Bloco%20BM-C-26%20e%2027/Perfura%E7%E3o%20Mar%EDtima%20-%20Blocos%20BM-C-26%20e%2027%20-%20RIMA.pdf>. Acessado em 21 jun. 2013.
- PETROBRAS. *Manual de Fluidos*. 1. ed. Rio de Janeiro: Petrobras - Petróleo Brasileiro S.A., 2011.
- PIRES, P. J. M. *Utilização de Cascalho de Perfuração de Poços de Petróleo para Produção de Cerâmica Vermelha*. Dissertação (Mestrado) — Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009. Disponível em: [http://www2.dbd.puc-rio.br/pergamum/tesesabertas/0510757\\_09\\_cap\\_02.pdf](http://www2.dbd.puc-rio.br/pergamum/tesesabertas/0510757_09_cap_02.pdf). Acessado em: 21 jun. 2013.

- POZAR, D. M. *Microwave Engineering*. 3. ed. Estados Unidos: John Wiley & Sons Ltda, 2005.
- ROBINSON, J. P.; KINGMAN, S. W.; LESTER, E. H.; YI, C. Microwave remediation of hydrocarbons-contaminated soil - Scale-up using batch reactors. *Separation and Purification Technology*, v. 96, p. 12–19, 2012.
- ROBINSON, J. P.; KINGMAN, S. W.; SNAPE, C. E.; BARRANCO, R.; SHANG, H.; BRADLEY, M. S. A.; BRADSHAW, S. M. Remediation of oil-contaminated drill cuttings using continuous microwave heating. *Chemical Engineering Journal*, v. 152, p. 458–469, 2009.
- ROBINSON, J. P.; KINGMAN, S. W.; SNAPE, C. E.; BRADSHAW, S. M.; BRADLEY, M. S. A.; SHANG, H.; BARRANCO, R. Scale-up and design of a continuous microwave treatment system for the processing of oil-contaminated drill cuttings. *Chemical Engineering Research and Design*, v. 88, p. 146–154, 2010.
- ROSA, J. G. *Secagem de Cenoura (*Daucus carota L.*) em microondas*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010. Disponível em: <http://www.bdtd.ufscar.br>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- SCHAFFEL, S. B. *A questão Ambiental na Etapa de Perfuração de Poços Marítimos de Óleo e Gás no Brasil*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2002. Disponível em: <http://www.ppe.ufrj.br/ppe/production/tesis/schaffelsb.pdf>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- SEATON, S. Analysis of drilling fluid base oil recovered from drilling waste by thermal desorption. In: *International Petroleum Environmental Conference*. Texas: [s.n.], 2006. Disponível em: [http://ipec.utulsa.edu/Conf2006/Papers/Seaton\\_-70.pdf](http://ipec.utulsa.edu/Conf2006/Papers/Seaton_-70.pdf). Acessado em: 21 jun. 2013.
- SEBRAE. *Faça diferente: Mineiros desenvolvem microondas para secar madeira*. 2009. Disponível em: <http://www.facadiferente.sebrae.com.br>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- SHANG, H.; ROBINSON, J. P.; KINGMAN, S. W.; SNAPE, C. E.; WU, Q. Theoretical study of microwave enhanced thermal decontamination of oil contaminated waste. *Chemical Engineering Technology*, v. 30, n. 1, p. 121–130, 2007.
- SHANG, H.; SNAPE, C. E.; KINGMAN, S. W.; ROBINSON, J. P. Treatment of oil-contaminated drill cuttings by microwave heating in a high-power single-mode cavity. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 44, p. 6837–6844, 2005.

- SHANG, H.; SNAPE, C. E.; KINGMAN, S. W.; ROBINSON, J. P. Microwave treatment of oil-contaminated north sea drill cuttings in a high power multimode cavity. *Separation and Purification Technology*, v. 49, p. 84–90, 2006.
- SILVA, A. S. da. *Avaliação da Secagem do Bagaço de Cajá usando Planejamento Fatorial Composto Central*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008. Disponível em: [http://bdtd.bczm.ufrn.br/tde\\_arquivos/12/TDE-2008-10-01T064508Z-1447/Publico/AndreiaSS.pdf](http://bdtd.bczm.ufrn.br/tde_arquivos/12/TDE-2008-10-01T064508Z-1447/Publico/AndreiaSS.pdf). Acessado em: 01 jul. 2013.
- THERMTECH. *TCC - Thermomechanical Desorption Process for Drilling Waste*. 2004. Disponível em: [http://www.thermtech.no/home/the\\_tcc/.pdf](http://www.thermtech.no/home/the_tcc/.pdf). Acessado em: 21 jun. 2013.
- THERMTECH. *Thermomechanical Cuttings Cleaner (TCC): Setting the global Standard for the treatment of oily drill cuttings*. 2006. Disponível em: [http://www.thermtech.no/home/the\\_tcc/](http://www.thermtech.no/home/the_tcc/). Acessado em: 21 jun. 2013.
- THOMAS, J. E. *Fundamentos de Engenharia de Petróleo*. 2. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2004.
- UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. *Statistical Analyses Supporting Final Effluent Limitations Guidelines and Standards for Synthetic-Based Drilling Fluids and other Non-Aqueous Drilling Fluids in the Oil and Gas Extraction Point Source Category*. 2010. Disponível em: <http://www.epa.gov/waterscience/guide/sbf/final/stat/finalstatpart1.pdf>. Acessado em: 21 jun. 2013.
- VIEIRA, L. G. M. *Otimização dos Processos de Separação em Hidrociclones Filtrantes*. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2006.



---

## Apêndice A

Configurações das fontes utilizadas para variar a potência aplicada



## Fontes utilizadas quando potência de 3, 4 e 6 kW são aplicadas

A Figura A.1 mostra a disposição das fontes quando 3, 4 e 6 kW são aplicados. Cada quadrado representa uma fonte de microondas: quadrados com preenchimento representam fontes ligadas e, obviamente, quadrados em branco, fontes desligadas.

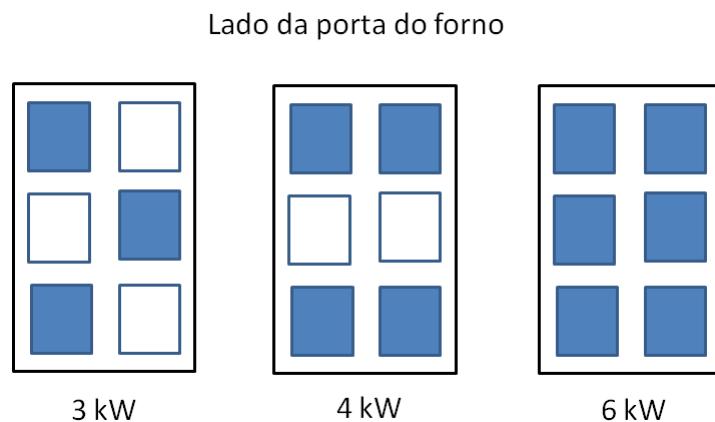


Figura A.1: Vista superior da unidade experimental para diferentes potências aplicadas.



---

## Apêndice B

Resultados obtidos a partir de ensaios exploratórios



## Materiais e métodos

Os ensaios exploratórios foram realizados em um forno de microondas doméstico, com potência nominal de 1000 W. Foi utilizada uma balança semi analítica com precisão de 10-2 g. As concentrações de água, fase orgânica e sólidos no material foram determinadas com o uso de Retorta Fann de 50 ml, equipamento próprio para aferição de concentração em cascalho de perfuração. Inicialmente foram determinadas as concentrações de água, sólidos e fase orgânica no fluido de perfuração puro e nas amostras de cascalho. Em seguida foram realizados três ensaios diferentes.

### •Ensaio 1

Este ensaio tem por objetivo investigar o comportamento da n-parafina frente a ação de microondas. Foram utilizados 2000 g de fluido de perfuração puro (fluido que ainda não foi utilizado na perfuração) divididos em quatro lotes de 500 g. Cada lote foi submetido a 2, 4, 6 e 8 min de aquecimento, respectivamente. Foi avaliado o percentual mássico de água e n-parafina ao final de cada tempo de aquecimento. Analisou-se também a variação da massa de n-parafina em g para uma base de cálculo de 100 g de fluido puro.

### •Ensaio 2

Este ensaio tem como finalidade determinar a cinética e a taxa de secagem do cascalho de perfuração. Neste caso, utilizou-se 500 g da amostra A de cascalho alimentado no forno microondas. Este material foi submetido a aquecimento durante 21 min em intervalos de 1 minuto, sendo que ao final de cada minuto de aquecimento a amostra era resfriada e a massa aferida. Foi determinada então a variação de fluido em base seca a cada tempo de aquecimento. A partir dos dados de cinética pode-se determinar a taxa de secagem de cascalho segundo a Equação B.1, em que  $m_s$  é a massa de sólidos seco (359 g),  $A$  é a área de secagem ( $177 \text{ cm}^2$ ),  $\Delta X$  a variação da fração mássica de fluido presente na amostra e  $\Delta t$  a variação de tempo em hora.

$$R = -\frac{m_s \Delta X}{A \Delta t} \quad (\text{B.1})$$

### •Ensaio 3

Neste ensaio foi avaliada a variação do teor de n-parafina no cascalho para diferentes tempos de secagem. Para isso, utilizou-se 400 g das amostras B e C divididos em 4 lotes de 100 g. Cada lote foi submetido a 1, 2, 3 e 4 minutos de aquecimento. Ao final de cada tempo de secagem foi medido o teor de n-parafina no cascalho.

## Resultados e discussões

### •Ensaio 1

A Tabela B.1 traz a variação do teores mássico de sólidos e líquidos no fluido puro para os tempos de aquecimento adotados.

Tabela B.1: Teor mássico de água, n-parafina e sólidos no fluido puro após aquecimento por microondas.

Percentual (%)	Tempo de aquecimento (min)				
	0	2	4	6	8
Massa evaporada	-	0,26	4,4	10,38	18,28
Água	30,31	30,31	26,64	22,52	16,82
n-Parafina	42,27	42,27	43,90	46,6	49,12
Sólidos	27,42	27,42	29,46	30,88	34,06

Observa-se que o percentual de água diminui, enquanto que os teores de n-parafina e sólidos aumentam, isso é possível uma vez que a massa total diminui ao longo do tempo. E também é um indício que somente a água está sendo evaporada. Assim, para uma base de cálculo de 100 g de fluido, têm-se os resultados apresentados na Tabela B.2.

Tabela B.2: Massa de água, n-parafina e sólidos no fluido puro após aquecimento por microondas (base de cálculo igual a 100 g).

Massa (g)	Tempo de aquecimento (min)				
	0	2	4	6	8
Total	100,0	99,74	95,60	89,62	81,72
Água	30,31	30,23	25,48	20,17	13,75
n-Parafina	42,27	42,16	41,97	41,76	40,14
Sólidos	27,42	27,35	28,16	27,67	27,83

Nota-se que a massa de água cai em mais da metade, já a massa de n-parafina permanece praticamente constante (variação de 2 g). Tal fato indica que a n-parafina, como esperado, é um material transparente frente à ação de microondas.

### •Ensaio 2

A Figura B.1 ilustra a cinética de secagem da amostra A. Observa-se que, após 16 min de secagem, o teor de fluido em base seca no material tende a um patamar. Esse patamar corresponde à “umidade” (água + n-parafina) de equilíbrio, que neste caso é igual a 0,05 kg de fluido/kg de sólidos seco. A umidade de equilíbrio corresponde ao teor mínimo de fluido residual que pode ser alcançado com a secagem.

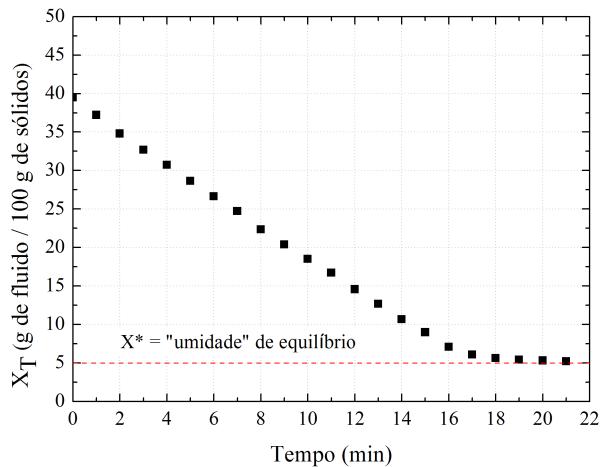


Figura B.1: Cinética de secagem da amostra A.

Do teste de retorta, a concentração mássica final de n-parafina é de 3,84% e a de água é 2,21%. Espera-se que, se o aquecimento fosse contínuo durante os 21 min, esse teor de n-parafina seria consideravelmente menor. Isso ocorreria pelo fato de que a temperatura atingida, no aquecimento contínuo, seria próxima ou até maior que a temperatura de evaporação da água, consequentemente, o arraste de n-parafina seria maior.

A Figura B.2 mostra a taxa de secagem da amostra A.

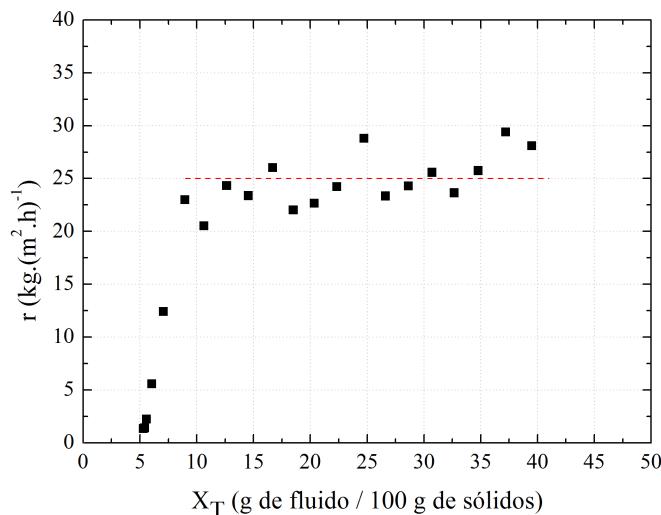


Figura B.2: Taxa de secagem da amostra A.

•Ensaio 3

Observa-se inicialmente uma taxa de secagem constante (aproximadamente 25 kg/(m<sup>2</sup>h)), que passa a ser decrescente a partir da “umidade” crítica, neste caso, igual a 0,08 kg de fluido/kg de sólidos.

A Figura B.3 mostra os teores de n-parafina e água residual nas amostras B e C para diferentes tempos de secagem. Observa-se que os teores de água caem em mais de 20 % e os teores de n-parafina residual chegam a ser inferior aos teores atingidos com o método atualmente utilizado (aproximadamente 4%). Estes resultados são um forte indício de que a secagem de cascalho de perfuração via microondas é uma tecnologia promissora.

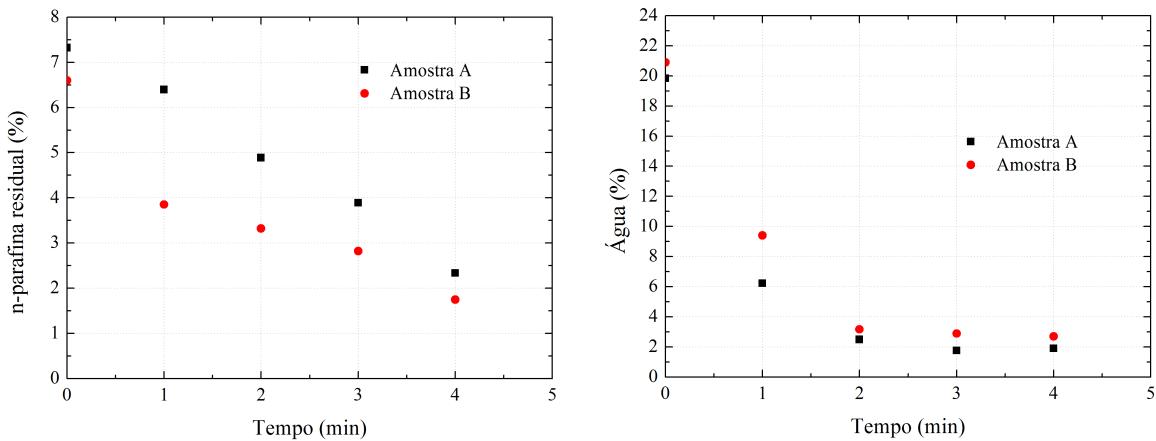


Figura B.3: Teores de n-parafina e água residual nas amostras A e B.

•Comparação dos Ensaios 2 e 3

Por fim, foi avaliada a eficiência energética em termos de energia específica nos Ensaios 2 e 3. A formulação matemática para estes cálculos estão descritas na Equação B.2, em que, E representa a energia específica, P a potência aplicada (kW), t o tempo (h) e m a massa inicial de amostra (kg).

$$E = \frac{Pt}{m} \quad (B.2)$$

A Tabela B.3 mostra os resultados da eficiência energética da secagem. As concentrações iniciais de n-parafina são 5,4 % na amostra A, 7,32 % na amostra B e 6,6 % na amostra C. A partir destes resultados, observa-se que, para uma mesma quantidade de energia fornecida por unidade de massa (Ensaio 2 e aquecimento de 4 min no Ensaio

3), os resultados são bastante distintos. Essa constatação pode ser explicada pelo fato de que, a amostra A (500 g) foi aquecida durante 21 minutos em intervalos de 1 min, enquanto que as amostras B e C foram aquecidas durante 4 min continuamente.

Tabela B.3: Energia específica dos Ensaios 2 (E2) e 3 (E3) para as amostras A, B e C.

Massa (kg)	Tempo de secagem (min)	Energia específica (kWh/kg)	Teor residual de n-parafina (%)
0,5	21	0,7	3,84 (A)
	1	0,17	6,39 (B); 3,85 (C)
0,1	2	0,33	4,89 (B); 3,32 (C)
	3	0,50	3,89 (B); 2,82 (C)
	4	0,67	2,33 (B); 1,97 (C)

O aquecimento contínuo é importante, pois, aparentemente, permite o aquecimento gradativo da água e consequentemente dos hidrocarbonetos. Quando o aquecimento é feito em intervalos onde o material é resfriado, a água é evaporada antes que possa aquecer a fase orgânica.

## Conclusões

Os resultados dos testes exploratórios indicaram que a tecnologia de secagem por micro-ondas pode ser uma ótima alternativa na adequação dos cascalhos de perfuração às leis ambientais de descarte. Fato esse que motivou uma investigação dessa tecnologia mais profunda e em maior escala. Assim, foi desenvolvida uma unidade experimental com maior potência disponível, maior capacidade e também com um sistema de exaustão dos vapores gerados.



---

## Apêndice C

Resultados obtidos na etapa de ajuste da  
unidade experimental



## Ajustes na unidade experimental

Após instalação da unidade experimental diversos ajustes foram realizados a fim de melhorar o procedimento de secagem. Esses ajustes estão descritos na Tabela C.1 e representam:

- 1- Forma de análise do material: inicialmente o material seco, isto é, cascalho após a secagem, era coletado no centro dos recipientes. Esse procedimento foi adotado a fim de se evitar os efeitos de borda, uma vez que os cascalhos na lateral dos recipientes apresentam-se visivelmente mais "molhados" que o cascalho do centro. No entanto, optou-se por homogeneizar o material e obter assim um resultado real do processo.
- 2- Válvula na parte inferior do forno: há uma válvula na parte inferior do forno colocada inicialmente para coleta de material condensado no interior do mesmo, com isso foram realizados testes para verificar se a secagem ocorria de forma mais eficaz com a válvula aberta ou fechada. Os resultados nos levaram a proceder a secagem com essa válvula fechada. Desta forma, para se coletar o material condensado no forno e ao mesmo tempo manter o forno sem entrada de ar foi adaptado um recipiente plástico junto à válvula. Assim, a válvula fica aberta durante a secagem para a coleta do condensado, no entanto o forno permanece sem entrada de ar.
- 3- Controle de temperatura dos vapores: inicialmente a secagem foi realizada sem controle de temperatura, isto é, durante o processo o valor desse parâmetro era acompanhado, porém aumentava conforme se dava a secagem. Optou-se então por promover o controle da temperatura dos vapores em 120 °C, temperatura que garante a evaporação da água e a não degradação química da n-parafina. Inicialmente esse controle foi feito manualmente através do acionamento e desligamento das fontes emissoras de microondas. A partir da decisão de se fazer o controle da temperatura durante a secagem, foi desenvolvido, pela empresa fabricante do forno, um software através do qual é possível se fazer esse controle automaticamente.
- 4- Chapa de inox no interior do forno: uma chapa de inox foi adaptada no interior do forno na tentativa de promover pequena inclinação a fim de direcionar o condensado para a parte inferior dianteira do forno onde fica o sistema de coleta desse material. No entanto, esse aparato deixou de ser utilizado, pois gerou alguns riscos de segurança, uma vez que, não foi possível soldá-lo nas paredes do forno e, portanto, correndo o risco de gerar fagulhas durante a secagem.
- 5- Condição do sistema: inicialmente o sistema, isto é, o forno, foi projetado para ser hermeticamente vedado, no entanto, foi estudada possibilidade de secagem permitindo a entrada de ar (primeiramente utilizando a válvula inferior aberta e depois permitindo entrada de ar pela porta). Observou bons resultados na presença de fluxo

de ar pela porta, no entanto, mais uma vez por questões de segurança optou-se por proceder com a secagem em sistema totalmente fechado. Os riscos relacionados ao fluxo de ar são expansões gasosas e até explosões devido a atmosfera não inerte. Quando o sistema está hermeticamente fechado o sistema de exaustão promove uma leve pressão negativa no interior do forno levando a uma atmosfera inerte e, assim, minimizando os riscos de dano.

Tabela C.1: Resultados na etapa de ajuste da unidade experimental.

Energia específica (kWh/kg)	Média do percentual final de n-parafina (%)	Ajustes operacionais realizados				
		1	2	3	4	5
0,34	3,5	Válvula inferior fechada				Sist.. fechado
0,45	6,6	Material coletado no centro do recipiente	Válvula inferior aberta	Sem controle de temperatura	Sem chapa inox	Entrada de ar pela válvula
0,50	3,0					
0,46	2,2		Válvula inferior fechada	Controle manual de temperatura	Com chapa inox	Sist.. fechado
0,28	13,2					
0,42	6,8					
0,50	2,6					
0,50	2,6					
0,47	2,9	Material coletado após mistura	Válvula aberta com coleta de condensado	Sem controle de temperatura	Sem chapa inox	Entrada de ar pela porta
0,50	3,2					
0,53	0,9					
0,33	7,8					
0,40	7,2					

## Ajustes operacionais

A partir destes resultados investigativos, optou-se por realizar os procedimentos da seguinte maneira:

- Avaliar o material completamente homogeneizado após a secagem.
- Trabalhar com a coleta de condensado no interior do forno, utilizando a válvula na parte inferior do mesmo, porém mantendo o sistema fechado.
- Fazer o controle de temperatura dos vapores, garantindo o arraste da fase orgânica por parte da água, porém sem que ocorra a degradação química dos hidrocarbonetos.
- Não utilizar chapa em inox no interior do forno por questões de segurança.
- Trabalhar com o sistema hermeticamente fechado.

Tendo em vista esse procedimento adotado, foram realizados novos ensaios a fim de se verificar as melhores condições operacionais para o processo. Esses experimentos foram realizados mantendo-se constante a massa de cascalho (6 kg) e a energia específica (0,50 kWh/kg), os resultados estão resumidos na Tabela C.2. Os seguintes grupos podem ser identificados:

- Grupo 1: 3 kits ligados, temperatura de controle 100 °C, com injeção de vapor, sem elevação dos recipientes.
- Grupo 2: 3 kits ligados, temperatura de controle 100 °C, sem injeção de vapor, sem elevação dos recipientes.
- Grupo 3: 3 kits ligados, temperatura de controle 120 °C, sem injeção de vapor, sem elevação dos recipientes.
- Grupo 4: 4 kits ligados, temperatura de controle 100 °C, sem injeção de vapor, sem elevação dos recipientes.
- Grupo 5: 4 kits ligados, temperatura de controle 120 °C, sem injeção de vapor, sem elevação dos recipientes.
- Grupo 6: 4 kits ligados, temperatura de controle 120 °C, sem injeção de vapor, com elevação dos recipientes.
- Grupo 7: 4 kits ligados, temperatura de controle 120 °C, com injeção de vapor, com elevação dos recipientes.

- Grupo 8: 6 kits ligados, temperatura de controle 120 °C, sem injeção de vapor, sem elevação dos recipientes.

Tabela C.2: Resultados na etapa de ajustes operacionais.

Grupo	Kits	Temperatura (°C)	Vapor	Altura (cm)	n-paraf. Inicial	n-paraf. Final	Média do grupo
1	3	100	sim	0	9,6%	4%	4%
	3	100	não	0	8,4%	2,7%	2,7%
	3	100	não	0	8,4%	2,5%	2,5%
2	3	100	não	0	9,9%	3,8%	3,8%
	3	100	não	0	9,6%	2,2%	2,2%
	3	100	não	0	9,6%	3,6%	3,6%
3	3	100	não	0	8,2%	1,7%	1,7%
	3	120	não	0	9,9%	3,3%	3,3%
	3	120	não	0	9,9%	3,3%	3,3%
4	3	120	não	0	9,9%	2,3%	2,3%
	3	120	não	0	8,4%	3,2%	3,2%
	3	120	não	0	8,4%	2,0%	2,0%
5	4	100	não	0	9,9%	3,7%	3,3%
	4	100	não	0	9,6%	2,9%	2,9%
	4	120	não	0	9,9%	4,1%	3,4%
6	4	120	não	0	9,6%	2,8%	2,8%
	4	120	não	12	9,9%	5,4%	5,4%
	4	120	sim	12	9,9%	6,5%	6,5%
8	6	120	não	0	10,4%	5,1%	5,1%

Os melhores resultados foram encontrados para o sistema com apenas três kits ligados sem injeção de vapor e sem elevação dos recipientes. Já em relação à temperatura de controle o melhor resultado foi a 100°C, no entanto os valores de n-parafina residual obtidos para o controle da temperatura a 100 e a 120°C não foram muito diferentes e, levando-se em conta a incerteza do método de análise utilizado (retorta), pode-se concluir que esse parâmetro não influenciou na secagem.

---

## Apêndice D

Distribuição de resíduos das regressões não lineares referentes ao Planejamento Composto Central



## Gráficos de distribuição de resíduos

As Figuras de D.1 a D.4 mostram os gráficos de resíduos da regressão múltipla aplicada às variáveis resposta do PCC.

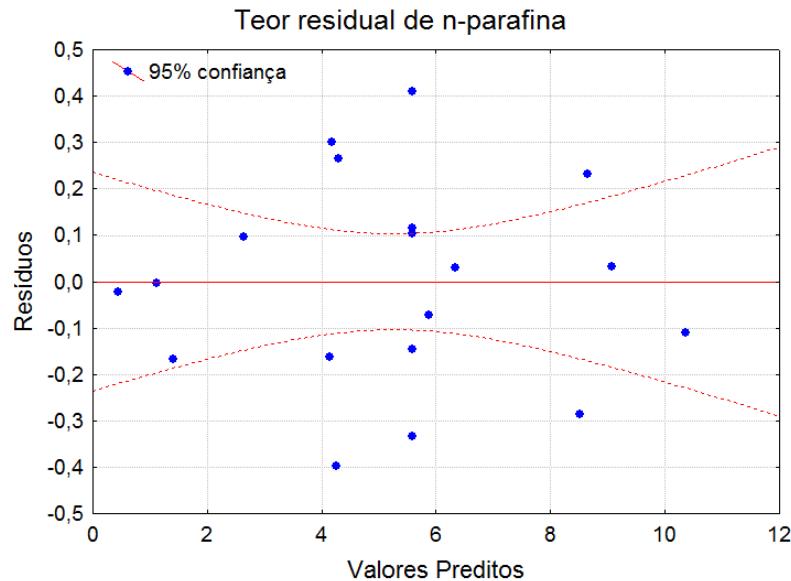


Figura D.1: Distribuição de resíduos do ajuste do teor de n-parafina residual.

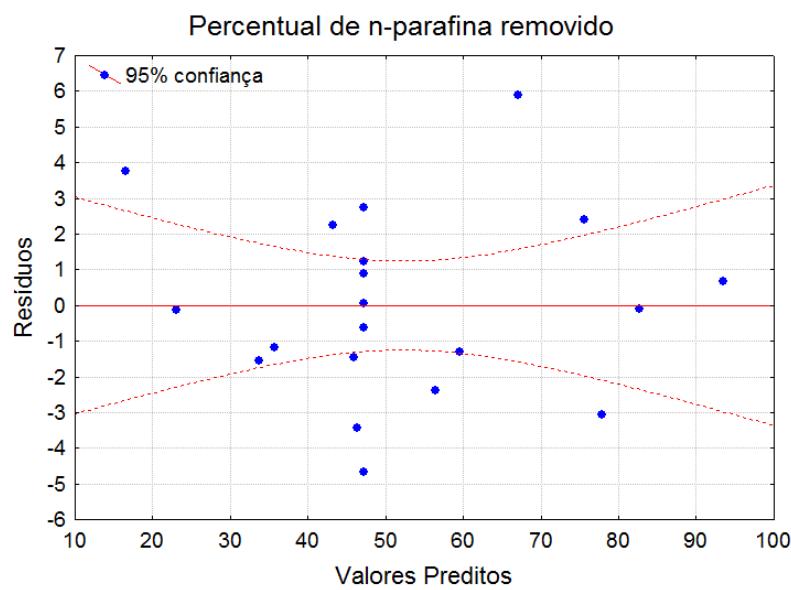


Figura D.2: Distribuição de resíduos do ajuste do percentual de n-parafina removido.

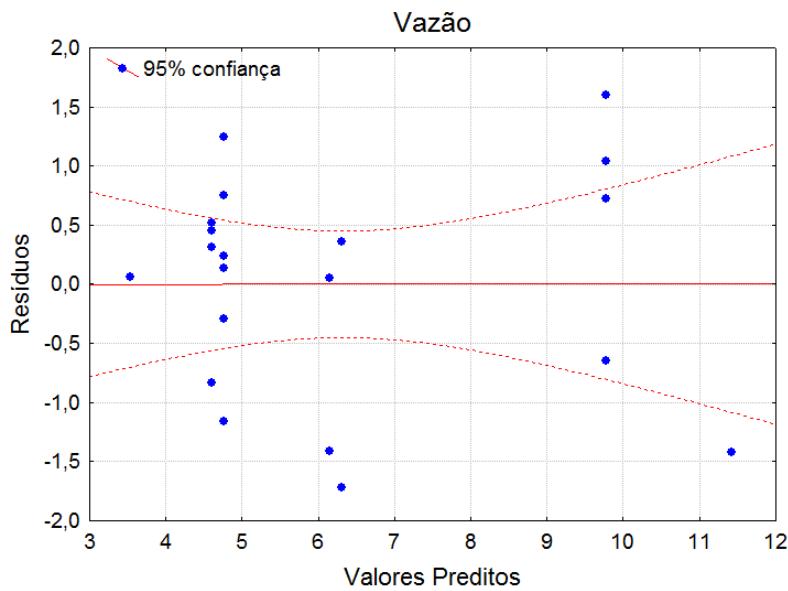


Figura D.3: Distribuição de resíduos do ajuste da capacidade.

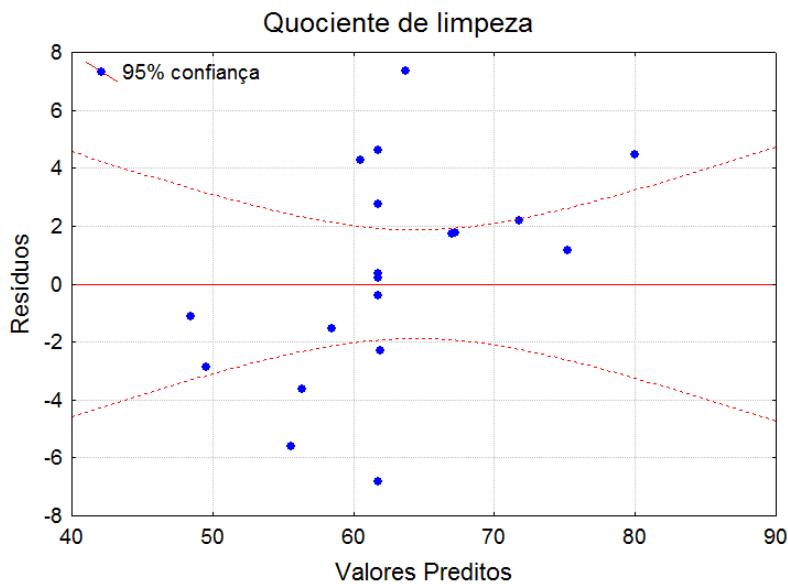


Figura D.4: Distribuição de resíduos do ajuste do razão de limpeza.

Todos os gráficos indicam aleatoriedade, portanto os ajustes não foram tendenciosos.