



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



**Estudo da Estabilidade da Suspensão Constituinte  
do Fluido Br-Mul/Petrobras**

**FLÁVIA MARQUES FAGUNDES**

Uberlândia – MG

2015



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



Estudo da Estabilidade da Suspensão Constituinte  
do Fluido Br-Mul/Petrobras

Flávia Marques Fagundes

Orientadores: Fábio de Oliveira Arouca  
João Jorge Ribeiro Damasceno

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

Uberlândia – MG

2015

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

---

F156e Fagundes, Flávia Marques, 1989-  
2015 Estudo da estabilidade da suspensão constituinte do fluido Br-  
Mul/Petrobras / Flávia Marques Fagundes. - 2015.  
112 f. : il.

Orientador: Fábio de Oliveira Arouca.

Orientador: João Jorge Ribeiro Damasceno.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Inclui bibliografia.

1. Engenharia química - Teses. 2. Sedimentação - Teses. 3.  
Estabilidade - Teses. 4. Raios gama - Teses. I. Arouca, Fábio de Oliveira,  
1977-. III. Damasceno, João Jorge Ribeiro. III. Universidade Federal de  
Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV  
Título.

---

CDU: 66.0

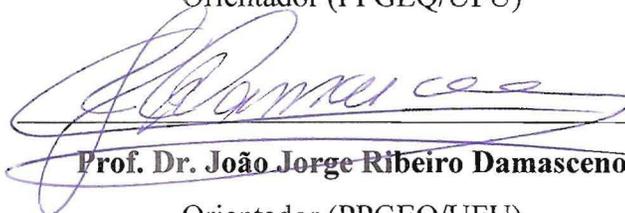
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 30 DE JULHO DE 2015.

BANCA EXAMINADORA



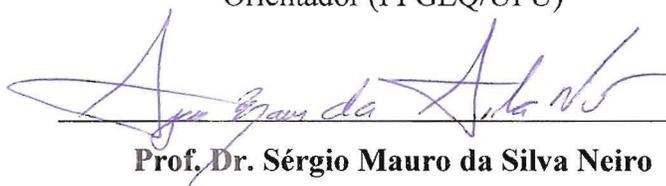
**Prof. Dr. Fábio de Oliveira Arouca**

Orientador (PPGEQ/UFU)



**Prof. Dr. João Jorge Ribeiro Damasceno**

Orientador (PPGEQ/UFU)



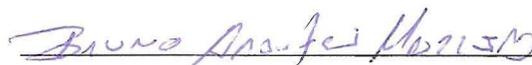
**Prof. Dr. Sérgio Mauro da Silva Neiro**

(PPGEQ/UFU)



**Prof. Dr. Ubirajara Coutinho Filho**

(PPGEQ/UFU)



**Prof. Dr. Bruno Arantes Moreira**

(FEQ/UTFPR)

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus pela dádiva da vida.

Ao meu pai Edgar, que mesmo não estando fisicamente presente em minha vida, cuida de mim, e à minha querida mãe Maria Abadia pela constante prontidão, paciência e orações diárias.

Aos meus irmãos Marden e Marlipe por serem pessoas que eu admiro e me espelho.

Ao meu namorado Rafael por ser um companheiro que acredita nos meus estudos e me apoia em cada decisão tomada.

À toda minha família que reage com alegria a cada conquista minha e faz a minha vida mais completa.

Aos meus amigos da pós-graduação, Neiton, Isabele, Bruno, Fernando e Deivid pelos conhecimentos divididos e aos agradáveis momentos de convivência.

Aos alunos de iniciação científica, Felipe, Victoria, Homero e Andressa que em diversos momentos me auxiliaram na realização da parte experimental deste trabalho.

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

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

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

Aos professores, Sérgio Mauro da Silva Neiro, Ubirajara Coutinho Filho e Bruno Arantes Moreira pela valiosa correção e ajuda para o término deste trabalho.

Um agradecimento especial aos meus orientadores Prof. Fábio Arouca e Prof. Damasceno que me auxiliaram na realizaram deste trabalho.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	i
LISTA DE TABELAS .....	v
LISTA DE SÍMBOLOS .....	vi
RESUMO .....	x
ABSTRACT .....	xi
INTRODUÇÃO.....	1
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1. Reologia de um fluido .....	5
2.1.1. Fluido newtoniano .....	6
2.1.2. Fluido não-newtoniano .....	7
2.1.2.1. Fluidos independentes do tempo .....	8
2.1.2.1.1. Fluidos pseudoplásticos .....	9
2.1.2.1.2. Fluidos dilatantes .....	10
2.1.2.1.3. Fluidos plásticos de Bingham e Herschel-Bulkey .....	10
2.1.2.1.4. Modelos matemáticos .....	10
2.1.2.2. Fluidos dependentes do tempo.....	12
2.1.2.2.1. Fluidos tixotrópicos .....	13
2.1.2.2.2. Fluidos reopéticos .....	14
2.1.2.3. Fluidos viscoelásticos .....	15
2.1.2.4. Propriedades reológicas de um fluido de perfuração.....	15
2.2. Sedimentação .....	16
2.2.1. Sedimentação em fluidos não-newtonianos.....	29
MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1. Caracterização do fluido .....	33
3.1.1. Determinação da densidade .....	33
3.1.1.1. Densidade dos sólidos.....	34
3.1.1.2. Densidade do fluido .....	34
3.1.2. Determinação dos parâmetros reológicos do fluido .....	34
3.1.2.1. Testes a taxa de cisalhamento constante.....	36
3.1.2.2. Curva de viscosidade do fluido.....	36
3.1.2.3. Histerese .....	37
3.1.3. Determinação do teor de sólidos.....	37
3.2. Unidade experimental de monitoramento da concentração volumétrica de sólidos sedimentando.....	38
3.2.1. Fonte de radiação gama ( $^{241}\text{Am}$ ).....	42
3.2.2. Otimização dos parâmetros da Técnica de Atenuação de Raios Gama.....	42
3.2.2.1. Determinação da voltagem ótima de operação da fonte de alta tensão .....	43
3.2.2.2. Determinação do intervalo de emissão de energia do radioisótopo .....	45
3.2.2.3. Determinação do tempo de resolução do sistema de detecção .....	46
3.3. Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG).....	47
3.3.1. Equação de Lambert .....	47
3.3.2. Determinação do branco da proveta .....	48
3.3.3. Determinação do parâmetro $\beta$ .....	49
3.3.3.1. Validação da metodologia proposta para determinação do parâmetro $\beta$ .....	49
3.3.3.2. Metodologia usual na literatura .....	52
3.3.3.3. Metodologia proposta utilizando a carboximetilcelulose.....	53
3.3.3.4. Determinação do parâmetro $\beta$ no fluido Br-Mul.....	53

3.3.4.	Determinação das curvas de equiconcentrações.....	54
3.3.5.	Determinação da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos.....	55
3.3.6.	Determinação da pressão nos sólidos .....	56
RESULTADOS E DISCUSSÕES.....		59
4.1.	Determinação dos parâmetros reológicos do fluido .....	59
4.1.1.	Testes a taxa de cisalhamento constante.....	59
4.1.2.	Reograma e curva de viscosidade do fluido .....	60
4.1.3.	Histerese .....	63
4.2.	Cálculo do teor de sólidos na suspensão de Br-Mul.....	64
4.3.	Cálculo do tempo de resolução do sistema de detecção .....	65
4.4.	Cálculo do parâmetro $\beta$ .....	65
4.5.	Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições do recipiente de testes .....	68
4.5.1.	Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para as posições próximas à base e intermediárias.....	69
4.5.2.	Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para as posições próximas ao topo do fluido.....	76
4.5.3.	Curvas de equiconcentrações.....	78
4.5.3.1.	Curvas de equiconcentrações para as posições próximas a base e intermediárias .....	78
4.5.3.2.	Curvas de equiconcentrações para as posições próximas ao topo do fluido Br-Mul .....	79
4.5.4.	Velocidade de sedimentação e permeabilidade do meio poroso .....	81
4.5.5.	Pressão nos sólidos como função da concentração.....	82
CONCLUSÕES.....		85
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....		87
APÊNCIDE A .....		92

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Metas de produção de óleo e LGN da empresa Petrobrás S.A.(PETROBRÁS, 2014).....	1
Figura 1.2: Áreas de investimentos previstos da empresa Petrobrás S.A. para o período de 2014 a 2018 (PETROBRÁS, 2014).....	2
Figura 1.3: Ilustração de um poço sendo perfurado (Economides <i>et al.</i> 1998).....	3
Figura 2.1: Classificação reológica de um fluido.....	5
Figura 2.2: Representação de escoamento unidimensional (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).....	6
Figura 2.3: Representação gráfica de (A) uma curva de escoamento para fluido newtoniano (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008) e (B) uma curva de viscosidade também de um fluido newtoniano (adaptado de MACHADO, 2002).....	7
Figura 2.4: Representação gráfica das curvas de escoamento para os fluidos independentes do tempo mais conhecidos e para o fluido newtoniano (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).....	8
Figura 2.5: Representação logarítmica da variação da viscosidade aparente para uma solução polimérica (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).....	9
Figura 2.6: Representação gráfica do comportamento tixotrópico para uma taxa de deformação constante.....	13
Figura 2.7: Ilustração do comportamento tixotrópico.....	14
Figura 2.8: Ilustração do comportamento reopético.....	14
Figura 2.9: Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equiconcentrações conforme o modelo de Kynch (MOREIRA, 2014).....	19
Figura 2.10: Regiões presentes na sedimentação em batelada segundo KYNCH (1952) (adaptado DAMASCENO, 1992).....	20
Figura 2.11: Ilustração da dinâmica de sedimentação em fluidos newtonianos (A), fluidos com moderados efeitos viscoelásticos (B) e fluidos com fortes efeitos viscoelásticos (C) (ALLEN e UHLLER, 1989). .....	29
Figura 2.12: Imagens obtidas por ressonância magnética da sedimentação em fluido newtoniano (A) e fluido viscoelástico (B) por BROBOFF e PHILIPS em 1998.....	30
Figura 2.13: Imagens obtidas por DAUGAN <i>et al.</i> (2004) mostrando o comportamento da suspensão pseudoplástica de goma xantana a 1500ppm.....	31

Figura 3.1: Reômetro Brookfiled R/S Plus.....	35
Figura 3.2: Representação da geometria cone/placa (MACHADO, 2002).....	35
Figura 3.3: Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos.....	39
Figura 3.4: Ilustração do agitador axial.....	39
Figura 3.5: Fotografia do sistema de direcionamento/detecção de radioisótopos.....	40
Figura 3.6: Fotografia do módulo primário de detecção.....	40
Figura 3.7: Foto (A) da fonte de alta tensão, (B) do contador de pulsos, (C) do amplificador e (D) do analisador de canais.....	41
Figura 3.8: Detalhes da fonte de alta tensão, do amplificador e do discriminador de canais SCA.....	43
Figura 3.9: Determinação da voltagem ótima (AROUCA, 2007).....	44
Figura 3.10: Espectro de emissão do Amerício (AROUCA, 2007).....	45
Figura 3.11: Representação dos feixes de raios gama em um meio físico (AROUCA, 2007).....	47
Figura 3.12: Distribuição de tamanho das partículas de carbonato de cálcio utilizado na validação da metodologia proposta.....	51
Figura 3.13: Ilustração da obtenção dos dados das curvas de equiconcentrações.....	54
Figura 3.14: Ilustração do monitoramento da interface descendente em um teste de sedimentação em batelada (MOREIRA, 2014).....	55
Figura 4.1: Resposta reológica para a aplicação de um taxa de deformação constante ao longo do tempo.....	58
Figura 4.2: Curva de viscosidade para o fluido Br-Mul.....	60
Figura 4.3: Tensão cisalhante em função da taxa de deformação para o modelo de Power-law ajustando os pontos experimentais.....	61
Figura 4.4: Curva crescente e decrescente para a tensão cisalhante em função da taxa de deformação.....	62
Figura 4.5: Curva de calibração para o carbonato de cálcio pela metodologia da literatura.....	65
Figura 4.6: Curva de calibração para o carbonato de cálcio utilizando metodologia proposta.....	65
Figura 4.7: Curva de calibração para o fluido Br-Mul.....	66

Figura 4.8: Monitoramento da variação da concentração de sólidos no fluido Br-Mul adensado com barita como função do tempo e ao longo do recipiente de testes.....	67
Figura 4.9: Monitoramento da variação da concentração de sólidos no fluido Br-Mul adensado com barita ao longo do tempo de comportamento I e II.....	68
Figura 4.10: Ilustrações das regiões apresentadas por KYNCH (1952) presentes na sedimentação no Br-Mul.....	70
Figura 4.11: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=0,5$ cm acima da base.....	70
Figura 4.12: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=1$ cm acima da base.....	71
Figura 4.13: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=2$ cm acima da base.....	71
Figura 4.14: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=3$ cm acima da base.....	72
Figura 4.15: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=4$ cm acima da base.....	72
Figura 4.16: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=6$ cm acima da base.....	73
Figura 4.17: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=8$ cm acima da base.....	73
Figura 4.18: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=12$ cm acima da base.....	74
Figura 4.19: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição $z=16$ cm acima da base.....	74
Figura 4.20: Monitoramento da variação da concentração de sólidos do fluido Br-Mul ao longo do tempo para as posições próximas ao topo do fluido.....	75
Figura 4.21: Exemplificação do monitoramento na posição $z=18$ cm. (adaptado de DAMASCENO, 1992).....	76
Figura 4.22: Fotografia do experimento ao final da sedimentação do Br-Mul.....	77
Figura 4.23: Curvas de equiconcentrações para as curvas de comportamento I e II.....	78
Figura 4.24: Curvas de equiconcentrações para as posições $z= 18$ e $20$ cm.....	79

Figura 4.25: Curvas de equiconcentrações .....	80
Figura 4.26: Passagem da interface superior descendente em função do tempo no fluido Br-Mul.....	80
Figura 4.27: Pressão nos sólidos como função da concentração.....	83
Figura A.1: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de $1000 \text{ s}^{-1}$ ao longo do tempo.....	91
Figura A.2: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de $800 \text{ s}^{-1}$ ao longo do tempo.....	91
Figura A.3: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de $600 \text{ s}^{-1}$ ao longo do tempo.....	92
Figura A.4: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de $400 \text{ s}^{-1}$ ao longo do tempo.....	92
Figura A.5: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de $200 \text{ s}^{-1}$ ao longo do tempo.....	93

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Preparo da solução de carboximetilcelulose 0,6% m/m.....	50
Tabela 3.2: Diâmetros volumétricos das partículas.....	52
Tabela 3.3: Parâmetros e coeficiente de correlação para o ajuste RRB.....	52
Tabela 4.1: Coeficiente de correlação linear para os modelos de Power-law, Carreau e Ellis.....	60
Tabela 4.2: Parâmetros do modelo Power-law.....	61
Tabela 4.3: Teores mássicos do fluido Br-Mul .....	63
Tabela 4.4: Parâmetros para a determinação do tempo de resolução do sistema.....	64
Tabela 4.5: Parâmetro e coeficiente de correlação para os ajustes da distribuição de concentração do sedimento.....	82
Tabela 4.6 - Parâmetros do modelo de AROUCA (2007).....	83

## LISTA DE SÍMBOLOS

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

$a$  – parâmetro do modelo de AROUCA (2007) para pressão nos sólidos [ $M^{-1}L^{-1}T^{-2}$ ]

$b$  – parâmetro do modelo de AROUCA (2007) para pressão nos sólidos [-]

$D$  – diâmetro da partícula [L]

$D'$  – parâmetro do ajuste Rosin-Rammler-Bennet [L]

$D_{0,1}$  – diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 10% da distribuição cumulativa [L]

$D_{0,5}$  – diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 50% da distribuição cumulativa [L]

$D_{0,9}$  – diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 90% da distribuição cumulativa [L]

$D_{3,2}$  – diâmetro médio de Sauter [L]

$g$  – gravidade [ $LT^{-2}$ ]

$i_0$  - contagem de pulsos sem meio atenuante [ $T^{-1}$ ]

$i_{AB}$  - contagem de pulsos que atravessam as placas de acrílico A e B juntas [ $T^{-1}$ ]

$i_A$  - contagem de pulsos que atravessam a placa de acrílico A [ $T^{-1}$ ]

$i_B$  - contagem de pulsos que atravessam a placa de acrílico B [ $T^{-1}$ ]

$I$  – intensidade do feixe de radiação após a passagem pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]

$I_0$  – intensidade do feixe de radiação antes da passagem pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]

$I_{BG}$  - contagem de pulsos com a fonte de radiação selada [ $T^{-1}$ ]

$I_{AB}$  - valor real de pulsos que atravessam as placas de acrílico A e B juntas [ $T^{-1}$ ]

$I_A$  - valor real de pulsos que atravessam a placa A [ $T^{-1}$ ]

$I_B$  - valor real de pulso que atravessam a placa B [ $T^{-1}$ ]

$k$  – permeabilidade [ $L^2$ ]

$k'$  – parâmetro do ajuste Rosin-Rammler-Bennet [-]

$m$  - índice de consistência [ $MLT^{-2+n}$ ]

$n$  - índice de comportamento do fluido [-]

$\eta$  - viscosidade aparente [ $ML^{-1}T^{-1}$ ]

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

$r$  – coeficiente de correlação [-]

$R_0$  – contagem corrigida do número de pulsos de radiação que passam pela proveta sem concentração de sólidos [ $T^{-1}$ ]

$R_i$  – contagem corrigida do número de pulsos para solução homogeneizada [ $T^{-1}$ ]

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

$s$  - segundos [T]

$t_{ss}$  - tempo necessário para o fluido entrar em regime permanente [T]

$\tau$  - tempo de resolução do sistema de detecção [T]

$\tau_0$  – tensão limite de escoamento para fluido viscoplásticos [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$\tau_{yx}$  - tensão cisalhante [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$\tau_{1/2}$  – parâmetro do modelo de Ellis referente ao valor da tensão cisalhante quando a viscosidade aparente for a metade do valor da viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) [ $ML^{-1}T^{-2}$ ]

$y$  – espessura do meio físico [L]

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

$\dot{\gamma}_{yx}$  - taxa de deformação [ $T^{-1}$ ]

$\mu$  - viscosidade absoluta [ $ML^{-1}T^{-1}$ ]

$\mu_0$  - viscosidade de deformação zero [ $ML^{-1}T^{-1}$ ]

$\mu_\infty$  - viscosidade de deformação infinita [ $ML^{-1}T^{-1}$ ]

$\lambda$  - parâmetro do modelo de Carreau que representa um tempo característico [T]

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

$q_s$  - velocidade superficial do fluido [ $LT^{-1}$ ]

$z$  – posição [L]

$v_{s0}$  - velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante [ $LT^{-1}$ ]

$v_s$  - velocidade intersticial da partícula [ $LT^{-1}$ ]

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

$v_x$  - velocidade no eixo das abscissas [ $LT^{-1}$ ]

$\varepsilon_f$  - porosidade [-]

$\varepsilon_{s0}$  - concentração inicial da lama [-]

$\varepsilon_{su}$  - concentração de retirada da lama [-]

$\rho$  - densidade [ $ML^{-3}$ ]

$\rho_f$  - densidade do fluido [ $ML^{-3}$ ]

$\rho_s$  - densidade dos sólidos [ $ML^{-3}$ ]

$\beta$  - parâmetro do modelo de Lambert [-]

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

## RESUMO

O comportamento de sedimentos em fluidos não-newtonianos tem sido objeto de interesse em diversas operações industriais, como é o caso dos processos de exploração de petróleo e gás natural. Quando poços de petróleo não estão em operação, ocorre o processo de separação gravitacional sólido-líquido e, apesar da grande relevância que esse tema possui e do surgimento de novas legislações que exijam uma descrição sobre o real estado desses poços depois de algum tempo, verifica-se que ainda são encontradas poucas informações na literatura acerca do tema. Nesse contexto, o objetivo principal deste trabalho foi obter dados acerca da estabilidade fluidodinâmica do fluido de perfuração de poços de petróleo Br-Mul durante um ano de experimento. De acordo com a empresa que disponibilizou o fluido, ele foi planejado para que não sedimentasse e apresentasse como característica a pseudoplasticidade com dependência do tempo. No entanto, ao deixar o fluido em repouso durante algum tempo, verifica-se o início do processo de separação. Portanto, foi estudada a dinâmica de separação de um conjunto de partículas micrométricas pertencentes ao próprio fluido quando em processo de sedimentação. O monitoramento da concentração volumétrica de sólidos para diferentes posições do recipiente de testes ao longo do tempo, durante o fenômeno da sedimentação, foi realizado por meio de uma técnica que é considerada um diferencial nos laboratórios que estudam os processos de separação: a Técnica de Atenuação de Raios Gama. Tal técnica permitiu o monitoramento da concentração volumétrica de partículas sem a necessidade de retirar amostras do fluido. Durante o experimento de sedimentação, pôde-se verificar a formação da região ausente de partículas, observada por diversos pesquisadores da área. Testes em laboratório também avaliaram a reologia do fluido e permitiram observar o comportamento pseudoplástico esperado para o mesmo. Neste trabalho também foi calculada a velocidade de sedimentação das partículas pertencentes ao fluido e a permeabilidade do meio poroso, além de poder propor uma equação constitutiva para pressão nos sólidos. Desta forma, foi possível contribuir para o entendimento das condições presentes nos poços de petróleo que estão preenchidos com essa suspensão.

Palavras-chave: sedimentação, estabilidade, atenuação de raios gama, Br-Mul.

## ABSTRACT

Non-newtonian fluids sediments have been subject in various industrial operations, such as the prospecting process of petroleum and natural gas. When oil wells are not in operation, the gravitational separation between solid and liquid occurs and despite the great relevance there are few information about this subject and that new legislation requires to evaluate the true state of these wells after some time, it is noted that there is little information about the subject in the technical literature. In this context, the main objective of this work was to experimentally obtain information about fluid dynamics stability of the oil well drilling fluid Br-Mul for a period of one year. According to the company that provided the fluid, it is designed to not to settle down and present pseudoplasticity with time dependence. However, when leaving the fluid stand for some period it is noted the separation process. Therefore, it was studied the dynamic separation of a set of micrometer particles belonging to the fluid itself. Monitoring the volumetric solids concentration for different positions of the test vessel over time during the sedimentation phenomenon was conducted by a technique which is considered a differential in laboratories studying the separation processes: Attenuation Technique of Gamma Ray. This technique allows the volumetric solids concentration monitoration without removing fluid samples. During the sedimentation test, it was possible to verify the formation of the region without particle, observed by many researchers. Tests in the laboratory also evaluate the rheology of the fluid and allowed to observe the pseudoplastic behavior expected for it. In this work was also calculated the sedimentation velocity of fluid particles, porous medium permeability and, it is proposed a constitutive equation for solids pressure. In this way, it was possible to contribute to the understanding of the present conditions in the oil wells that are filled with this suspension.

Keywords: sedimentation, stability, attenuation of gamma rays, Br-Mul.

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

Segundo Thomas (2001), a exploração comercial do petróleo foi iniciada em 1859 nos Estados Unidos em um poço de aproximadamente 21 metros de profundidade perfurado com um sistema de percussão movido a vapor e produzia 2 m<sup>3</sup>/dia de óleo (12,58 barris por dia). A partir desta exploração descobriu-se que a destilação do petróleo resultava em produtos que substituíam o querosene e o óleo de baleia, além de apresentar uma grande margem de lucro.

No Brasil, a Petrobrás S.A. tem como meta de produção explorar 4,2 milhões de barris por dia de óleo e LGN (líquido de gás natural) em 2020 (Figura 1.1), segundo dados apresentados pela própria empresa.

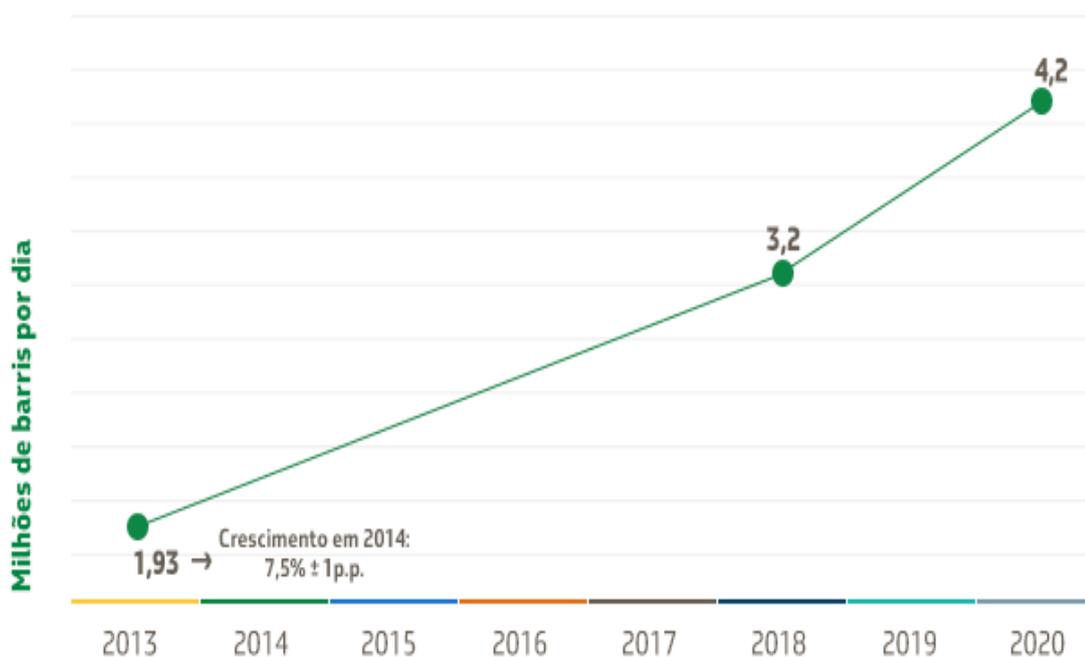


Figura 1.1: Metas de produção de óleo e LGN da empresa Petrobras S.A.(PETROBRAS, 2014).

Em decorrência desse planejamento, a empresa tem concentrado investimentos nas áreas de infraestrutura e suporte, produção e exploração. (Figura 1.2).

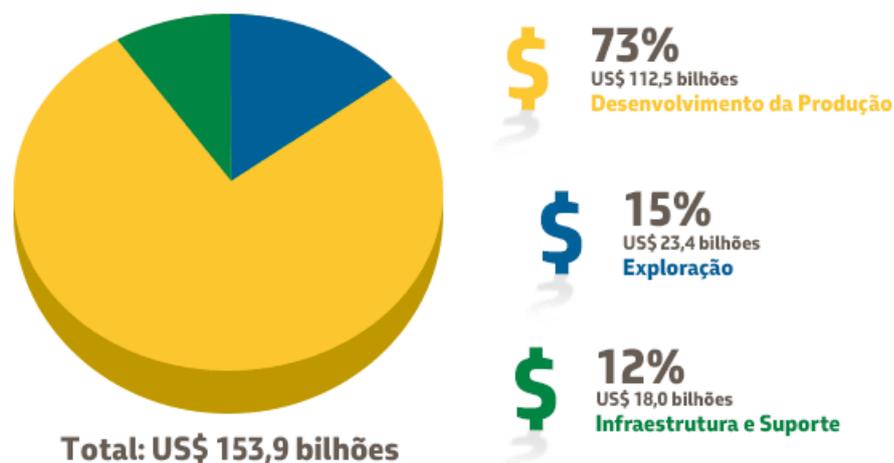


Figura 1.2: Áreas de investimentos previstos da empresa Petrobras S.A. para o período de 2014 a 2018 (PETROBRAS, 2014).

Uma forma de investimento em exploração é por meio da melhoria do fluido utilizado durante a prospecção do poço de petróleo e gás natural. Essa melhoria reflete positivamente na perfuração dos poços, uma vez que, segundo Thomas (2001) e Caenn *et al.* (2011), o fluido de perfuração possui funções de:

- transportar eficientemente até a superfície os cascalhos gerados durante a perfuração do poço;
- exercer pressão hidrostática sobre as formações, de modo a evitar o influxo de fluidos indesejáveis (*kick*) e estabilizar as paredes do poço;
- resfriar e lubrificar a coluna de perfuração e a broca;
- reduzir as fricções entre os equipamentos utilizados na perfuração e as paredes do poço;
- formar uma fina torta de filtrado com baixa permeabilidade; e
- manter os sólidos em suspensão durante as paradas de circulação do fluido.

A retirada dos cascalhos gerados é realizada por meio do bombeio do fluido pela coluna de perfuração. O fluido retorna à superfície pelo espaço anular presente entre a coluna de perfuração e o poço perfurado (Economides *et al.*, 1998). A Figura 1.3 apresenta um esquema do escoamento do fluido dentro do poço de petróleo.

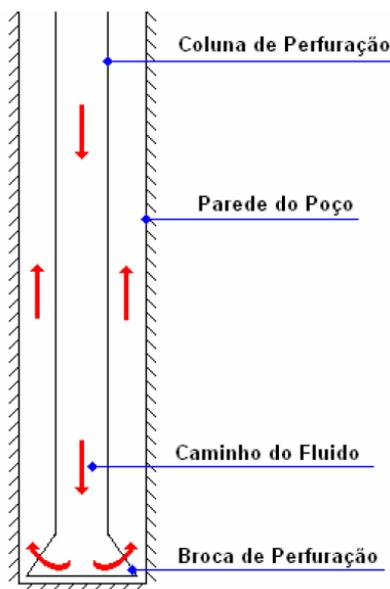


Figura 1.3: Ilustração de um poço sendo perfurado (Economides *et al.*, 1998).

Quando ocorrem paradas operacionais preventivas ou corretivas, o perfil de concentração de sólidos no fluido de perfuração apresenta mudanças devido à sedimentação de partículas, e pode causar riscos (Gandelman *et al.*, 2008).

Assim, a indústria do petróleo tem buscado formas de reduzir a quantidade de paradas operacionais durante a perfuração de um poço, além de melhorar o fluido utilizado. Pensando nisso, a empresa Petrobrás S.A. desenvolveu um fluido conhecido como Br-Mul para utilizar na perfuração de poços de petróleo e gás. Tal fluido foi desenvolvido para sustentar as partículas em suspensão enquanto o fluxo de fluido está cessado, no entanto, sabe-se que ao deixar o fluido em repouso por um período longo, percebe-se que o processo de separação inicia-se.

Nesse contexto, o enfoque principal desta dissertação foi verificar as propriedades reológicas do fluido utilizado na perfuração de poços de petróleo Br-Mul e também avançar no entendimento do comportamento das partículas suspensas que constituem o fluido quando deixado em repouso; especificamente durante o processo de sedimentação gravitacional de partículas micrométricas pertencentes ao próprio Br-Mul. A técnica utilizada (TARG) é uma técnica atualmente presente em poucos laboratórios no Brasil, sendo um deles o Laboratório de Radioisótopos da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. Tal técnica mostrou-se eficaz no monitoramento das distribuições de concentrações volumétricas de partículas em outros trabalhos já publicados (Damasceno

(1992), Arouca (2003), Arouca (2007), Moreira (2014, dentre outros)) e foi utilizada pela primeira vez no monitoramento do fluido Br-Mul. A partir dos resultados obtidos por meio dos experimentos foram determinadas a velocidade de sedimentação das partículas do fluido, a permeabilidade do meio poroso e uma equação constitutiva para pressão nos sólidos.

Ao finalizar este trabalho, acreditou-se que tenha sido dada uma contribuição, sob o ponto de vista experimental, para o monitoramento da estabilidade do fluido de perfuração de poço de petróleo Br-Mul. Desta forma, a indústria do petróleo possui mais informações a cerca deste fluido e, em um futuro breve, poderá melhor modelar e simular o real estado de poços que não estão em operação e, assim, atender a uma legislação que exige o conhecimento real do estado de poços de petróleo que se encontram nesse estado há alguns anos.

Este trabalho está dividido em cinco capítulos, como mostrado a seguir, com seus respectivos conteúdos, de forma resumida. No capítulo 1 foi apresentado o problema a ser estudado, as justificativas e os objetivos. No Capítulo 2 está apresentada uma revisão bibliográfica sobre reologia de fluidos e também sobre os trabalhos considerados mais relevantes na área da sedimentação. O Capítulo 3 descreve os procedimentos adotados para a realização dos ensaios experimentais, bem como o material utilizado e os equipamentos. No Capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados experimentais obtidos nesta dissertação. No capítulo 5 são informadas as principais conclusões obtidas, assim como, algumas sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentados conceitos e referências representativas de trabalhos anteriormente publicados que contribuíram para o estudo das propriedades reológicas e para o estudo da separação de materiais particulados sedimentando, especialmente em fluidos não-newtonianos.

#### 2.1. Reologia de um fluido

Machado (2002) apresenta que a relação entre a tensão cisalhante e a taxa de cisalhamento define, de certo modo, o comportamento reológico de um fluido. Para o autor, de modo abrangente, os fluidos são classificados em newtoniano e não-newtoniano (Figura 2.1).

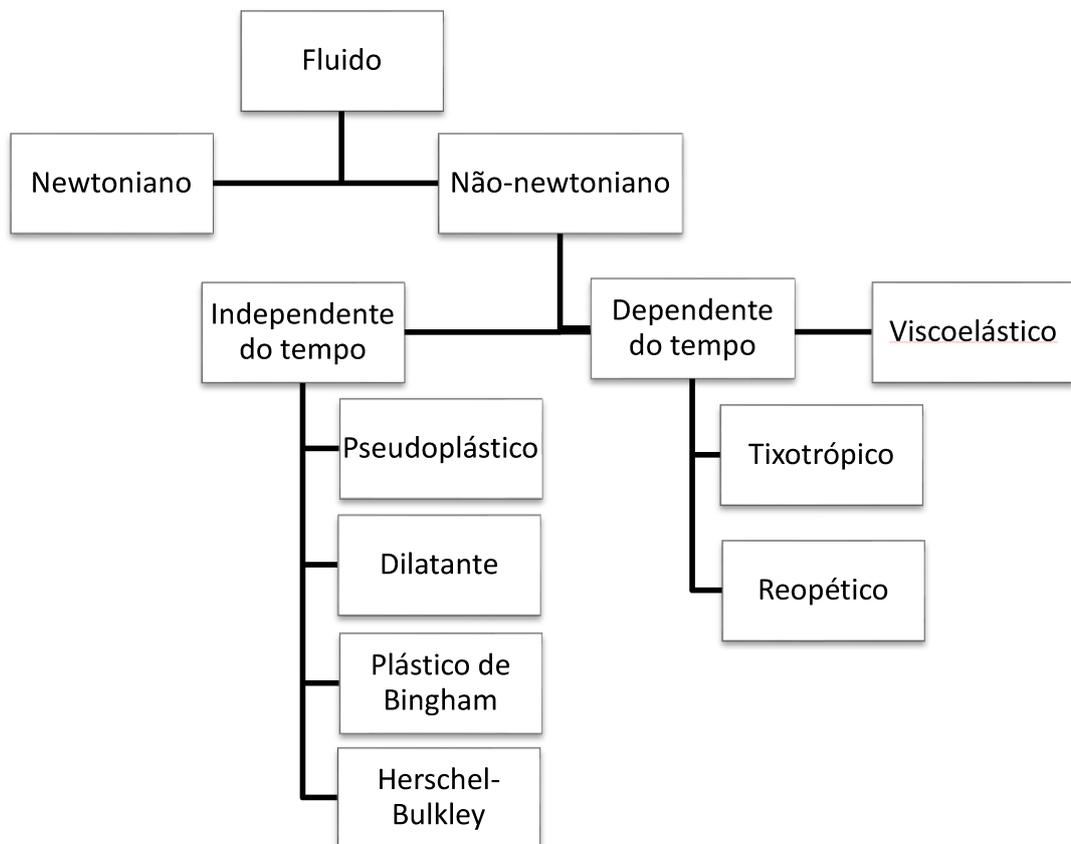


Figura 2.1: Classificação reológica de um fluido.

### 2.1.1. Fluido newtoniano

Para um fluido newtoniano, Chhabra e Richardson (2008) apresentam que a tensão de cisalhamento ( $\tau_{yx}$ ) é igual ao produto da taxa de deformação ( $\dot{\gamma}_{yx}$ ) e da viscosidade do fluido ( $\mu$ ). Nesta situação, pode-se demonstrar que a taxa de deformação também pode ser estabelecida pela razão entre o diferencial da velocidade ( $dv_x$ ) e o diferencial da espessura de um fluido ( $dy$ ) existente entre duas placas de mesma área que possui uma força  $F$  aplicada na placa superior, como ilustrado na Figura 2.2.

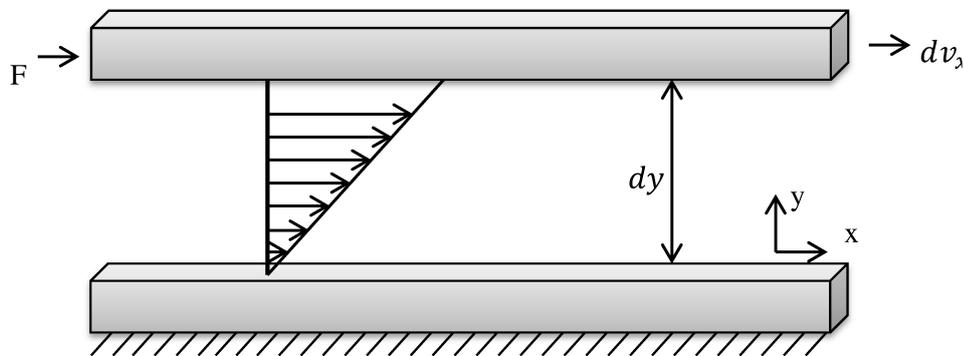


Figura 2.2: Representação de escoamento unidimensional (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

Matematicamente, os fluidos newtonianos são definidos pela Equação 2.1:

$$\tau_{yx} = \mu \dot{\gamma}_{yx} = \mu \frac{dv_x}{dy} \quad (2.1)$$

que é conhecida como equação de Newton, onde  $\mu$ , definida por viscosidade absoluta, é constante (Machado, 2002).

Chhabra e Richardson (2008) também mencionaram que a viscosidade de um fluido newtoniano é uma propriedade que independe da magnitude da taxa e da tensão cisalhante e pode ser afetada somente pela temperatura e pressão. Assim, ao representar a curva de escoamento, também conhecida como reograma, ou mesmo como gráfico da tensão cisalhante *versus* a taxa de cisalhamento para um fluido newtoniano e fixado a temperatura e a pressão, tem-se uma reta inclinada que passa pela origem com inclinação  $\mu$ . Já Machado (2002), além de apresentar a curva de escoamento, também apresentou a curva de viscosidade, conforme

Figura 2.3. Para o fluido newtoniano, a curva de viscosidade é caracterizada por uma reta paralela ao eixo das taxas de cisalhamento.

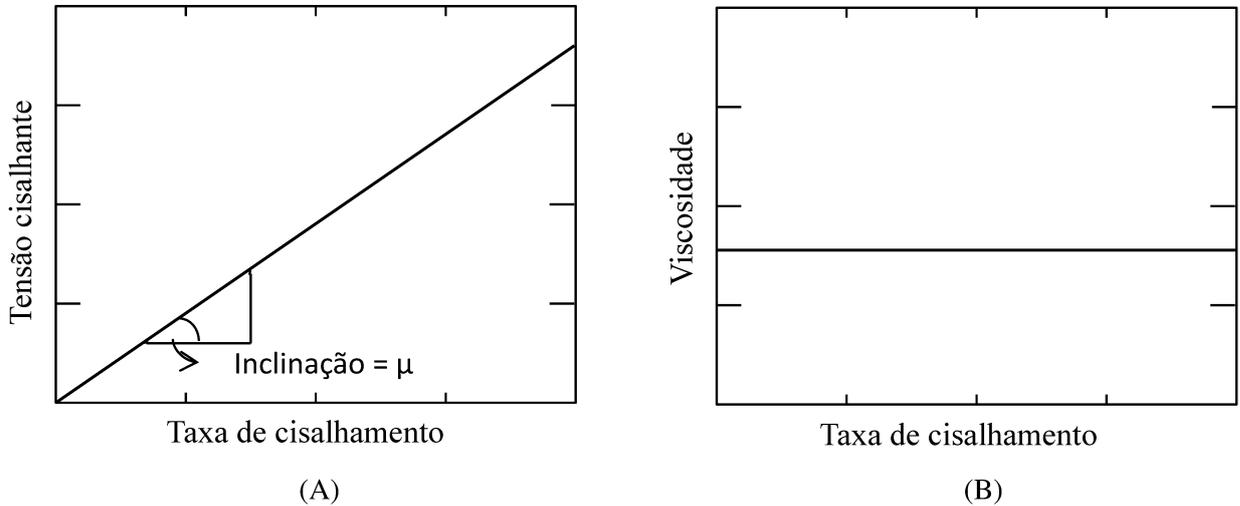


Figura 2.3: Representação gráfica de (A) uma curva de escoamento para fluido newtoniano (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008) e (B) uma curva de viscosidade também de um fluido newtoniano (adaptado de MACHADO, 2002).

### 2.1.2. Fluido não-newtoniano

Todo fluido cuja relação entre tensão cisalhante e a taxa de cisalhamento não for constante, podendo ou não passar pela origem, ou mesmo, os que apresentam tendência linear e a curva de escoamento, necessariamente, não passa pela origem são chamados de fluidos não-newtonianos, considerando ainda temperatura e pressão constantes. A viscosidade destes tipos de fluidos só são válidas para uma determinada taxa de cisalhamento. Assim, os fluidos não-newtonianos são definidos pela Equação 2.2:

$$\tau_{yx} = \eta \dot{\gamma}_{yx} \quad (2.2)$$

onde  $\eta$  é a viscosidade aparente. Sendo ela uma função da temperatura, pressão, taxa de cisalhamento e tempo.

De acordo com Chhabra e Richardson (2008), os fluidos não-newtonianos podem ser agrupados em três diferentes grupos:

- Fluidos independentes do tempo - esses fluidos possuem a viscosidade aparente

independente da duração da aplicação da taxa de deformação, eles também são conhecidos como puramente viscosos, inelásticos ou também como fluidos newtonianos generalizados (GNF);

- Fluidos dependentes do tempo - eles possuem a relação entre tensão e taxa de cisalhamento dependente da duração do cisalhamento e do histórico cinemático deles; e
- Fluidos viscoelásticos - esses fluidos exibem características tanto de fluidos ideais e de sólidos elásticos e apresentam parcial recuperação elástica após deformação.

Chhabra e Richardson (2008) também afirmam que a maioria dos fluidos reais apresentam a combinação de dois ou até os três tipos de características não-newtonianas, no entanto, é possível identificar a característica dominante.

### 2.1.2.1. Fluidos independentes do tempo

A tensão cisalhante nesse tipo de fluido em qualquer ponto é determinada pelo valor corrente da taxa cisalhante daquele ponto. A figura 2.4 ilustra as curvas de escoamento para os fluidos independentes do tempo e para o fluido newtoniano.

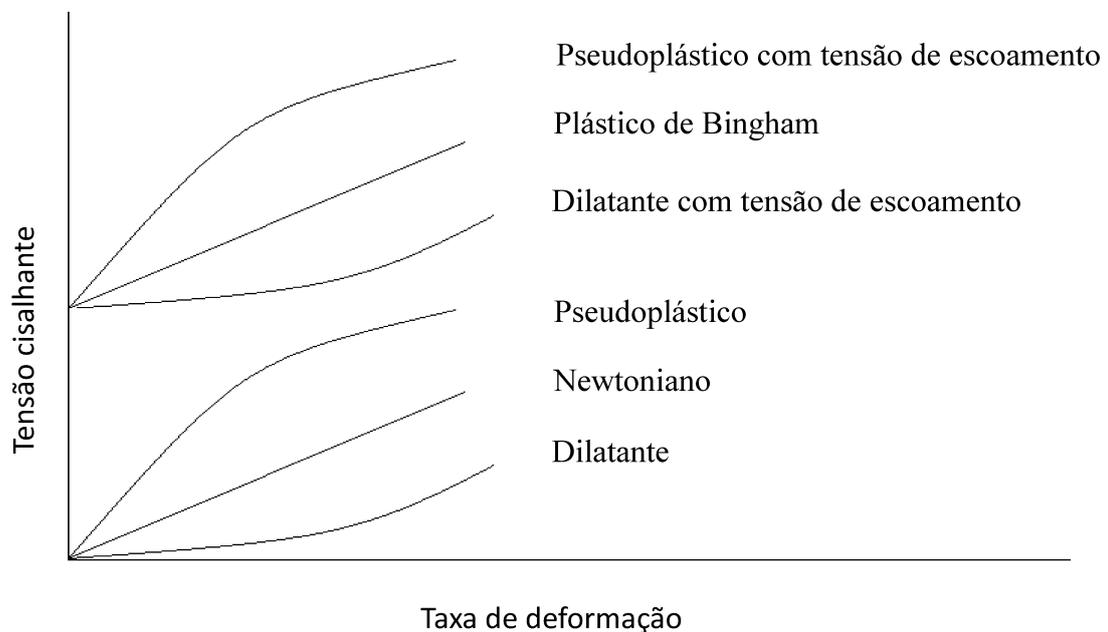


Figura 2.4: Representação gráfica das curvas de escoamento para os fluidos independentes do tempo mais conhecidos e para o fluido newtoniano (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

Dependendo da forma gráfica de tensão cisalhante em função da taxa de deformação de cada fluido independente do tempo, eles são subdivididos em quatro grupos (CHHABRA e RICHARSON, 2008):

- a) fluidos pseudoplásticos
- b) fluidos dilatantes
- c) fluidos plástico de Bingham
- d) fluidos Herschel-Bulkey

#### 2.1.2.1.1. Fluidos pseudoplásticos

De acordo com os autores Chhabra e Richardson (2008), o fluido de comportamento independente do tempo mais observado é o pseudoplástico. Ele é caracterizado pelo decaimento da viscosidade aparente com o aumento da taxa de cisalhamento. A maioria dos fluidos pseudoplásticos formados por soluções poliméricas exibem comportamento newtoniano quando estão submetidos a uma taxa de cisalhamento muito baixa ou muito alta. Nessas situações, os valores para as viscosidades aparentes são conhecidas como viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) para baixas deformações e viscosidade de deformação infinita ( $\mu_\infty$ ) para elevadas taxas de deformações (Figura 2.5).

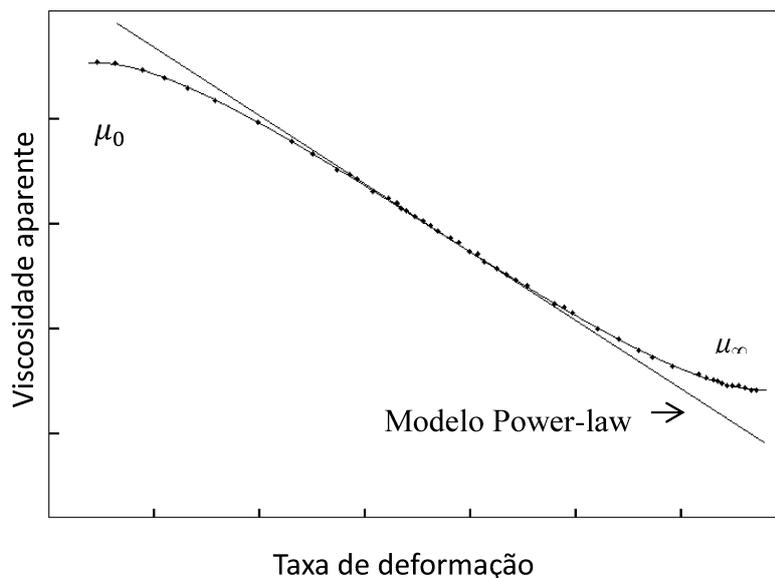


Figura 2.5: Representação logarítmica da variação da viscosidade aparente para uma solução polimérica (adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

#### **2.1.2.1.2. Fluidos dilatantes**

Fluidos dilatantes, assim como os pseudoplásticos, apresentam tendência não linear e passam pela origem do gráfico tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação, no entanto, a viscosidade aparente de um fluido dilatante aumenta com o aumento da taxa cisalhante (CHHABRA E RICHARSON, 2008).

#### **2.1.2.1.3. Fluidos plásticos de Bingham e Herschel-Bulkey**

Os fluidos plásticos de Bingham e os de Herschel-Bulkey são caracterizados pela existência da tensão limite de escoamento  $\tau_0$ . Segundo Chhabra e Richardson (2008), essa tensão deve ser ultrapassada para que o fluido comece a deformar. Uma vez que o valor da tensão de escoamento é excedido, o fluido pode escoar de forma linear (plásticos de Bingham) ou não-linear (Herschel-Bulkey). Assim, as curvas de escoamento desses fluidos nunca vão passar pela origem.

Ainda de acordo com Chhabra e Richardson (2008), uma forma de explicar o comportamento desses fluidos seria pela existência de estruturas tridimensionais suficientemente rígidas para resistir a qualquer tensão menor do que  $\tau_0$ , no entanto, essas estruturas são quebradas quando a tensão de cisalhamento apresenta valor maior do que a tensão limite de escoamento, sendo assim, o fluido começa a escoar.

#### **2.1.2.1.4. Modelos matemáticos**

Muitas expressões matemáticas de diferentes complexidades e formas têm sido propostas na literatura para modelar as características dos fluidos não-newtonianos. Nesta dissertação serão apresentados os modelos matemáticos mais usados.

##### **a) Modelo Power-law ou de Ostwald de Waele**

O modelo Power-law (leis de potências) ou de Ostwald de Waele apresenta a mais simples representação do comportamento pseudoplástico e dilatante, e é definido pela seguinte expressão:

$$\tau_{yx} = m (\dot{\gamma}_{yx})^n \quad (2.3)$$

cuja viscosidade aparente é dada por:

$$\eta = \frac{\tau_{yx}}{\dot{\gamma}_{yx}} = m (\dot{\gamma}_{yx})^{n-1} \quad (2.4)$$

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

Conforme o valor do índice de comportamento  $n$ , o fluido exibe propriedades diferentes. Quando  $n < 1$ , o fluido exibe propriedades pseudoplásticas,  $n = 1$  o fluido apresenta comportamento newtoniano e quando  $n > 1$ , o comportamento é dilatante.

O modelo Power-law possui a limitação de não utilizar dados sobre a viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) e a viscosidade de deformação infinita ( $\mu_\infty$ ). Quando grandes desvios devido às viscosidades de deformações são encontrados, indica-se a utilização de outros modelos matemáticos, como o modelo de Ellis, o modelo de Carreau (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

#### b) Modelo de Ellis

O modelo de Ellis, devido aos três parâmetros, é indicado para ser utilizado no lugar do modelo Power-law para melhor ajustar o comportamento reológico de fluidos em condições de baixas taxas de cisalhamento. Esse modelo é dado por:

$$\eta = \frac{\mu_0}{1 + \left(\frac{\tau_{yx}}{\tau_{1/2}}\right)^{\alpha-1}} \quad (2.5)$$

em que  $\mu_0$  é a viscosidade aparente de deformação zero e as constantes  $\alpha$  e  $\tau_{1/2}$  são parâmetros ajustáveis. O índice  $\alpha$  representa a medida do grau pseudoplástico e o  $\tau_{1/2}$  representa o valor da tensão cisalhante quando a viscosidade aparente do fluido for metade do valor da viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

De acordo com Sochi (2010), o índice  $\alpha$  é dado por:

$$\alpha = \frac{1}{n} \quad (2.6)$$

em que  $n$  é o índice de comportamento do fluido apresentado no modelo Power-law.

c) Modelo de Carreau

O modelo de Carreau apresenta quatro parâmetros reológicos que possibilitam ajustar mais adequadamente as regiões de baixas e altas deformações ( $\mu_0$  e  $\mu_\infty$ , respectivamente). Esse modelo é dado pela relação:

$$\eta = \mu_\infty + \frac{\mu_0 - \mu_\infty}{\left[1 + (\dot{\gamma}_{yx}\lambda)^2\right]^{\frac{1-n}{2}}} \quad (2.7)$$

onde  $\lambda$  e  $n$  são parâmetros de ajuste. Sendo que  $\lambda$  indica o tempo característico e  $n$  é o índice de comportamento do fluido (SOCHI, 2010).

d) Modelo de Herschel - Bulkey

O modelo reológico Herschel-Bulkley é caracterizado por ser um modelo simples que utiliza três parâmetros ( $\tau_0$ ,  $m$  e  $n$ ). Esse modelo é dado por:

$$\tau_{yx} = \tau_0 + m\dot{\gamma}_{yx}^n \quad (2.8)$$

em que  $\tau_0$  representa a tensão de escoamento necessária para que o fluido inicie o escoamento,  $m$  é o índice de consistência e  $n$  é o índice de comportamento do fluido.

### 2.1.2.2. Fluidos dependentes do tempo

Na prática, a viscosidade aparente pode depender não somente da taxa, mas também

da duração do cisalhamento.

Segundo Chhabra e Richardson (2008), quando alguns fluidos são sujeitos durante algum tempo a um cisalhamento constante, nota-se que a viscosidade aparente gradualmente começa a cair como se a estrutura interna do material fosse progressivamente quebrada. Ao mesmo tempo, a taxa de reestruturação das ligações aumenta e, assim, após certo tempo alcança-se um estado de equilíbrio dinâmico entre quebra e formação de ligações estruturais e, como consequência, a viscosidade aparente do fluido torna-se constante após determinado tempo.

De acordo com Machado (2002), os fluidos dependentes do tempo podem ser classificados em:

- a) tixotrópicos
- b) reopéticos

#### 2.1.2.2.1. Fluidos tixotrópicos

Um fluido é considerado tixotrópico quando ao aplicar uma taxa de cisalhamento constante, a viscosidade aparente ou a tensão cisalhante diminui com o tempo, como pode ser visto na Figura 2.6 (CHHABRA e RICHARDSON, 2008 e MACHADO, 2002).

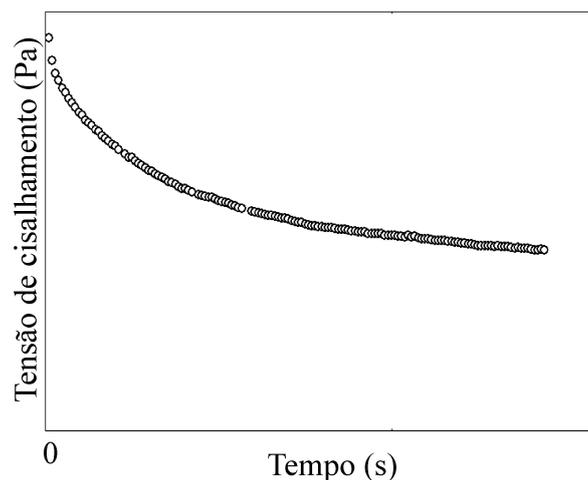


Figura 2.6: Representação gráfica do comportamento tixotrópico para uma taxa de deformação constante.

Nota-se também o comportamento tixotrópico ao realizar um experimento aumentando gradualmente a taxa de cisalhamento de zero até um valor máximo e depois,

diminuindo a taxa, até novamente, ao valor zero. Tal experimento permite observar que as curvas de escoamento não se sobrepõem. Esse fenômeno é conhecido por histerese, ilustrado na Figura 2.7. (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

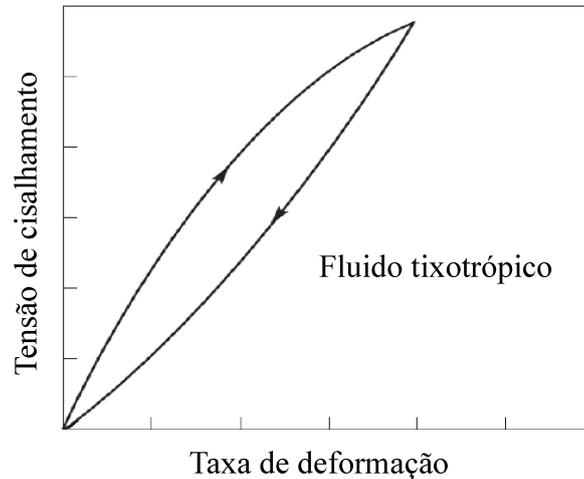


Figura 2.7: Ilustração do comportamento tixotrópico.

#### 2.1.2.2.2. Fluidos reopéticos

Fluidos são reopéticos ou tixotrópicos negativos quando a tensão cisalhante ou a viscosidade aparente aumenta com o tempo, mantendo-se a mesma taxa de deformação (MACHADO, 2002).

A formação de histerese também é observada nesse caso, no entanto, a curva referente ao acréscimo da taxa cisalhante apresenta valores de tensão cisalhante menores do que os valores referentes à diminuição da taxa de cisalhamento (Figura 2.8).

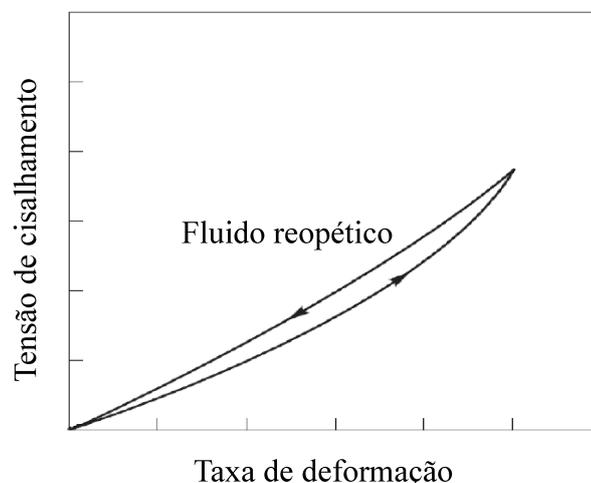


Figura 2.8: Ilustração do comportamento reopético.

Machado (2002) afirma que algumas interpretações equivocadas podem surgir

durante a análise do comportamento tixotrópico dos fluidos, pois o aumento da viscosidade com o tempo de duração do cisalhamento pode acontecer devido a outros fenômenos, físicos e químicos, tais como perda de solvente por evaporação ou cristalização. Nesses casos, não se observa reversibilidade no comportamento do líquido, o que descaracteriza o comportamento como reopético, pois a histerese das curvas do fluxo de vários ciclos não são idênticas.

### **2.1.2.3. Fluidos viscoelásticos**

Sochi (2010) apresenta que viscoelasticidade é dividida em duas categorias: linear e não-linear. Viscoelasticidade linear é o campo da reologia que estuda a viscoelasticidade de materiais sob a aplicação de uma deformação muito baixa, assim o fluido apresenta relação linear entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação. Em princípio a deformação tem que ser suficientemente pequena para que a estrutura do material não seja perturbada. Já a viscoelasticidade não-linear é o campo da reologia que estuda a viscoelasticidade de materiais sob a alta taxa de cisalhamento.

Para Sochi, embora ainda não exista nenhuma teoria que descreva adequadamente o comportamento viscoelástico, muitos modelos estão sendo propostos e em todos eles nota-se a presença de parâmetros relacionados com o tempo.

### **2.1.2.4. Propriedades reológicas de um fluido de perfuração**

Os fluidos de perfuração apresentam várias propriedades físico-químicas que devem ser levadas em consideração durante a aplicação, dentre elas podemos destacar os parâmetros reológicos, que vão influenciar diretamente no cálculo das perdas de carga na tubulação e na velocidade de transporte dos cascalhos (LUCENA et al, 2012). Além do já mencionado, Machado (2002) diz que a definição dos parâmetros reológicos permite especificar e qualificar fluidos, materiais viscosificantes, petróleo e derivados.

Segundo o “*American Petroleum Institute - API*”, fluidos de perfuração são definidos como fluidos de circulação usados em perfurações rotativas para desenvolver funções requeridas durante a operação de perfuração de poços (LUMMUS e AZAR, 1986 apud AMORIM *et al.* 2006).

Durante a operação de poços de perfuração, é desejável manter o escoamento de fluido sem interrupção. Entretanto, períodos de parada são passíveis de acontecer e, devido a

isso, utiliza-se fluidos de perfuração que têm como característica formar gel quando não são submetidos a uma tensão de cisalhamento. Isto por que estes fluidos gelificados impedem a precipitação dos cascalhos formados pela perfuração, evitando que este material se acumule em cima da broca, situação essa que pode provocar avarias no equipamento (OLIVEIRA *et al.*, 2007).

Lucena *et al.* (2012) ao fazer referência a Souza Santos (2002) apresenta que os fluidos de perfuração devem ser tixotrópicos, pois evita a sedimentação dos detritos gerados durante a operação de perfuração, bem como em situações em que é necessário interromper a circulação do fluido. No entanto, o tamanho, forma e área da histerese dependem da duração do experimento, do valor máximo da taxa de cisalhamento e do histórico cinemático da amostra analisada.

Portanto, as propriedades reológicas de um fluido de perfuração de poços de petróleo mostram-se dependentes do tempo ou variam com a continuidade da deformação. (MACHADO, 2002).

Mendes (2013) apresentou diretrizes para a caracterização reológica de fluidos de perfuração. Nesse trabalho, o autor apresentou procedimentos que deveriam ser seguidos em testes reológicos a fim de obter resultados que poderiam ser comparados com os de outros laboratórios que também seguiram os mesmos procedimentos. Alguns deles estão mencionados no Capítulo 3 (MATERIAIS E MÉTODOS).

## **2.2. Sedimentação**

A sedimentação é uma das operações unitárias mais utilizadas na indústria química. Esta operação consiste na deposição de material sólido suspenso em um fluido devido à ação de uma força de campo (MOREIRA, 2014).

O estudo da sedimentação de partículas tem como ponto de partida, o trabalho de Stokes, 1851. O autor considerou o movimento lento de uma partícula isolada em um fluido e derivou sua famosa expressão para a força de arraste que atua sobre uma partícula esférica e rígida movimentando em um fluido com características isotrópicas e comportamento newtoniano. A partir da expressão proposta por Stokes, foi possível, por exemplo, estimar a velocidade terminal de partículas esféricas isoladas (MOREIRA, 2014).

Coe e Clevenger (1916) apud Comings (1940), Work e Kohler (1940), Arouca

(2007) e Moreira (2014) foram pioneiros no estudo de sedimentadores em batelada. Eles mostraram em seu trabalho que após homogeneizar a suspensão, a concentração de sólidos permanece constante por todo o recipiente de testes por um determinado tempo, e após esse tempo, aparecem na suspensão quatro distintas regiões. Nas posições superiores do recipiente de testes localiza-se o líquido clarificado, na qual a concentração de sólidos é próxima de zero. A região logo abaixo apresenta como característica a concentração de sólidos igual à concentração inicial. As duas regiões inferiores são a região de transição e a de compressão dos sedimentos. Esta última apresentava taxa de sedimentação decrescente com o tempo. Nela as partículas maiores alcançam a base do recipiente mais rapidamente e as partículas menores, após certo tempo, preenchem os interstícios vazios, aumentando a concentração de sedimento até a condição final de estabilidade. Segundo os autores, os resultados apresentados foram obtidos de uma amostra não uniforme em tamanho e, portanto, houve um assentamento diferencial.

Esses autores tiveram como objetivo propor uma equação que representasse a capacidade da sedimentação contínua por meio de resultados em testes de sedimentação em batelada. Em cada teste foi obtida a velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante. Assim sendo, a seguinte expressão foi desenvolvida para determinar a capacidade do sedimentador,

$$q_s = \frac{v_{s0}}{\frac{1}{\varepsilon_{s0}} - \frac{1}{\varepsilon_{su}}} \quad (2.9)$$

em que  $q_s$  é a velocidade superficial dos sólidos,  $v_{s0}$  representa a velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante,  $\varepsilon_{s0}$  é a concentração inicial de sólidos e  $\varepsilon_{su}$  é a concentração de retirada da lama.

Comings (1940) baseou seu trabalho na metodologia de Coe e Clevenger (1916). Os experimentos realizados pelo autor foram feitos com uma solução aquosa de carbonato de cálcio. Para o autor, a sedimentação é função tanto da altura do sedimento como também do tempo de queda das partículas. No entanto, quando é formado um sedimento incompressível, somente o tempo interfere neste fenômeno. Portanto, em seu trabalho, ele observou que a metodologia de Cloe e Clevenger (1916) somente poderia ser utilizada para obter resultados satisfatórios quando os sedimentos possuíam baixa compressibilidade.

Comings (1940) também notou que a região de transição não era muito bem definida e a região que tinha como característica taxa de sedimentação constante, na verdade apresentava uma pequena mudança na composição em relação à posição vertical, apresentando um ligeiro aumento da concentração com o tempo. Neste trabalho, o autor determinou a taxa de sedimentação por meio da linha de separação entre a região clarificada da parte na qual estava acontecendo a sedimentação do carbonato de cálcio. Esta taxa diminuía repentinamente quando a linha de separação coincidia com o topo do carbonato sedimentado.

Kynch (1952) foi um autor pioneiro na apresentação de uma teoria sobre a sedimentação e seu trabalho se tornou referência como base teórica para posteriores pesquisas. A teoria desenvolvida por Kynch é puramente cinemática e descreve a sedimentação gravitacional de partículas sólidas através de um líquido por meio do fenômeno de propagação de ondas. Nesta teoria, a concentração é determinada dependendo do tempo e da posição vertical no recipiente de testes. Para desenvolver o equacionamento do modelo, o autor utilizou as hipóteses:

- o fenômeno é unidimensional;
- a concentração aumenta com o tempo no sentido do fundo do recipiente de testes;
- a velocidade de sedimentação tende a zero quando a concentração tende ao seu valor máximo;
- a velocidade relativa entre sólidos e fluido na sedimentação é função da concentração local de sólidos;
- os efeitos de paredes são desprezíveis;
- é uma mistura incompressível formada por partículas pequenas, de mesmo tamanho, forma e densidade; e
- a concentração de partículas é constante para qualquer camada horizontal do recipiente de testes.

Na representação do fenômeno, o autor utilizou a equação da continuidade apenas para o componente sólido descrevendo o fenômeno verticalmente.

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} = \frac{\partial q_s}{\partial z} \quad (2.10)$$

em que a concentração de sólidos varia continuamente com o tempo assim como a velocidade superficial de sólidos varia com a posição ao longo do recipiente de testes.

Pela hipótese apresentada pelo autor de que a velocidade de sedimentação depende da concentração local de sólidos, conclui-se que:

$$q_s = \varepsilon_s v_s \quad (2.11)$$

onde  $v_s$  é a velocidade intersticial de sedimentação dos sólidos.

Segundo Kynch, a solução de seu modelo é a representação matemática de ondas de equiconcentrações que se deslocam em um movimento de ascensão surgindo no sentido da base ao topo do sedimento, como apresentada na Figura 2.9.

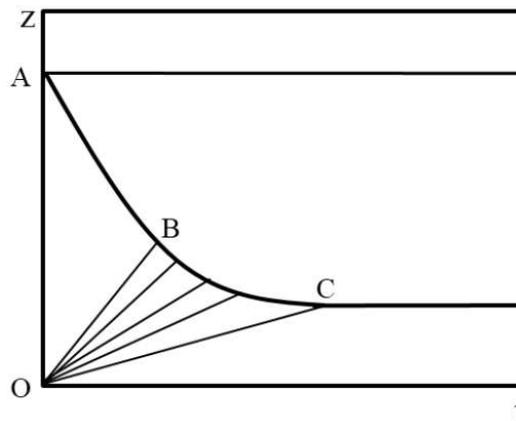


Figura 2.9: Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equiconcentrações conforme o modelo de Kynch (MOREIRA, 2014).

A Figura 2.9 apresenta que para tempos próximos de zero, a concentração de sólidos ao longo de todo o recipiente de testes é igual a concentração inicial e a velocidade de sedimentação é constante (região AOB). Após um determinado tempo, na região delimitada por BOC, observam-se as linhas de equiconcentrações. Tais linhas são previstas por Kynch (1952) como sendo retas que partem da origem com diferentes inclinações que variam da concentração inicial até a máxima concentração de sólidos. Na região acima da curva ABC nota-se líquido isento de sólidos, caracterizando a região de líquido clarificado e abaixo da

curva delimitada por CO a velocidade de sedimentação é nula e, portanto, representa a região de formação de sedimento incompressível.

Portanto, a teoria de Kynch apresenta a descrição de quatro regiões distintas no fenômeno da sedimentação em batelada, (Figura 2.10):



Figura 2.10: Regiões presentes na sedimentação em batelada segundo KYNCH (1952)  
(adaptado DAMASCENO, 1992).

- região de líquido clarificado ( $\varepsilon_s = 0$ );
- região de sedimentação com velocidade constante e concentração igual a inicial ( $v_s = v_{s0}$  e  $\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$ );
- região de transição, na qual a velocidade de sedimentação é decrescente e a concentração varia entre a concentração inicial ( $\varepsilon_{s0}$ ) e a concentração final do sedimento ( $\varepsilon_{sm}$ ); e
- região de formação do sedimento incompressível. Nesta região não existe mais velocidade de sedimentação ( $v_s = 0$ ) e a concentração de sólidos é máxima ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{sm}$ ).

Kynch (1952) trouxe simplificações substanciais ao projeto de sedimentadores contínuos pela facilidade de execução dos experimentos que produzem resultados

satisfatórios, principalmente para o caso de formação de sedimentos incompressíveis ou suspensões diluídas, no entanto, tal teoria não pode ser utilizada para descrever a sedimentação de partículas compressíveis.

Shannon *et al.* (1963) realizaram seu estudo sobre sedimentação tendo como base a teoria de Kynch (1952). Os autores analisaram e relacionaram o comportamento de sedimentadores contínuos e em batelada com trabalhos anteriormente publicados. Os autores concluíram que o modelo desenvolvido por eles apresentou razoáveis resultados para concentrações entre 0,15 e 0,55 g/cm<sup>3</sup>.

Fitch (1966) apresentou comparações entre vários autores que publicaram sobre métodos de projeto de sedimentadores. Dentre as comparações que o autor fez, ele concluiu que as metodologias apresentadas em 1916 por Coe e Clevenger e por Kynch em 1952 não explicam a compressibilidade das partículas.

Harris *et al.* (1975) analisaram as curvas da sedimentação em batelada da suspensão fosfática diluída com pequenas quantidades de partículas mais grossas. As curvas apresentavam formato de S-invertido sem a presença da região de velocidade constante e indicou a compressibilidade do material. Os resultados mostraram que mesmo sem a adição de agente floculante houve formação de pequenos agregados de partículas. Várias regiões foram identificadas na curva de sedimentação. Cada região indicava um mecanismo de sedimentação específico predominante numa faixa de concentração. O trabalho apresentou formulações de modelos matemáticos simples para fenômeno.

Adorján (1975), a partir das equações da continuidade e do movimento, propôs um modelo matemático para a sedimentação contínua demonstrando a influência da altura do sedimento sobre o projeto. O autor percebeu que ensaios de sedimentação em batelada não fornecem todas as informações necessárias para o projeto de sedimentadores quando o material em questão é compressível. A partir da análise de seus resultados indicou que existe uma faixa limitada de capacidades para a qual o sedimentador pode operar produzindo uma determinada concentração de lama, o que o levou a definir um fator de carga.

Certamente um dos equacionamentos mais rigorosos que descrevem a sedimentação em batelada tenha sido o apresentado por d'Ávila (1976). D'Ávila mostrou que, como no fundo do recipiente tanto a velocidade do fluido quanto a velocidade do sólido devem ser nulas, o problema da sedimentação em batelada pode ser abordado apenas pela resolução das equações da continuidade e do movimento, relativas ao sólido, adotando hipóteses constitutivas relativas à tensão nos sólidos e à força resistiva, a fim de tornar o sistema

determinado. Segundo d'Ávila, os tensores tensões nos constituintes sólido e líquido são funções apenas da porosidade do meio. Com tais suposições aplicou a Teoria das Misturas da Mecânica do Contínuo formulando um modelo matemático que descreve teoricamente o processo de sedimentação em batelada através da resolução do seguinte sistema de equações adimensionalizadas (AROUCA, 2007):

$$-M \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial T} + (1 + \varepsilon_f) \frac{\partial V}{\partial Z} - V \frac{\partial \varepsilon_f}{\partial Z} = 0 \quad (2.12)$$

$$(1 + \varepsilon_f) \left( M \frac{\partial V}{\partial T} + V \frac{\partial V}{\partial Z} \right) + K \frac{dP}{d\varepsilon_f} \frac{d\varepsilon_f}{dZ} = -AV + B(1 + \varepsilon_f) \quad (2.13)$$

$$V = \frac{v_0}{v_{s0}}, \quad T = \frac{t}{t_0}, \quad Z = \frac{z}{z_0}, \quad P = \frac{P_s}{P_{s0}} \quad (2.14)$$

$$M = \frac{z_0}{v_{s0} t_0}, \quad K = \frac{P_0}{\rho_s v_{s0}}, \quad A = \frac{\mu z_0}{\rho_s v_{s0} k(\varepsilon_f)}, \quad B = \frac{(\rho_s - \rho_f) g z_0}{\rho_s v_{s0}^2} \quad (2.15)$$

D'Ávila demonstrou que o sistema de equações diferenciais anterior apresenta caráter hiperbólico, prevendo o deslocamento de duas interfaces, uma descendente e outra ascendente, o que satisfaz o modelo físico.

$$\frac{dZ}{dT} = \frac{1}{M} \left( V - \sqrt{-K \frac{dP}{d\varepsilon_f}} \right) \quad (2.16)$$

$$\frac{dZ}{dT} = \frac{1}{M} \left( V + \sqrt{-K \frac{dP}{d\varepsilon_f}} \right) \quad (2.17)$$

Com a necessidade da elaboração de uma teoria constitutiva, d'Ávila e Sampaio (1977a) enunciaram os teoremas de representação das tensões dos componentes de uma suspensão e da força resistiva para diversas condições de dependência funcional. Demonstraram que, se o tensor tensão nos sólidos é função apenas da porosidade da

suspensão, ele apresenta apenas componentes relacionados à compressão. Neste trabalho, os autores propuseram equações de estado para a tensão nos sólidos no caso da sedimentação.

O interesse no projeto de sedimentadores por d'Ávila e Sampaio (1977b) ocorreu a partir de análises das soluções numéricas do sistema de equações diferenciais, estabelecido por d'Ávila (1976), usando uma equação constitutiva para a tensão nos sólidos linear em relação à porosidade. Os valores da velocidade de sedimentação e da concentração volumétrica, obtidos por meio da resolução do sistema que necessariamente satisfazia à curva de sedimentação experimental, eram utilizados na equação da capacidade do sedimentador, sendo o valor mínimo adotado no projeto. Esta metodologia não levava em conta os efeitos da compressibilidade do sedimento, que, conforme demonstrado por Adorján (1976), são extremamente importantes.

Posteriormente, d'Ávila e Sampaio (1977a) estudaram a influência das equações constitutivas para a tensão nos sólidos no projeto de sedimentadores. Resolveram diversas vezes o problema de valor inicial associado ao sistema proposto por d'Ávila (1976), utilizando em cada caso uma equação constitutiva diferente. Consideraram as condições estabelecidas no ponto crítico (encontro das duas interfaces), determinado pela resolução do primeiro problema de valor inicial, como as condições iniciais de um novo problema de valor inicial, correspondendo a um segundo estágio no processo de sedimentação. Compararam suas soluções com o ensaio experimental e, como resultado, escolheram a equação quadrática da tensão com relação à porosidade como sendo a que leva a melhores resultados.

Concha e Bascur (1977) desenvolveram uma única equação diferencial parcial não linear que foi obtida com a substituição da velocidade relativa, isolada da equação do movimento para os sólidos sem termos inerciais, na equação da continuidade para os sólidos. Para que essa equação diferencial seja resolvida é necessário o conhecimento de equações constitutivas para a pressão nos sólidos e permeabilidade do meio.

Hamacher (1978) apud Arouca (2007) realizou testes de sedimentação em batelada com o uso da Técnica de Atenuação de Raios Gama, obtendo distribuições de concentrações ao longo das colunas de sedimentação. O pesquisador determinou equações empíricas para descrever a variação da concentração como uma função da posição e do tempo. Seus estudos concentraram-se nas regiões de sedimentação livre e de compactação e, através do desenvolvimento das equações da continuidade e do movimento concluiu que a velocidade de sedimentação e a pressão nos sólidos não podiam ser expressas apenas como funções da concentração local de sólidos. Hamacher (1978) concluiu também que os termos da

aceleração local e convectiva da equação do movimento são desprezíveis quando comparados aos demais termos.

Tiller e Leu (1980) propuseram um conjunto de equações constitutivas para a tensão nos sólidos e permeabilidade do meio para sedimentos compressíveis. Também realizaram testes de adensamento em células de compressão e permeabilidade para a determinação dos parâmetros envolvidos nas equações constitutivas

Fitch (1983) apud Damasceno (1992), estudando a estabilidade das discontinuidades de concentração em ensaios de sedimentação em batelada, demonstrou que as características partem tangencialmente à superfície do recipiente como admitiu Kynch (1952). Neste estudo, o autor sugeriu uma maneira de determinar a altura do sedimento em função do tempo através da localização do ponto crítico (encontro das duas interfaces) em ensaios de sedimentação em proveta com mesma concentração inicial, porém com diversas alturas de coluna de suspensão.

Wakeman e Holdich (1984) utilizaram de uma técnica não destrutiva para determinar a pressão nos sólidos por meio da concentração em testes de sedimentação em batelada. Tal técnica foi baseada em medidas de diferença de potencial elétrico ao longo do recipiente para diferentes tempos. Seu sistema era composto por várias resistências elétricas, axialmente distribuídas, e a diferença de potencial medida entre cada par de resistências podia ser determinada com o auxílio de um voltímetro digital, controlado por um computador. Através da variação da concentração, os pesquisadores determinaram a velocidade de sedimentação e pressão nos sólidos. Analogamente a Hamacher (1978), os autores concluíram que as forças inerciais, da equação do movimento, podem ser desprezadas em relação aos demais termos da equação e observaram ainda que seus resultados para a pressão nos sólidos só eram confiáveis na região de compressão.

Concha e Bustos (1987) propuseram em seu trabalho uma modificação da teoria de sedimentação de Kynch (1952), pois embora essa teoria tenha induzido vários outros trabalhos, ela não é aplicável para problemas reais de sedimentação, devido ao fato das lamas sempre apresentarem comportamento compressível. Sendo assim, visando levar em consideração as características compressíveis do sistema, a nova condição apresentada por Concha e Bustos (1987) seria:

$$z = 0 , \quad t > 0 \rightarrow \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} = - \frac{(\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s}} \quad (2.18)$$

onde  $\varepsilon_s$  é a concentração volumétrica de sólidos,  $\rho_s$  é a densidade de sólidos,  $\rho_f$  é a densidade

do líquido,  $g$  é a aceleração da gravidade e  $P_s$  é a pressão nos sólidos. Tal condição foi estabelecida utilizando-se a equação do movimento para o sólido em  $z = 0$ , onde a velocidade dos sólidos é nula. A partir da análise dos resultados obtidos, os autores concluíram que esta nova apresentação do fenômeno de sedimentação consegue descrever mais adequadamente o sistema, mostrando ainda que, no caso de suspensões muito compressíveis, as características não são linhas retas, como sugeriu Kynch (1952).

Damasceno *et al.* (1991) determinaram parâmetros de equações constitutivas para tensão nos sólidos e permeabilidade do meio, supostas funções apenas da concentração local de sólidos. Tais parâmetros foram determinados por meio da Técnica de Atenuação de Raios Gama. De acordo com os autores, os resultados apresentaram alto grau de reprodutibilidade e baixo desvio padrão para a tensão nos sólidos.

Damasceno (1992) desenvolveu um modelo matemático para equacionar o problema de espessadores contínuos. Neste trabalho, foram estabelecidas equações constitutivas para tensão nos sólidos e permeabilidade do sedimento para algumas suspensões por meio da utilização de raios gama. O autor admitiu que essas variáveis dependem somente da porosidade local. Simulações computacionais foram realizadas tanto para regime permanente como transiente. De acordo com o autor, os resultados obtidos mostraram que os espessadores apresentam um grande tempo de resposta quando submetidos a alterações nas condições operacionais. Outro fator observado foi que a altura do sedimento é um parâmetro de grande importância no projeto de sedimentadores.

Uma metodologia experimental simples para estimar parâmetros de diferentes equações constitutivas para a pressão nos sólidos foi desenvolvida por França *et al.* (1995). Testes em provetas foram realizados para diversas concentrações iniciais de sólidos nos quais valores médios de concentração eram obtidos a partir do conhecimento das alturas finais do sedimento em tubos de diferentes diâmetros. A resolução da equação do movimento para a fase sólida permitiu obter a distribuição de concentrações do sólido. A integração desta distribuição forneceu o valor médio da concentração do sólido, que por sua vez era confrontado, de forma iterativa, com os dados obtidos experimentalmente. Os resultados obtidos pelos autores reproduziram bem os apresentados por Damasceno (1992).

Ruiz *et al.* (1997a) utilizou a técnica de atenuação de raios gama para o estudo do fenômeno da sedimentação em batelada para obter medidas indiretas da concentração de sólidos como função da posição vertical e do tempo. Segundo o autor, os resultados obtidos permitiram a identificação das quatro regiões apresentadas em 1952 por Kynch.

Ruiz *et al.* (1997b) também utilizaram a técnica de atenuação de raios gama. Foi realizado o experimento para a sedimentação em batelada de suspensões aquosas diluídas do sólido. A partir dos testes, foi obtida a distribuição de tamanhos de partículas de sólidos pulverulentos. Neste trabalho, os autores visaram obter as condições na qual conseguia-se resultados mais precisos.

Tendo como base os princípios da mecânica do contínuo, Burger e Concha (1998) desenvolveram um modelo fenomenológico unidimensional para a sedimentação de suspensões floculadas que levam em consideração a compressibilidade e a permeabilidade dos flocos. Este modelo consiste de uma equação diferencial parcial hiperbólica de primeira ordem para a sedimentação e uma equação diferencial parcial de segunda ordem, com caráter parabólico, para concentrações locais superiores a concentração crítica do material sólido utilizado na separação. Os autores conseguiram um grande avanço no desenvolvimento de seu modelo, através da utilização do método das diferenças finitas, pois ele reside no fato de que os problemas contínuos e em batelada podem ser resolvidos sem haver a necessidade de divisão do problema em subdomínios de espaço e de tempo. Os resultados obtidos nos testes em batelada apresentaram boa concordância.

Perez *et al.* (1998) desenvolveram um modelo matemático para simular a zona de compressão na sedimentação em batelada para suspensões de altas concentrações. A zona de compressão foi representada através da equação diferencial com caráter parabólico. Conhecidas as condições de contorno, iniciais e relações constitutivas foi possível obter a pressão no sólido, a velocidade de sedimentação e a concentração de sólidos em diversas posições e tempo. Os resultados obtidos por meio de simulação foram comparados com os experimentais e se apresentaram semelhantes.

França *et al.* (1999) apresentaram uma metodologia usada para estimar parâmetros de permeabilidade e pressão nos sólidos por meio de dados obtidos na simulação de sedimentação em batelada. O modelo apresentado considerava a coexistência das zonas de sedimentação e de compressão acoplados as equações de balanço global de massa e as restrições de alturas. Os parâmetros destas equações foram estimados através do ajuste entre os resultados do modelo e dados experimentais da curva de sedimentação em batelada. Os valores calculados foram avaliados aos resultados experimentais e foi concluído que eles se aproximam bastante.

Zheng e Bagley (1999) desenvolveram um trabalho sobre simulações numéricas para o processo de sedimentação em batelada utilizando um modelo dinâmico para a zona de

sedimentação e compressão. Através das simulações foi possível observar a variação da altura da interface sobrenadante-suspensão em função do tempo. Os autores concluíram que o modelo apresenta vantagens em relação aos demais, devido ao fato dele requerer apenas quatro parâmetros para a realização das simulações tanto na zona de sedimentação quanto na de compressão. Os resultados obtidos por meio das simulações foram comparados com os experimentais da literatura para diversas suspensões e concentrações iniciais de sólidos e apresentaram boa concordância.

Ruiz (2000) apresentou um estudo sobre sedimentação em batelada para suspensões aquosas de carbonato de cálcio e de caulim com concentrações volumétricas iniciais variando entre 2 a 3% em volume, por meio da utilização da técnica de atenuação de raios gama. O autor obteve as distribuições de concentrações com a posição e o tempo durante ensaios de sedimentação em batelada e a partir do conhecimento do perfil de concentrações empregou técnicas numéricas na análise das equações da continuidade e do movimento para o sólido. Os resultados demonstraram que a velocidade de sedimentação só pode ser descrita como função única da concentração local de sólidos para sedimentos pouco compressíveis.

Arouca (2003) estudou a sedimentação em batelada de suspensões aquosas de caulim com concentrações iniciais entre 8 e 12% em volume, por meio da técnica de atenuação de raios gama. A partir dos dados experimentais e da concentração local, o autor determinou equações constitutivas através de ensaios estáticos para a determinação da pressão nos sólidos e dinâmicos para a determinação da permeabilidade do meio poroso. Os resultados obtidos indicaram a suposição de que a pressão nos sólidos e a permeabilidade do meio poroso serem funções exclusivas da concentração local dos sólidos.

Segundo Arouca *et al.* (2005a), conhecimentos sobre concentração de sólidos é de extrema importância na sedimentação. Para suspensões bem diluídas, a concentração de sólidos pode ser obtida através de técnicas de amostragem. No entanto, o uso dessas técnicas em suspensões mais concentradas não apresentam bons resultados. Sendo assim, os autores avaliaram o uso da técnica não destrutiva de atenuação de raios gama em sedimentação em batelada. A técnica de atenuação de raios gama possibilita a medição indireta da concentração local de sólidos em várias posições verticais do recipiente de testes. Os autores aplicaram a técnica para determinação de parâmetros de equações constitutivas para pressão nos sólidos e permeabilidade do meio poroso.

Arouca e Damasceno (2005b) utilizaram a técnica de atenuação de raios gama com o objetivo analisar o comportamento do sistema sólido-líquido tendo como base forma,

distribuição de tamanho e densidade das partículas. A velocidade inicial de sedimentação das partículas em testes de sedimentação em batelada e a acomodação delas formando o sedimento foram avaliadas para diferentes matérias. Ao comparar os resultados obtidos, foi possível avaliar o significado das variáveis envolvidas.

Arouca e Damasceno (2005c) trabalharam neste estudo com a sedimentação em batelada de suspensão aquosa de caulim. Foi utilizada a técnica de atenuação dos raios gama como função da concentração local de sólidos em várias posições verticais do recipiente de testes. Utilizando dados experimentais e a concentração local de sólidos como função da curva de atenuação, foi possível determinar equações constitutivas. Segundo os autores, os resultados foram satisfatórios.

Arouca (2007) estudou o fenômeno da sedimentação em batelada de suspensões aquosas de diferentes materiais sólidos, utilizando a técnica não destrutiva baseada na medida de atenuação de raios gama. Um modelo matemático para sedimentação unidimensional foi aprimorado pela introdução de conceitos físicos ao modelo de d'Ávila (1978) e na abordagem matemática do trabalho de Burger e Concha (1998). Os resultados das simulações numéricas mostraram que o modelo misto hiperbólico-parabólico descreveu adequadamente o fenômeno físico em todo o seu domínio, sem que houvesse a necessidade do uso de condições de salto nas fronteiras móveis. Além disso, foi observado que a qualidade da solução é melhor para sistemas pouco permeáveis e a qualidade das simulações se restringe a qualidade das equações constitutivas obtidas para o material sólido. Diversos resultados em análises estáticas e dinâmicas do comportamento de sistemas sólido-líquido tornaram possível a descrição física da sedimentação em batelada com base em propriedades específicas dos materiais sólidos. Foi apresentado um modelo de potências biparamétrico para a tensão nos sólidos.

Betancourt *et al.* (2014) apresentaram modelos matemáticos para simulação de sedimentadores em batelada e para sedimentadores clarificadores contínuos. Estas operações foram expressas por uma equação parcial diferencial de convecção-difusão com uma função de fluxo não-linear identificada. De acordo com os autores, os testes experimentais de Kynch (1952) e Diehl (1996) fornecem dados que representam a interface suspensão-sobrenadante convexa e côncava. Esta interface foi suavemente aproximada através da técnica de resolução chamada de mínimos quadrados.

### 2.2.1. Sedimentação em fluidos não-newtonianos

Allen e Uhler (1989) estudaram a sedimentação em suspensões newtonianas e não-newtonianas pseudoplásticas com moderados e fortes efeitos elásticos. De acordo com os autores, a dinâmica de sedimentação desses fluidos ocorre de forma diferente. Para os fluidos newtonianos, a dinâmica das partículas sedimentando ocorre de maneira homogênea ao longo do recipiente de testes e para os fluidos não-newtonianos, havia aglomeração de partículas durante o processo. Tais aglomerados foram ilustrados pelos autores e estão apresentados na Figura 2.11. Os autores apresentam que em fluidos pseudoplásticos com moderados efeitos viscoelásticos, são formados bolsões de líquido e regiões de elevadas concentrações devido à aglomeração de partículas, já quando o fluido apresenta fortes efeitos viscoelásticos, são formados canais de líquido clarificado.

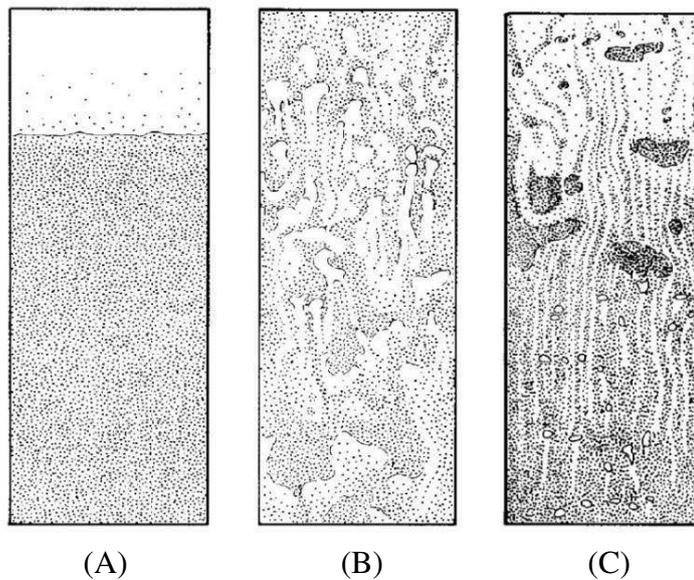


Figura 2.11: Ilustração da dinâmica de sedimentação em fluidos newtonianos (A), fluidos com moderados efeitos viscoelásticos (B) e fluidos com fortes efeitos viscoelásticos (C) (ALLEN e UHLLER, 1989).

Bobroff e Philips (1998), ao estudar suspensões não-newtonianas, também observaram a existência de colunas de partículas separadas pela fase líquida (Figura 2.12). Ao analisar os resultados obtidos, os autores notaram que a taxa de sedimentação no início do processo acontece de forma mais rápida e foi reduzindo progressivamente com o tempo.

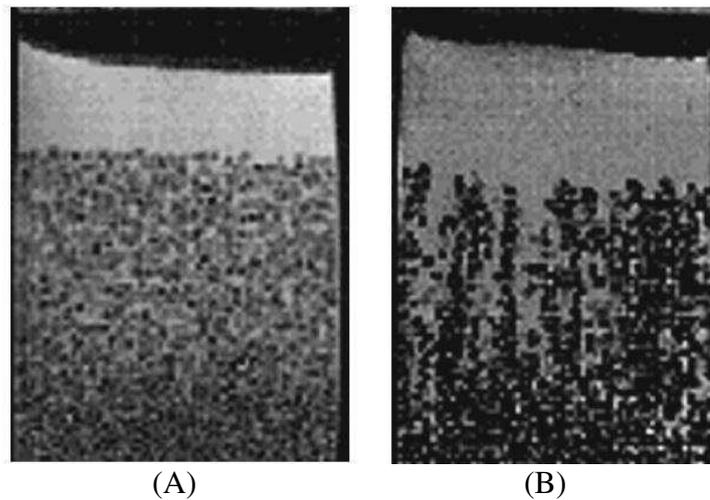


Figura 2.12: Imagens obtidas por ressonância magnética da sedimentação em fluido newtoniano (A) e fluido viscoelástico (B) por BROBOFF e PHILIPS em 1998.

Daugan *et al.* (2002) foram os primeiros a analisar de forma quantitativa a aglomeração de partículas em fluidos pseudoplásticos. Os autores analisaram a sedimentação de duas partículas esféricas sedimentando em fluidos pseudoplásticos com efeitos tixotrópicos. Eles observaram que a primeira partícula ao sedimentar cria um corredor de viscosidade reduzida logo acima dela própria. Caso a segunda partícula for lançada próxima da que formou a região de baixa viscosidade, ela sedimenta a uma velocidade maior, devido à região de viscosidade reduzida, até encontrar com a primeira partícula e ambas passam a sedimentar juntas em um aglomerado estável. Os autores também mencionam que esses corredores acompanham a partícula que o forma. Desta forma, após um determinado tempo em que a partícula passa por uma posição, o fluido naquela região volta a ter a viscosidade normal.

Daugan *et al.* (2004), utilizando a técnica de atenuação de luz, estudaram a sedimentação em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória. As imagens obtidas pelos autores estão apresentadas na Figura 2.13. Os autores apresentaram que a sedimentação nessa suspensão acontece em três fases:

- na primeira fase (Figura 2.13.a) o fluido ainda está homogêneo;
- após certo tempo, o fluido entra na segunda fase e devido à aglomeração de partículas, inicia-se a formação de colunas de sedimentação com direção a base do recipiente.
- na fase três, nota-se o desaparecimento das colunas (Figura 2.13.g).

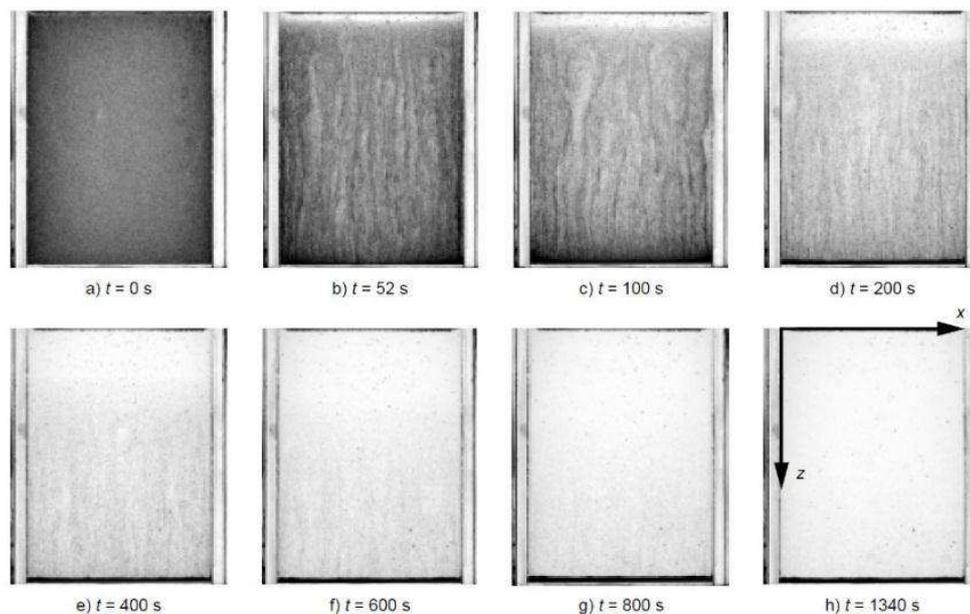


Figura 2.13: Imagens obtidas por DAUGAN *et al.* (2004) mostrando o comportamento da suspensão pseudoplástica de goma xantana a 1500ppm.

Segundo Daugan *et al.* (2004), a sedimentação de partículas aglomeradas ocorre de forma mais rápida do que quando estes aglomerados não estão presentes. Os autores também mencionaram que enquanto as colunas de sedimentação estavam formadas, estas permaneciam em número constante e a distância entre as colunas era grande comparada com o diâmetro da partícula.

Gueslin *et al.* (2006) estudaram a sedimentação de duas partículas sedimentando em fluido com tensão de escoamento. Os autores além de notarem a aproximação das partículas devido à região de viscosidade reduzida, eles notaram que para as partículas com peso maior, ocorria a movimentação radial das mesmas. Embora observado esse comportamento, os autores não apresentaram uma justificativa satisfatória.

Yu *et al.* (2006) apud Moreira (2014) investigaram numericamente o fenômeno de agrupamento das partículas sedimentando em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória. Para isso, os autores basearam-se no método do domínio ficcional, utilizando o multiplicador Lagrange distribuído. Os resultados da simulação confirmaram que a presença de memória em fluidos pseudoplásticos é responsável pela aglomeração entre as partículas sedimentando. Além disso, os autores comentaram que a presença de elasticidade no fluido (mesmo quando muito fraca), parece ser necessária para modificar as partículas que se agregaram em colunas de sedimentação estáveis.

Philips (2010) apud Moreira (2014) desenvolveu uma teoria para descrever a instabilidade estrutural que tem sido observada durante testes de sedimentação de suspensões em fluidos viscoelásticos. A teoria foi desenvolvida baseada na hipótese de que as interações hidrodinâmicas que influenciam na ocorrência do comportamento agregativo das partículas estão em competição com a dispersão hidrodinâmica que age para manter a microestrutura homogênea. Assim, uma equação da conservação da partícula que considera estas duas influências conseguiu prever corretamente o início da instabilidade e também as distâncias de separação entre as colunas formadas e o tempo para a formação das colunas para as suspensões diluídas em fluidos com fracos efeitos elásticos.

Moreira (2014) obteve novas informações acerca da interação e da dinâmica de um conjunto de partículas sedimentando em fluidos pseudoplásticos, por meio da técnica de atenuação de raios gama para diferentes posições do recipiente de testes ao longo do tempo. Os resultados obtidos pelo autor mostraram que os efeitos de memória quando presentes nos fluidos pseudoplásticos influenciam de forma significativa nas taxas de sedimentação dos materiais sólidos, diferenciando-se consideravelmente do comportamento de suspensões sedimentando em fluidos newtonianos. Para o fluido pseudoplástico, verificou-se que a formação do sedimento ocorreu inicialmente mais rápida, quando comparado com o fluido newtoniano de viscosidade aparente similar. No entanto, a compactação final do sedimento no fluido não-newtoniano demandou um tempo maior.

Fagundes *et al.* (2014) realizaram um estudo da sedimentação de partículas em fluidos não-newtonianos pseudoplásticos. O monitoramento da sedimentação dos materiais sólidos foi conduzido em ensaios de sedimentação gravitacional em batelada. Para a execução dos testes foram utilizadas soluções não-newtonianas preparadas à base de água e goma xantana. A técnica de atenuação de raios gama foi utilizada e foram obtidas medidas indiretas da concentração local de sólidos em função do tempo. Os autores observaram que o comportamento das partículas sedimentando no fluido pseudoplástico, mostrou-se diferente dos resultados conhecidos de sedimentação em fluidos newtonianos. A principal diferença verificada foi na maneira com a qual ocorre a passagem da interface clarificada. Foi possível constatar também a existência de uma região de concentração variável na sedimentação em goma xantana. Este aumento verificado pode ser explicado pela região de transição entre a formação do sedimento e região de sedimentação.

A revisão bibliográfica apresentada neste capítulo contempla os principais trabalhos para a evolução da dissertação de mestrado.

## CAPÍTULO 3

### MATERIAIS E MÉTODOS

**A**o longo deste capítulo são apresentados os materiais, as metodologias e os equipamentos utilizados para a obtenção dos resultados apresentados nesta dissertação.

#### **3.1. Caracterização do fluido**

O fluido utilizado no estudo das propriedades físicas e químicas foi um fluido de perfuração de poços de petróleo. Tal fluido é composto por uma mistura de sólidos, sendo que um deles é a barita. Este fluido foi cedido pela empresa Petrobrás S.A.. Os experimentos foram realizados com o fluido como foi cedido, sendo assim, não houve adição de qualquer outro material.

A barita pura tem densidade em torno de  $4,5 \text{ g/cm}^3$  e contém 58,8% Ba, sendo a mais importante fonte comercial desse elemento (LUZ e BALTAR, 2005). A barita não reage com nenhum componente do fluido de perfuração e é responsável pelo aumento da massa específica do fluido, contribuindo significativamente para o equilíbrio das pressões durante a perfuração de um poço. A quantidade de barita utilizada em fluidos depende da magnitude das pressões envolvidas, do volume de fluido a ser utilizado e do tempo gasto na perfuração (DARLEY, 1988 apud ALMEIDA e SILVA, 2010).

As propriedades que foram estudadas para a caracterização do fluido de perfuração de poços de petróleo foram:

- densidade;
- parâmetros reológicos; e
- teor de sólidos.

##### **3.1.1. Determinação da densidade**

Os valores de densidade dos sólidos presentes no Br-Mul e de densidade do fluido são necessários para o cálculo da pressão nos sólidos e da permeabilidade do meio poroso (Seção 4.5.4).

### **3.1.1.1. Densidade dos sólidos**

A densidade dos sólidos ( $\rho_s$ ) presentes no fluido Br-Mul foi determinada pela técnica da picnometria a gás hélio.

O picnômetro de gás determina o volume verdadeiro de um sólido, mesmo que poroso, por variação da pressão de gás numa câmara de volume conhecido. Normalmente utiliza-se hélio porque este gás, além de inerte, penetra facilmente nos poros (acessíveis) da amostra, devido ao pequeno tamanho de seus átomos, permitindo, assim, determinar o volume do sólido com mais rigor (MOURA e FIGUEIREDO, 2002).

No experimento de picnometria a gás hélio foi utilizado o aparelho Gas Pycnometer da Micromeritics, modelo AccuPyc 1330 do Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

O valor médio da densidade dos sólidos presentes no fluido de perfuração de poços de petróleo Br-Mul é de  $2,709 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$ . A determinação de densidade foi obtida a partir de cinco medidas distintas de uma mesma amostra dos sólidos presentes no Br-Mul.

Como apresentado por Luz e Baltar (2005), a barita pura apresenta densidade por volta de  $4,5 \text{ g/cm}^3$ . Desta forma, como já mencionado, o fluido Br-Mul é composto por uma mistura de sólidos.

### **3.1.1.2. Densidade do fluido**

A densidade do fluido ( $\rho_f$ ) foi determinada pela técnica de picnometria simples na temperatura de  $20^\circ\text{C}$ . Nesta técnica foi utilizado um picnômetro de 50 ml, água destilada ( $\rho_{\text{água}}(20^\circ\text{C}) = 0,99823 \text{ g/cm}^3$ ), fluido de perfuração de poços de petróleo Br-Mul e balança SHIMADZU modelo AY220. O valor da densidade do fluido de perfuração utilizado nesta dissertação é de  $1,1459 \text{ g/cm}^3$ .

### **3.1.2. Determinação dos parâmetros reológicos do fluido**

A viscosimetria é um segmento da mecânica dos fluidos que consiste na prática experimental de medir a resposta reológica dos fluidos, considerados puramente viscosos, onde a componente elástica pode ser desprezada. Ela se preocupa com a caracterização de um fluido viscoso através de instrumentos de medida, procedimentos e métodos. Consiste,

portanto, na medida de grandezas físicas, tais como velocidade angular, torque, ângulo de deflexão, tempo, etc., que possam ser transformadas em unidades de tensão e de taxa de cisalhamento, consequentemente, de viscosidade. Os instrumentos ou equipamentos usados para medir estas grandezas são denominados de viscosímetros ou reômetros (MACHADO, 2002).

Os testes para a determinação dos parâmetros reológicos do fluido de perfuração foram realizados no reômetro Brookfield R/S Plus (Figura 3.1), com banho termostatizado também da marca Brookfield, modelo programmable controller TC-6021, no Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.



Figura 3.1: Reômetro Brookfield R/S Plus.

A geometria de fluxo utilizada foi a cone/placa. Nesta geometria a placa, representada pelo fundo do cilindro, permanece em estado estacionário enquanto o cone gira a uma velocidade de rotação constante. Com este sistema, a taxa de cisalhamento abaixo da placa é constante e um gráfico da tensão de cisalhamento (torque) contra a taxa de cisalhamento (velocidade angular) fornece a viscosidade de uma forma simples.

Na figura 3.2 está uma representação da geometria utilizada.

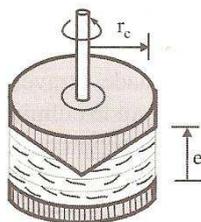


Figura 3.2: Representação da geometria cone/placa (MACHADO, 2002).

Utilizando esse equipamento, foram feitos testes para determinar:

- a variação da viscosidade com o tempo a uma taxa de cisalhamento constante e assim obter a curva de escoamento do fluido; e
- testes para determinar a histerese do fluido.

Esses testes foram realizados tendo como base as diretrizes para caracterização reológica de um fluido de perfuração feitas por Mendes em 2003 e a tese escrita por Moreira em 2014.

### **3.1.2.1. Testes a taxa de cisalhamento constante**

Neste teste, aplica-se uma taxa de cisalhamento constante e observa-se a variação da tensão de cisalhamento (ou viscosidade aparente) com o tempo. Quando não houver mais variação temporal da tensão, determina-se o tempo correspondente ao regime permanente,  $t_{ss}$ , que costuma ser da ordem do inverso da taxa de cisalhamento imposta ( $t_{ss} \sim 1/\dot{\gamma}$ ). O valor final da tensão corresponde a um ponto da curva de escoamento do material (MENDES, 2013).

Para realizar esses testes, as amostras na temperatura de 25°C foram submetidas a um cisalhamento intenso (taxa de 1050 s<sup>-1</sup>) durante o período de 1 minuto. Tal procedimento tinha como objetivo quebrar qualquer estrutura gelificada existente no fluido.

Em seguida o fluido foi submetido a uma taxa de deformação constante de 200 s<sup>-1</sup> durante, aproximadamente, 3 horas e meia, e o equipamento fazia a leitura da tensão de cisalhamento e da viscosidade a cada um minuto. Os testes foram repetidos também para as taxas de cisalhamento de 400 s<sup>-1</sup>, 600 s<sup>-1</sup>, 800 s<sup>-1</sup> e 1000 s<sup>-1</sup>.

Foram feitas réplicas para cada valor de tensão de cisalhamento constante e utilizada uma amostra nova para cada teste.

### **3.1.2.2. Curva de viscosidade do fluido**

Segundo Mendes (2013) as curvas de escoamento e de viscosidade devem ser obtidas somente quando a resposta reológica do fluido estiver em equilíbrio (regime permanente). Portanto, para um fluido com características pseudoplásticas, como é o caso do fluido Br-Mul,

é necessário que o fluido estivesse em estado estacionário para obter os valores de tensão cisalhante e viscosidade.

Desta forma, após realizar os testes com a taxa de cisalhamento constante foram obtidos os valores de viscosidade para as taxas de cisalhamento de  $200\text{ s}^{-1}$ ,  $400\text{ s}^{-1}$ ,  $600\text{ s}^{-1}$ ,  $800\text{ s}^{-1}$  e  $1000\text{ s}^{-1}$  na temperatura de  $25^{\circ}\text{C}$ . Esses valores foram determinados quando a viscosidade permanecia igual nos dois algarismos significativos da esquerda por mais de 25 minutos.

### **3.1.2.3. Histerese**

Segundo Mewis e Wagner (2009), a histerese é uma técnica que consiste em aumentar a taxa de deformação de zero até algum valor máximo e em seguida diminuir a taxa até novamente o valor zero. Caso exista diferença entre a curva de aumento e a de diminuição de taxa, sendo que a curva de aumento apresenta valores maiores de tensão cisalhante do que a curva de decrescimento, o fluido possui características tixotrópicas, pois é possível verificar um ciclo de histerese para a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação.

Conforme apresentado na Seção 2.1.2.2.1, a área e a curva da histerese dependem não só do material utilizado, mas também da maneira com a qual o teste foi realizado.

Desta forma, para a realização dos testes para obtenção da curva de histerese, foi aplicado um pré-cisalhamento de  $1050\text{ s}^{-1}$  durante 1 minuto na amostra já na temperatura de  $25^{\circ}\text{C}$ . Após esse período, foi iniciado o cisalhamento crescente de  $1\text{ s}^{-1}$  até  $1050\text{ s}^{-1}$  e logo em seguida a taxa de deformação foi reduzida até  $1\text{ s}^{-1}$ . Esse teste foi realizado em tréplica, sendo que cada vez foi feito com amostra nova e duração de 23 minutos.

### **3.1.3. Determinação do teor de sólidos**

A determinação do teor de sólidos não voláteis presentes no fluido de perfuração de poços de petróleo é de suma importância para os testes de sedimentação em batelada, através dessa determinação pode-se obter a concentração inicial de sólidos ( $\epsilon_{50}$ ) presentes na suspensão antes que ocorra a sedimentação.

Portanto, foram realizadas análises de retorta utilizando o Kit da marca FANN modelo 210463 com 50 mL de capacidade. Esses testes foram realizados em duplicata. O procedimento se iniciava pesando as câmaras vazias e em seguida com elas preenchidas com

a amostra de fluido. Para que os componentes voláteis fossem evaporados, foi feito o aquecimento das câmaras nas temperaturas de  $400^{\circ}\text{C} \pm 40^{\circ}\text{C}$ , em seguida, os vapores passavam por um condensador e eram coletados em uma proveta. Assim, foi possível obter a quantidade de sólidos que restou nas câmaras após o procedimento experimental.

As pesagens das câmaras foram feitas em uma balança semi-analítica da marca GEHAKA modelo BK 30000.

### **3.2. Unidade experimental de monitoramento da concentração volumétrica de sólidos sedimentando**

A utilização de medidas de atenuação de raios- $\gamma$  é uma técnica usada na obtenção indireta da concentração volumétrica de partículas no fluido para testes de sedimentação em batelada, sem interferir na configuração e estabilidade do meio.

Os testes para determinação da concentração volumétrica de sólidos foram realizados na unidade experimental de atenuação de radioisótopos no Laboratório de Separação Sólido-Líquido (LABSEP) da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. Os dados obtidos por meio de deste experimento foram coletados uma vez por semana, sendo que foram feitas seis contagens de pulsos de 20 segundos para cada posição monitorada.

Para a realização deste trabalho, foi utilizado um sistema de direcionamento/detecção de radiação acoplado a uma estrutura metálica. Essa estrutura metálica possui uma plataforma móvel que permite o ajuste quanto à posição vertical do sistema direcionamento/detecção de radiação. Tal ajuste permite que o feixe horizontal de radiação seja posicionado em diversas alturas, possibilitando o monitoramento da concentração desde a base do recipiente de testes ( $z=0$ ) até o topo da coluna de suspensão ( $\varepsilon_s(z)$ ).

Um cilindro de vidro com a base inferior também do mesmo material, cujas dimensões são: 350 mm de altura, 55 mm de diâmetro interno e 3 mm de espessura foi utilizado como recipiente de testes. Com a finalidade de homogeneizar a solução antes do início do teste, agitou-se, por 2 minutos, o galão onde estava guardado o fluido de perfuração. Após esse procedimento, aproximadamente 500 mL de fluido foram colocados no recipiente de testes e utilizou-se um agitador do tipo axial, com formato cônico na base contendo perfurações de 50 mm de diâmetro e haste metálica de 800 mm de comprimento para complementar a homogeneização.

As próximas Figuras (3.3 a 3.5) apresentam a unidade de aplicação de radioisótopos, o agitador de fluido e o sistema direcionamento/detecção:



Figura 3.3: Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (MOREIRA, 2014).



Figura 3.4: Ilustração do agitador axial (MOREIRA, 2014).



Figura 3.5: Fotografia do sistema de direcionamento/detecção de radioisótopos.

O sistema de direcionamento/detecção é composto por dois blocos de chumbo alinhados. Ambos os blocos possuem dimensões de aresta de 100 mm e um orifício central de aproximadamente 5 mm na face direcionada ao recipiente de testes. O chumbo utilizado tem função de proteger o operador da exposição à radiação. Em um desses blocos foi armazenada a fonte selada de raios- $\gamma$  ( $^{241}\text{Am}$ ). No outro bloco de chumbo está acoplado o sistema de detecção da radiação colimada do orifício do primeiro bloco. A radiação detectada no segundo bloco de chumbo não foi atenuada nem pelo recipiente de testes nem pelo fluido de perfuração de poços de petróleo. A seguir está apresentada uma fotografia do módulo primário de detecção (Figura 3.6).



Figura 3.6: Fotografia do módulo primário de detecção.

Junto ao segundo bloco de chumbo há um módulo primário de detecção de radiação constituído por um conjunto de cristais de iodeto de sódio ativado por tálio, que produz cintilação ao absorver os fótons gama, acoplada a uma válvula fotomultiplicadora, contendo um cátodo fotoelétrico, que transcodifica o sinal luminoso emitido pelo cristal em pulsos eletrônicos, e um pré-amplificador.

Para a alimentação elétrica foram utilizados dispositivos eletrônicos: uma fonte de alta tensão, um contador de pulsos, um amplificador e um analisador de canais SCA (Figura 3.7). Para receber os valores numéricos de contagem de pulsos foi utilizado também um computador.

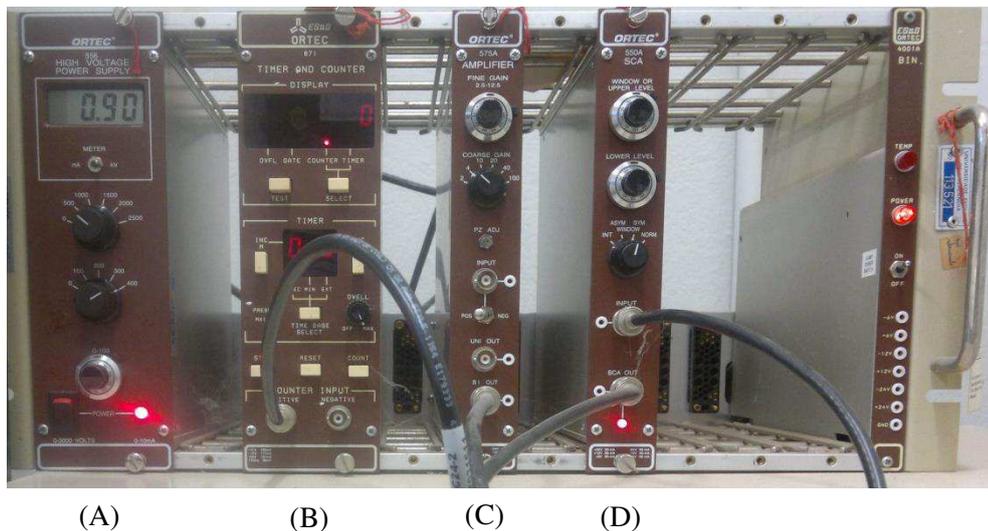


Figura 3.7: Foto (A) da fonte de alta tensão, (B) do contador de pulsos, (C) do amplificador e (D) do analisador de canais.

As funções dos dispositivos utilizados estão apresentadas a seguir:

- Fonte de alta tensão (ORTEC modelo 556): Fornece uma tensão livre de ruídos, bem regulada e muito estabilizada para o funcionamento ótimo da válvula fotomultiplicadora;
- Pré-amplificador (ORTEC modelo 276): Ajusta a impedância do sistema permitindo que os pulsos emitidos pela válvula fotomultiplicadora sejam transmitidos para o amplificador;

- Amplificador (ORTEC modelo 575 A): Aumenta a largura e a amplitude dos pulsos de forma proporcional as energias que chegam ao sistema de detecção por cintilação.
- Analisador de canais SCA (ORTEC modelo 550 A): Seleciona uma faixa de pulsos que estão dentro de um determinado intervalo de amplitude;
- Contador de pulsos (ORTEC modelo 871): Quantifica os pulsos selecionados pelo analisador de canais para um determinado tempo de contagem.

### **3.2.1. Fonte de radiação gama ( $^{241}\text{Am}$ )**

A fonte de radiação utilizada para o monitoramento da concentração local de sólidos é proveniente de um cilindro de amerício-241 ( $^{241}\text{Am}$ ). De acordo com o fabricante Amersham (atual GE Healthcare), essa fonte de radiação possuía em 22 setembro de 1995 a atividade de 100 mCi.

O Amerício<sup>241</sup> possui tempo de meia vida de 432,6 anos, fator que elimina a necessidade de correção na contagem de pulsos devido ao decaimento da emissão de radiação. Além disso, de acordo com Hamacher (1978), a aplicação do amerício como fonte de raios emite radiação gama com energia intermediária, 60 KeV. Embora essa radiação consiga atravessar diferentes tipos de suspensões sólido-líquido, uma pequena espessura de chumbo é suficiente para fazer uma blindagem eficiente para o operador.

### **3.2.2. Otimização dos parâmetros da Técnica de Atenuação de Raios Gama**

Com a finalidade de coletar bons resultados através da TARG foi necessário garantir que os equipamentos fossem operados na condição ótima. Assim, antes de iniciar os experimentos, devem-se determinar as condições ótimas de funcionamento da fonte de alta tensão, o intervalo de energia de espectro de emissão do  $^{241}\text{Am}$  e o tempo de resolução do sistema.

Para alguns parâmetros (voltagem ótima e intervalo de energia de espectro) foram adotados os valores obtidos por Arouca em 2007. Esse autor trabalhou na mesma unidade experimental utilizada nesta dissertação.

### 3.2.2.1. Determinação da voltagem ótima de operação da fonte de alta tensão

A determinação da voltagem ótima de operação da fonte de alta tensão garante que a válvula fotomultiplicadora estivesse recebendo tensão constante e em quantidade adequada para obter o melhor desempenho do tubo fotomultiplicador e, por conseguinte, obter maior eficiência na contagem de pulsos.

Para determinar esses parâmetros ótimos, deve-se manusear certos potenciômetros de alguns dispositivos eletrônicos (Figura 3.8) pertencentes à unidade experimental.

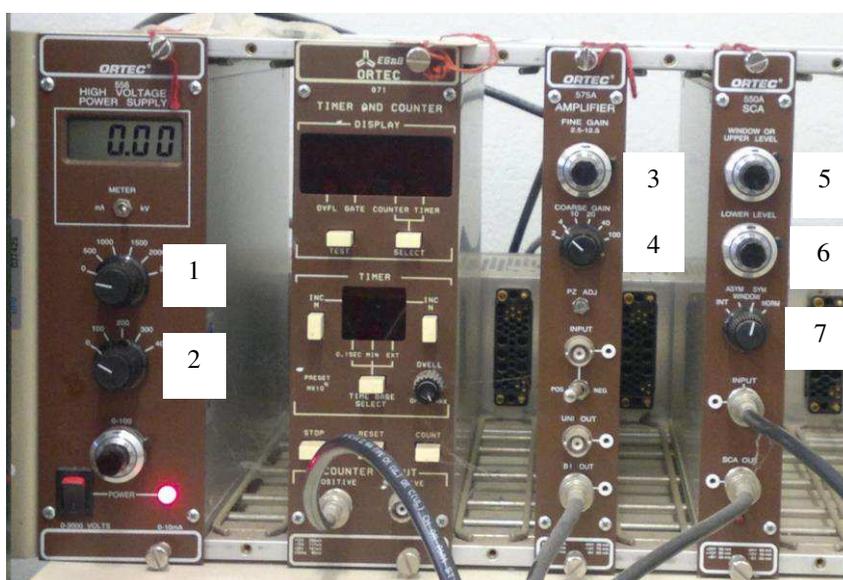


Figura 3.8: Detalhes da fonte de alta tensão, do amplificador e do discriminador de canais SCA.

Assim, com a finalidade de determinar a voltagem ótima de operação da fonte de alta tensão, Arouca (2007) seguiu estes passos:

- colocar em modo NORM (controlador 7 da Figura 3.8) o discriminador SCA;
- alterar para a posição 20 mV e 10 V os níveis inferiores e superiores do discriminador SCA (controladores 6 e 5), respectivamente;
- ajustar os ganhos fino e grosso do amplificador (controladores 3 e 4) em 4,84 e 4, respectivamente; e

- variar gradativamente a voltagem de alta tensão (ORTEC 556) através dos controladores 1 e 2 da Figura 3.8, na faixa de 100 a 1300 V. Os pulsos foram coletados em duas corridas, uma aumentando e a outra diminuindo a voltagem em 100 V. No aumento gradual de voltagem os pulsos foram coletados em um intervalo de tempo de 10 s até atingir o limite máximo, e 5s durante a diminuição da tensão até atingir o limite mínimo.

A Figura 3.9 apresenta a contagem de pulsos como função da variação da voltagem da fonte de alta tensão.

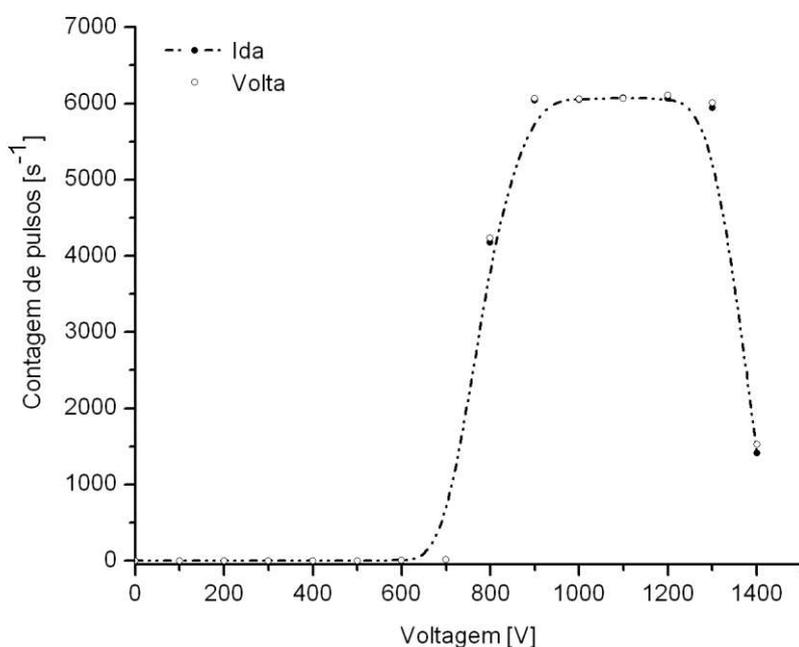


Figura 3.9: Determinação da voltagem ótima (AROUCA, 2007).

Assim sendo, a voltagem ótima da fonte de alta tensão foi arbitrada em 900V, uma vez que a mesma se encontra em um patamar que contém os máximos valores de contagem de pulsos. Valores obtidos na “ida” ou aumento gradual da energia fornecida, e da “volta” com a diminuição da tensão até o menor valor mostraram-se idênticos, não apresentando histerese durante a operação. Todavia, qualquer pequena variação que eventualmente ocorra na voltagem pode ser desprezada, caso a mesma se encontre no patamar constante, não afetando os resultados finais (AROUCA, 2007).

Portanto, o mesmo valor de voltagem utilizada por Arouca em 2007, foi utilizado nos experimentos feitos para esta dissertação.

### 3.2.2.2. Determinação do intervalo de emissão de energia do radioisótopo

Cada fonte de radiação possui um espectro de emissão característico. Portanto, com o intuito de minimizar possíveis interferências de fontes externas, foi necessário ajustar o sistema de detecção para que somente permitisse o registro das emissões feitas pelo Amerício<sup>241</sup>.

Os resultados deste teste também foram adotados do trabalho de Arouca (2007). Ele criou um intervalo de energia com mínima amplitude.

O autor seguiu os seguintes passos:

- utilizar a voltagem ótima da fonte de alta tensão;
- colocar no modo operacional SYM o discriminador de canais (controlador 7 da Figura 3.8);
- ajustar as janelas de energias de 20 mV a 10 V, usando os controladores 6 e 5;
- variar gradativamente as janelas de energia (controladores 6 e 5) no intervalo de 100 a 1000 mV, em pequenas janelas igualmente espaçadas de 100 mV, sendo que os limites são definidos pelos níveis inferior e superior.

Para cada nova situação, Arouca (2007) realizou cinco medidas com duração de 10 segundos. O espectro de emissão do Am<sup>241</sup> é ilustrado na Figura 3.10.

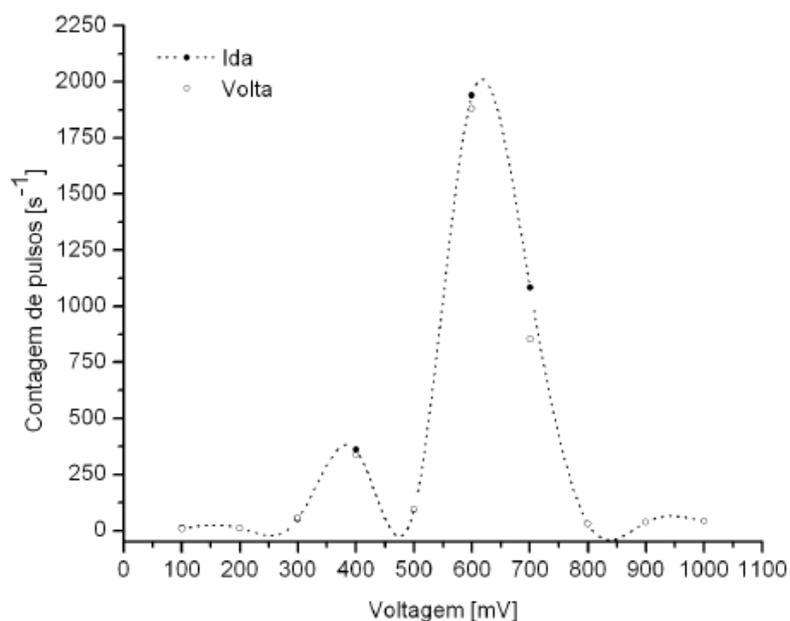


Figura 3.10: Espectro de emissão do Amerício (AROUCA, 2007).

Segundo Arouca (2007) o intervalo de energia ótimo é aquele que contém a máxima emissão de energia do radioisótopo e, portanto, conforme a Figura 3.10, está compreendido entre 500 e 800 mV.

### 3.2.2.3. Determinação do tempo de resolução do sistema de detecção

Outra determinação de parâmetro que deve ser feita é denominada tempo de resolução do sistema de detecção, também conhecido por tempo morto. Esse tempo corresponde ao período no qual o sistema não consegue diferenciar se a emissão de radiação que está chegando a ele pertence a uma ou a várias emissões da fonte de radiação utilizada na experimento.

O método utilizado no desenvolvimento deste trabalho utilizou duas placas de acrílico de diferentes espessuras e uma placa de chumbo. Esse método é uma forma de simular as duas fontes de radioatividades que possuem diferentes energias utilizadas pelos autores Gardney e Ely Jr (1967) apud Moreira (2014).

Os seguintes passos foram seguidos:

-operar os dispositivos eletrônicos nas condições ótimas previamente estabelecidas nas anteriores determinações de parâmetros ótimos, contando 30 pulsos com duração de 20 segundos cada, nas diferentes medições;

-medir a contagem de pulsos que alcançam o sistema de detecção sem que haja nenhum obstáculo atenuante entre o sistema direcionamento/detecção de radiação ( $i_0$ );

-medir a contagem de pulsos que alcançam o sistema de detecção quando as duas placas de acrílico juntas estão atenuando a radiação proveniente da fonte ( $i_{AB}$ );

-medir a contagem de pulsos que alcançam o sistema de detecção quando uma das placas de acrílico está atenuando a radiação proveniente da fonte ( $i_A$ );

-repetir o procedimento anterior para obter a contagem de pulsos que alcançam o sistema de detecção para a outra placa de acrílico ( $i_B$ );

-medir a contagem de pulsos que alcançam o sistema de detecção quando a placa de chumbo está selando o cubo de chumbo que contém a fonte de radiação ( $I_{BG}$ );

Para obter o real valor do número de pulsos que foram atenuados pelas placas acrílicas deve-se subtrair do valor encontrado em  $i_{AB}$ ,  $i_A$  e  $i_B$  a contagem de pulsos quando não

há meio atenuante ( $i_0$ ), obtendo assim  $I_{AB}$ ,  $I_A$  e  $I_B$ , respectivamente.

A Equação 3.1 apresenta o cálculo do tempo morto (GARDNEY e ELY-JR, 1967 apud MOREIRA, 2014):

$$\tau = \frac{I_{AB} - I_A - I_B + I_{BG}}{I_A^2 + I_B^2 - I_{AB}^2} \quad (3.1)$$

### 3.3. Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG)

A técnica de atenuação de raios gama foi empregada por vários autores por ser uma técnica não destrutiva de determinação da concentração volumétrica de sólidos. Segundo Arouca (2007) observa-se que a radiação gama emitida pelo radioisótopo (A) ao atingir o meio físico com intensidade  $I_0$  pode se espalhar (B), ser atenuada pelo material ou atravessar o meio físico (C) (Figura 3.11).

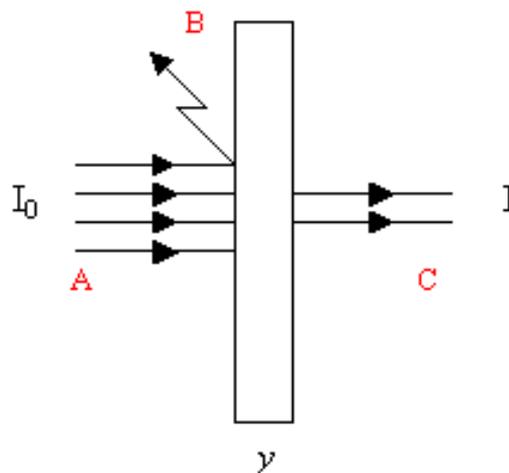


Figura 3.11: Representação dos feixes de raios gama em um meio físico (AROUCA, 2007).

#### 3.3.1. Equação de Lambert

A equação de Lambert relaciona a variação da intensidade de um feixe monoenergético colimado de raios gama (com energia  $E$ ), que atravessa um meio físico, conforme apresentado a seguir:

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

(3.2)

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

Para o caso particular em que o meio onde incide a radiação é uma suspensão sólido-líquido e o estado de referência é uma solução sem sólidos suspensos, a equação de Lambert pode ser expressa por (GARDNEY e ELY-JR, 1967 apud Moreira, 2014):

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \beta \varepsilon_s \quad (3.3)$$

em que  $\beta$  é um parâmetro que deve estimado experimentalmente (Seção 3.3.3).

Ao utilizar um sistema de detecção de radiação, espera-se que o número de contagens registradas seja menor que a quantidade de fótons que realmente alcançam o detector. Neste contexto, deve-se primeiramente corrigir as intensidades do feixe ( $I$  e  $I_0$ ) pelo tempo de resolução do sistema ou tempo morto ( $\tau$ ) (Seção 3.2.2.3).

$$R_0 = \frac{I_0}{1 - \tau I_0} \quad (3.4)$$

$$R = \frac{I}{1 - \tau I} \quad (3.5)$$

Assim, a Equação (3.3), pode ser reescrita da seguinte forma:

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = \beta \varepsilon_s \quad (3.6)$$

em que  $R$  é a contagem corrigida do número de pulsos que passam pelo meio físico e  $R_0$  é a contagem corrigida do número de pulsos de radiação que passam pela proveta sem concentração de sólidos. Essa curva também pode ser chamada de curva de calibração.

### 3.3.2. Determinação do branco da proveta

Definir o branco da proveta ( $R_0$ ) é necessário para o uso da Equação 3.6. Ele

representa a condição de referência da medida da quantidade de pulsos na ausência de sólidos.

No entanto, devido ao fato do fluido ter sido cedido já contendo algumas partículas, não foi possível realizar a determinação do branco da proveta como usualmente tem sido relatado na literatura.

Uma solução para esse problema foi utilizar a máxima contagem corrigida de pulsos da região de líquido clarificado, uma vez que, segundo Kynch (1952), essa região possui concentração de sólidos igual à zero ( $\varepsilon_s = 0$ ).

### **3.3.3. Determinação do parâmetro $\beta$**

O parâmetro  $\beta$  representa a taxa variação da concentração de partículas com os valores encontrados nas contagens de pulsos corrigidas. Ele pode ser definido como sendo a tangente dos valores obtidos no eixo da abscissa pelo eixo da ordenada. Assim, quanto mais próximo esse parâmetro for de 1, os resultados obtidos serão menos influenciados por erros aleatórios.

Assim, a determinação do parâmetro  $\beta$  é necessária para, a partir dos dados experimentais de sedimentação de sólidos pertencentes ao fluido Br-Mul, obter a concentração volumétrica de partículas ao longo do tempo.

Na literatura, normalmente, prepara-se uma suspensão e faz-se a contagem dos pulsos para diversas concentrações volumétricas de sólidos, inclusive para a ausência dos mesmos ( $\varepsilon_s = 0$ ).

No entanto, como mencionado na seção anterior, o fluido foi cedido já contendo uma quantidade de sólidos e por não saber ao certo quais eram esses sólidos e em qual proporção, a metodologia usual da literatura não pôde ser aplicada. Assim, uma nova metodologia foi proposta.

#### **3.3.3.1. Validação da metodologia proposta para determinação do parâmetro $\beta$**

Para validar a metodologia proposta foram feitos levantamentos de curvas de calibração para suspensões de carboximetilcelulose (CMC) pelo método proposto nesta dissertação e pelo método apresentado na literatura, no qual se faz a contagem do número de

pulsos que alcançam o detector para diferentes concentrações da suspensão.

### **Preparo das soluções:**

Foram preparadas soluções de carboximetilcelulose 0,6% m/m. Segundo Moreira (2014), essa solução apresenta comportamento de fluido pseudoplástico, assim como os observados em fluidos de perfuração de poços.

A carboximetilcelulose é um polímero aniônico derivado da celulose, geralmente comercializado como sal de sódio (carboximetilcelulose de sódio). Tal polímero normalmente apresenta-se como um pó com coloração entre branca e bege, higroscópico e com boa solubilidade em água fria ou quente (Moreira, 2014). Para realização deste experimento, foi utilizada a Carboximetilcelulose Sal Sódico P.A. da empresa Labsynth Produtos para Laboratório Ltda.

Na Tabela 3.1, estão apresentadas as ordens e as quantidades de cada componente que foram adicionadas um-a-um para o preparo da solução.

Tabela 3.1: Preparo da solução de carboximetilcelulose 0,6% m/m.

<b>Componente</b>	<b>Quantidade</b>
Água destilada	994 mL
Formaldeído 36,5-38% m/m	6 mL
Carboximetilcelulose	6 g

Após adicionar o formaldeído à água, foi iniciada uma lenta adição do polímero e a dispersão no agitador de hélice, modelo RW 20D2Mn da Ika Labortechnik. A agitação foi aumentada gradativamente de 0 a 1080 rpm. Após adicionar completamente o polímero, a solução era mantida sob agitação de 1080 rpm por 10 minutos para garantir a completa dissolução. Após esse procedimento, vedou-se o recipiente de testes e o deixou em repouso por 24 horas para hidratação do polímero.

A adição da carboximetilcelulose foi realizada lentamente com o intuito de evitar a formação de aglomerados. Já o formaldeído foi adicionado à solução, pois possui função de

conservá-la, impedindo a proliferação de microrganismos. Segundo Pereira (2006), o volume de formaldeído adicionado no preparo de soluções em mililitro deve ser numericamente igual à massa adicionada em gramas.

### **Sólido utilizado:**

O sólido utilizado para formar a suspensão para validação da metodologia proposta foi o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ).

Assim como para os sólidos presentes no fluido Br-Mul, também foi determinada a densidade do carbonato de cálcio por picnometria a gás hélio utilizando o aparelho Gas Pycnometer da Micromeritics, modelo AccuPyc 1330. O valor médio da densidade é de  $2,888 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$ . A determinação de densidade também foi obtida a partir de cinco medidas distintas de uma mesma amostra de carbonato de cálcio.

A análise granulométrica do carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) foi realizada por meio da aplicação da técnica da difração laser no granulômetro Malvern Mastersizer MicroPlus MAF 5001<sup>®</sup>. A Figura 3.12 apresenta a distribuição cumulativa obtida para o carbonato de cálcio.

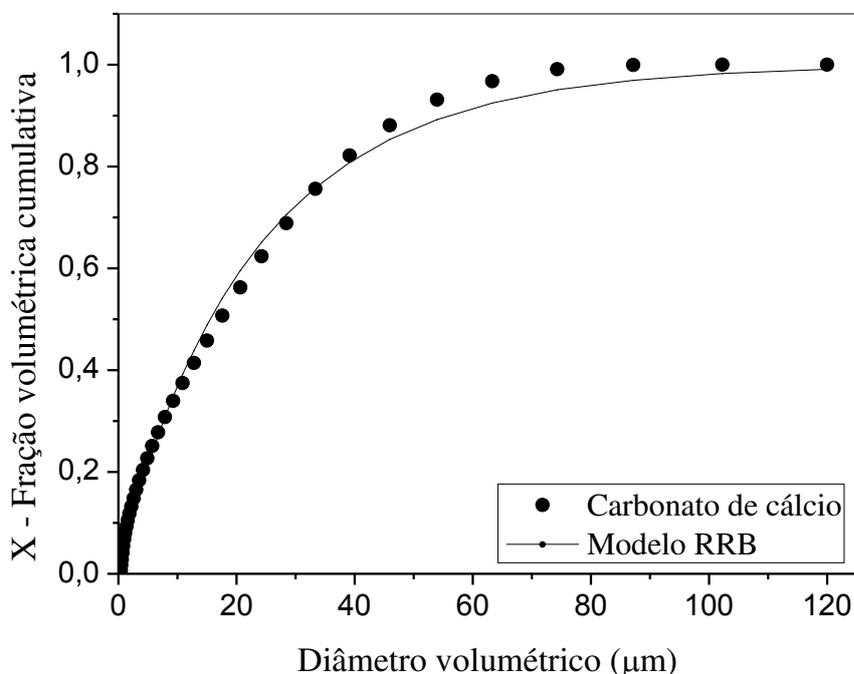


Figura 3.12: Distribuição de tamanho das partículas de carbonato de cálcio utilizado na validação da metodologia proposta.

Os diâmetros volumétricos das partículas correspondentes a 10 % ( $D_{0,1}$ ), 50 % ( $D_{0,5}$ ) e 90% ( $D_{0,9}$ ) da distribuição cumulativa, juntamente com o diâmetro médio da Sauter ( $D_{3,2}$ ) estão dispostos na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Diâmetros volumétricos das partículas

$D_{0,1}(\mu\text{m})$	$D_{0,5}(\mu\text{m})$	$D_{0,9}(\mu\text{m})$	$D_{3,2}(\mu\text{m})$
1,509	17,226	48,639	4,4105

De acordo com a Figura 3.12, o melhor ajuste para a distribuição granulométrica do carbonato de cálcio utilizado durante a validação da metodologia proposta foi o Rosin-Rammler-Bennet (RRB) (Equação 3.7).

$$X = 1 - \exp\left(-\left(\frac{D}{D'}\right)^{k'}\right) \quad (3.7)$$

em que  $X$  representa a fração volumétrica de partículas com diâmetro menor ou igual ao diâmetro  $D$ . Os parâmetros da equação são  $D'$  e  $k'$  e estão dispostos, juntamente com o coeficiente de correlação linear, na Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Parâmetros e coeficiente de correlação para o ajuste RRB.

$D'(\mu\text{m})$	$k'$	r
22,935	0,958	0,998

### 3.3.3.2. Metodologia usual na literatura

Com a finalidade de validar a metodologia proposta foi realizado o procedimento experimental como usual na literatura e o proposto nesta dissertação e comparados os valores de  $\beta$ .

Assim, segue o procedimento experimental utilizado de acordo com a literatura: transferiu-se 500 mL de solução de carboximetilcelulose já hidratada para o recipiente de testes e foram feitas contagens de pulsos para essa condição de ausência de sólidos. Em seguida, adicionou-se e homogeneizou-se com o agitador axial (Figura 3.4) certa quantidade de carbonato de cálcio para que a solução apresentasse concentração volumétrica de 1% e novamente foram feitas contagens dos pulsos. Esse procedimento de adicionar certa quantidade de sólidos até alcançar a concentração volumétrica desejada, homogeneizar a solução e fazer as contagens dos pulsos foi repetido para as concentrações  $\varepsilon_s = 2\%$ ,  $\varepsilon_s = 3\%$ ,  $\varepsilon_s = 4\%$  e  $\varepsilon_s = 5\%$ . Para cada concentração foram feitas 10 contagens de pulsos com duração de 10 segundos cada uma.

### **3.3.3.3. Metodologia proposta utilizando a carboximetilcelulose**

A nova metodologia para determinação do parâmetro  $\beta$  tem como base o trabalho de Kynch (1952). Nele, o autor apresenta quatro regiões presentes na sedimentação de partículas. Uma delas é a região de líquido clarificado. Segundo o autor, nessa região não há sólidos ( $\varepsilon_s = 0$ ) e, portanto, ao fazer as contagens de pulsos para essa condição, obtém-se um dos pontos necessários para a determinação do  $\beta$ .

O outro ponto experimental utilizado foi o mesmo obtido na seção anterior (Seção 3.3.3.2) para a concentração de 5%, uma vez que foi utilizada a mesma solução.

Desta forma, realizou-se o procedimento experimental presente na literatura para as cinco concentrações (0%, 1%, 2%, 3%, 4% e 5%). Depois a solução foi deixada em repouso durante duas semanas, para que a sedimentação ocorresse e fizeram-se as contagens de pulsos para a região de líquido clarificado (logo abaixo da altura máxima do fluido).

Para ambas as metodologias os valores das contagens de pulsos foram corrigidos com o tempo morto de acordo com as Equações 3.4 e 3.5 e foram feitas regressões lineares.

### **3.3.3.4. Determinação do parâmetro $\beta$ no fluido Br-Mul**

Como já apresentado, a curva de calibração (Equação 3.6) apresenta comportamento linear, e, portanto, foi proposto determinar o parâmetro  $\beta$  para o fluido Br-Mul a partir da utilização de dois pontos experimentais.

Os dois pontos utilizados foram:

- $\varepsilon_s = 0$  e  $R_0$ ; e
- $\varepsilon_{s0}$  e  $R_i$ .

em que  $R_i$  representa a contagem corrigida de pulsos para a solução homogeneizada ( $t = 0s$ ) e  $R_0$  corresponde a contagem corrigida de pulsos quando percebe-se que o fluido após apresentar um aumento da contagem de pulsos, permanece nesse novo valor por cerca 72% dos dias do experimento. Em outras palavras, após o dia de monitoramento 49 percebeu-se o aumento da contagem de pulsos, significando a diminuição do número de partículas na posição monitorada, já quando o experimento aproximou-se do dia 100 do monitoramento, a contagem de pulsos estabilizou-se em um valor muito maior do que o valor inicial do experimento e permaneceu nesse valor até o final do monitoramento (dia 364). Portanto,  $R_0$  refere-se a um valor da contagem de pulsos entre o dia 100 e 364 do monitoramento.

### 3.3.4. Determinação das curvas de equiconcentrações

A partir das curvas de sedimentação do fluido Br-Mul, foram obtidas as curvas de equiconcentrações para diversas posições do recipiente de testes.

As curvas de equiconcentrações foram obtidas através de análise gráfica. Para um melhor entendimento, a Figura 3.13 apresenta um exemplo de como foi obtido o parâmetro 15% para a posição  $z = 1$  cm.

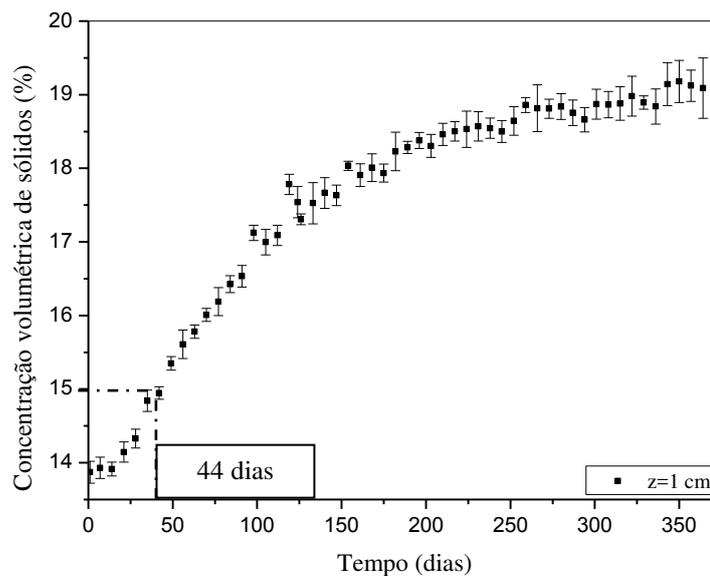


Figura 3.13: Ilustração da obtenção dos dados das curvas de equiconcentrações.

### 3.3.5. Determinação da velocidade de sedimentação de suspensões em fluidos não-newtonianos

A velocidade de sedimentação de suspensões pseudoplástica foi determinada na região de sedimentação livre ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$ ).

A formulação para fluidodinâmica em meios porosos utilizada nesta dissertação foi apresentada no trabalho de Moreira (2014), a qual foi baseada nos trabalhos de d'Ávila (1978) e por Sheid e Massarani (2002).

Para isso, as seguintes hipóteses foram consideradas:

- a sedimentação é um fenômeno unidimensional (direção  $z$ );
- as fases da mistura são incompressíveis;
- o tensor tensão no constituinte sólido é função exclusiva da porosidade local;
- os efeitos de parede podem ser negligenciados.

Com tais considerações, a equação do movimento para o constituinte sólido, com a força resistiva sendo bem representada pela lei de Darcy, pode ser escrita como (d'Ávila, 1978):

$$\rho_s \varepsilon_s \left( \frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) = - \frac{dP_s}{dz} + \frac{\mu v_s}{k(\varepsilon_s)} + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.8)$$

em que  $v_s$  é a velocidade intersticial do sólido,  $P_s$  a pressão sobre os sólidos,  $g$  a gravidade local,  $t$  o tempo.

Ao considerar que a interface superior apresenta velocidade de queda constante nos primeiros instantes e que o efeito de pressão é nulo, a Equação 3.8 foi simplificada para:

$$k(\varepsilon_s) = \frac{\mu v_s}{(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.9)$$

A velocidade de sedimentação das partículas em suspensão tem sido obtida através da inclinação da reta linear obtida no monitoramento da interface descendente fluido-suspensão, como apresentada na Figura 3.14.

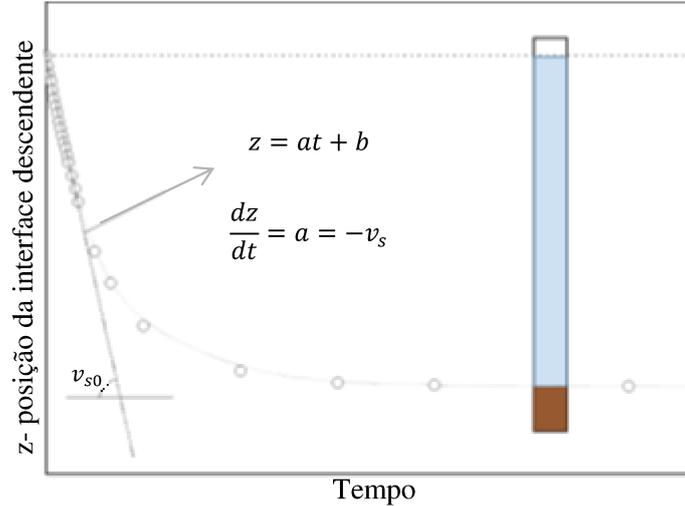


Figura 3.14: Ilustração do monitoramento da interface descendente em um teste de sedimentação em batelada (MOREIRA, 2014).

Quando o fluido está sob baixas taxas de deformação, o fluido comporta-se como fluido newtoniano, portanto, a viscosidade do fluido apresenta valor constante (Seção 2.1.2.1.1.). Portanto, o cálculo da permeabilidade do meio poroso foi realizado utilizando a viscosidade aparente para baixas deformações obtidas pela Equação de Ellis (Equação 2.5), uma vez que o ensaio experimental foi feito deixando o fluido em repouso. Assim, tem-se a Equação 3.10.

$$\eta = \frac{\mu_0}{1 + \left(\frac{\tau_{yx}}{\tau_{1/2}}\right)^{\alpha-1}} \quad (2.19)$$

$$k(\varepsilon_s) = \frac{\mu_0 v_s}{(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.10)$$

### 3.3.6. Determinação da pressão nos sólidos

De posse das distribuições de concentrações volumétricas obtidas no sedimento

formado a partir do teste em sedimentação em batelada no Br-Mul, pode-se determinar a pressão nos sólidos, suposta função somente da concentração local de partículas.

Segundo Damasceno (1992), para determinar a pressão nos sólidos, deve-se considerar as seguintes hipóteses:

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

Assim, com a adoção de tais suposições, as duas equações da continuidade e a equação do movimento para a fase sólida podem ser escritas da seguinte maneira:

$$\frac{d(\varepsilon_s v_s)}{dz} = 0 \quad , \quad \varepsilon_s v_s = q_s \quad (3.11)$$

$$\frac{d(\varepsilon_f v_f)}{dz} = 0 \quad , \quad \varepsilon_f v_f = q_f \quad (3.12)$$

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} (v_f - v_s) + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.13)$$

Substituindo as Equações 3.11 e 3.12 na Equação 3.13, a equação do movimento pode ser escrita da seguinte forma:

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)} \left( \frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_s}{\varepsilon_s} \right) + (\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g \quad (3.14)$$

Supondo que o meio poroso depois de um ano de experimento esteja estático, e assim, as velocidades superficiais do sólido e do líquido são nulas ( $q_s = q_f = 0$ ), pode-se obter a pressão nos sólidos (Equação 3.15):

$$P_s = (\rho_s - \rho_f)g \int_0^L \varepsilon_s dz \quad (3.15)$$

em que  $z$  representa o eixo de referência medido a partir do topo do sedimento de altura  $L$ .

A partir dos dados obtidos pela Equação 3.15, fez-se um ajuste pelo modelo empírico proposto por AROUCA (2007):

$$P_s = a\varepsilon_s^b \quad (3.16)$$

em que  $a$  e  $b$  são parâmetros estimados do modelo de AROUCA (2007).

## CAPÍTULO 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo estão apresentados e discutidos os principais resultados obtidos através de ensaios experimentais reológicos, de teor de componentes presentes no fluido e de sedimentação gravitacional em batelada utilizando a Técnica de Atenuação de Raios Gama.

### 4.1. Determinação dos parâmetros reológicos do fluido

Neste trabalho foram utilizadas três técnicas para a caracterização reológica do fluido de perfuração Br-Mul. Os resultados da caracterização e a discussão estão devidamente mostrados na sequência.

#### 4.1.1. Testes a taxa de cisalhamento constante

Ensaio reológicos com taxa de cisalhamento constante foram realizados no reômetro Brookfield R/S Plus com temperatura controlada em 25°C por meio de um banho termostático. Os resultados obtidos para as taxas de cisalhamentos de 200 s<sup>-1</sup>, 400 s<sup>-1</sup>, 600 s<sup>-1</sup>, 800 s<sup>-1</sup> e 1000 s<sup>-1</sup>, são mostrados na Figura 4.1:

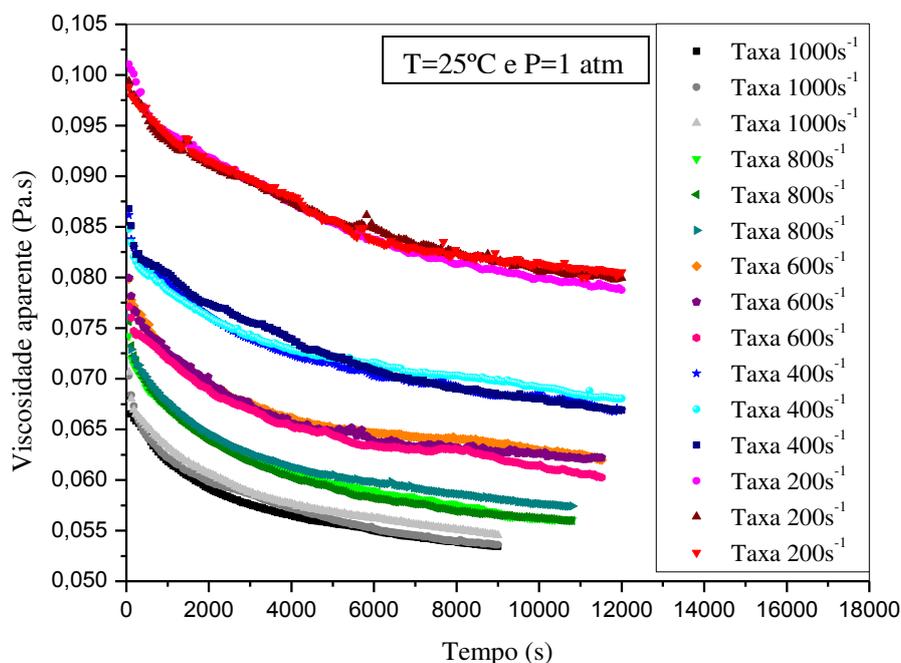


Figura 4.1: Resposta reológica para a aplicação de um taxa de deformação constante ao longo do tempo.

Para Economides *et al.*(1998), o fluido de perfuração não pode apresentar comportamento semelhante aos fluidos ditos newtonianos, que apresentam o mesmo comportamento em repouso ou em movimento. Desta forma, quando o fluido estiver parado, é interessante que ele apresente a maior resistência ao escoamento possível para que os cascalhos que ele carrega permaneçam em suspensão e não se depositem sobre a broca e ao redor da coluna de perfuração. Assim, os fluidos de perfuração são ditos tixotrópicos, ou seja, se liquefazem quando em movimento e retornam ao estado quase rígido quando em repouso, estando este comportamento relacionado com a força gel.

Ao analisar a Figura 4.1, verifica-se que a viscosidade aparente ( $\eta$ ) do fluido Br-Mul diminui ao longo do tempo para uma taxa de deformação constante até alcançar uma viscosidade de equilíbrio, indicando que o fluido não somente é dependente da temperatura, da pressão, e da taxa de deformação como um fluido pseudoplástico, mas também do tempo. Assim, caracteriza-se o fluido Br-mul como sendo um fluido pseudoplástico dependente do tempo, também conhecido como fluido tixotrópico.

As Figuras que apresentam as médias e os desvios padrão de cada taxa de deformação estão dispostas no Apêndice A.

#### **4.1.2. Reograma e curva de viscosidade do fluido**

Para esta dissertação, foram realizados testes para obtenção de valores de viscosidade aparente para diferentes taxas de deformação ( $200 \text{ s}^{-1}$ ,  $400 \text{ s}^{-1}$ ,  $600 \text{ s}^{-1}$ ,  $800 \text{ s}^{-1}$  e  $1000 \text{ s}^{-1}$ ) para tempos que variaram de 0 a 12000 segundos. Tal viscosidade só pôde ser encontrada após o fluido ter entrado em estado estacionário ( $t_{ss}$ ), ou seja, não haver mais variação da tensão de cisalhamento com o tempo.

Desta forma, após realizar testes com a taxa de deformação constante, foi possível obter os valores de viscosidade aparente e de tensão de cisalhamento em  $t_{ss}$  para as diferentes taxas de deformação constantes. Após a obtenção de tais valores foram apresentadas duas formas gráficas utilizadas para caracterização de um fluido: a curva de viscosidade (Figura 4.2) e a curva de escoamento (Figura 4.3).

Os dados de tensão de cisalhamento e de viscosidade aparente foram utilizados para calcular o melhor ajuste para o fluido Br-Mul, como apresentado na Tabela 4.1.

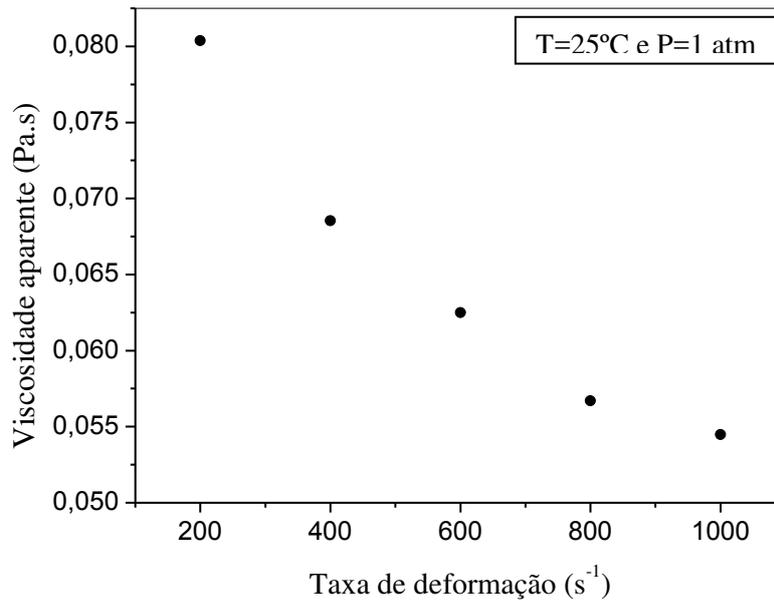


Figura 4.2: Curva de viscosidade para o fluido Br-Mul.

Pela análise da Figura 4.2, ou seja, levando-se em conta somente a dependência com temperatura, pressão e taxa de deformação, observou-se que a viscosidade aparente do Br-Mul diminuiu com o aumento da taxa de deformação. Desta forma, a partir da curva de escoamento apresentada, o fluido apresenta comportamento pseudoplástico.

Tabela 4.1: Coeficiente de correlação linear para os modelos de Power-law, Carreau e Ellis.

<b>Modelo</b>	<b>r</b>
<b>Power-law</b>	0,9997
<b>Carreau</b>	0,9988
<b>Ellis</b>	0,9978

A seguir está a Figura 4.3. Ela mostra o diagrama de tensão cisalhante em função da taxa de deformação utilizando o melhor ajuste obtido, o modelo de Power-law.

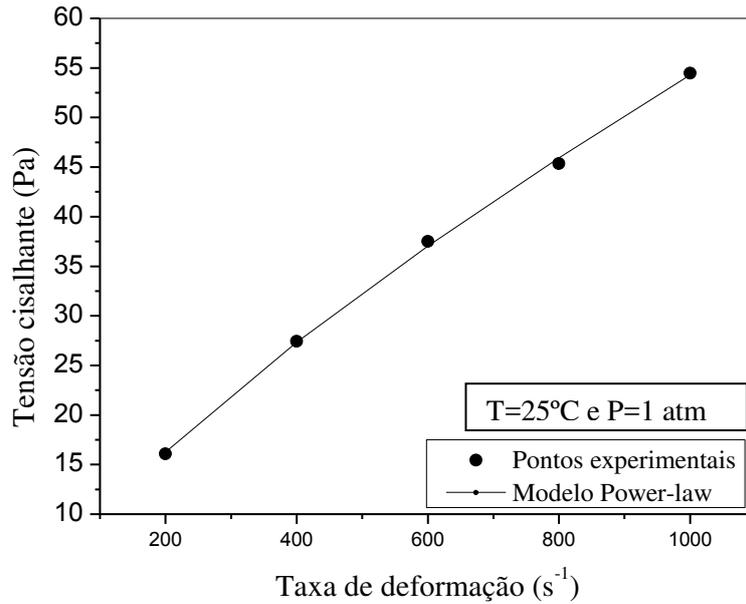


Figura 4.3: Tensão cisalhante em função da taxa de deformação para o modelo de Power-law ajustando os pontos experimentais.

Os parâmetros estimados do modelo de Power-law ( $m$  e  $n$ ), Equação 2.3, estão dispostos na Tabela 4.2:

$$\tau_{rz} = m (\dot{\gamma}_{rz})^n \quad (2.20)$$

Tabela 4.2: Parâmetros do modelo Power-law.

Parâmetros	
$m$	0,307
$n$	0,749

O parâmetro  $n$  quando menor do que 1 indica a pseudoplasticidade do fluido, portanto, este fluido apresenta características pseudoplásticas.

### 4.1.3. Histerese

A técnica para avaliar a presença de histerese foi conduzida ao aplicar um pré-cisalhamento de  $1050 \text{ s}^{-1}$  durante um minuto. Após isto, eram iniciadas as medidas da tensão de cisalhamento enquanto a taxa de deformação aplicada ao fluido era aumentada de  $1 \text{ s}^{-1}$  até o valor de  $1050 \text{ s}^{-1}$ . Em seguida a taxa de deformação era reduzida até aproximadamente zero, como mostrado na Figura 4.4.

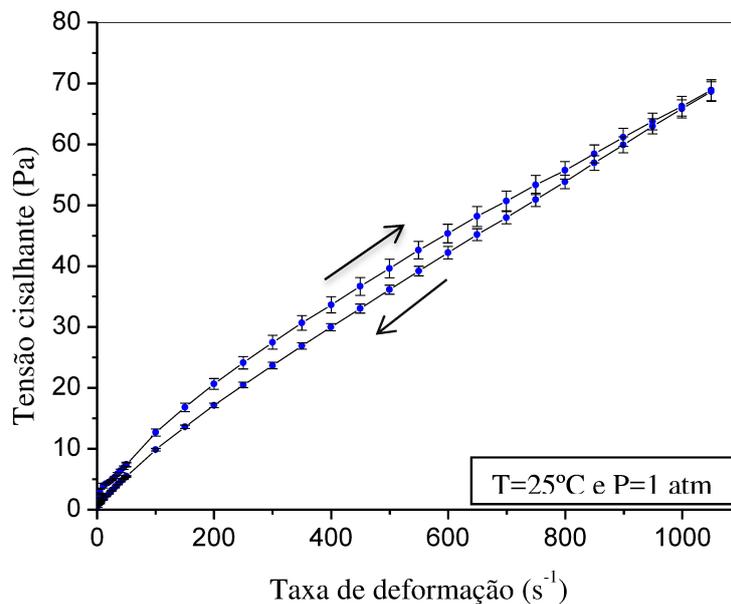


Figura 4.4: Curva crescente e decrescente para a tensão cisalhante em função da taxa de deformação.

Machado (2002) afirma que algumas interpretações equivocadas podem surgir durante a análise do comportamento tixotrópico dos fluidos, pois o aumento da viscosidade com o tempo de duração do cisalhamento pode acontecer devido a outros fenômenos, físicos e químicos, tais como perda de solvente por evaporação ou cristalização. Nesses casos, não se observa reversibilidade no comportamento do líquido, o que descaracteriza o comportamento como dependente do tempo, pois a histerese das curvas do fluxo de vários ciclos não são idênticas.

Machado (2002) também apresenta que as curvas de fluxos e a magnitude da histerese podem ser influenciadas pela programação de velocidade do viscosímetro ou

reômetro. Se o tempo de duração do cisalhamento não for suficiente para o fluido alcançar o estado estacionário no estudo da interdependência entre tensão e taxa de cisalhamento, então o valor da tensão determinada não corresponderá à realidade, afetando o ciclo de histerese.

Mewis e Wagner (2009) afirmam que os fluidos tixotrópicos exibem pequena diferença entre as curvas crescentes e decrescentes quando se conduz a técnica de histerese com lenta variação na taxa de deformação. Os autores explicam que tal comportamento ocorre, pois, nas análises do fluido realizadas em condições que dependem maior quantidade tempo, as microestruturas do fluido aproximam-se do estado estacionário. Por este motivo, verifica-se uma pequena diferença entre as curvas de ida e de volta.

Assim, pela análise da Figura 4.4, observa-se que para uma mesma temperatura e pressão, o fluido teve comportamento reversível e que a curva de aumento de taxa de deformação apresenta valores de tensão cisalhante maiores do que os valores de diminuição da taxa, portanto, pode-se caracterizar o fluido Br-Mul como sendo um fluido tixotrópico.

#### 4.2. Cálculo do teor de sólidos na suspensão de Br-Mul

A determinação dos teores mássico da suspensão de Br-Mul foi obtida conforme apresentado na Seção 3.1.3, e está apresentado na Tabela 4.3.

Tabela 4.3: Teores mássicos do fluido Br-Mul.

Teor de água	27,3%
Teor de n-parafina	37,3%
Teor de sólidos	35,4%

Por meio deste experimento (Seção 3.1.3) e utilizando os valores obtidos experimentalmente de densidade de fluido e dos sólidos, foi calculada a concentração volumétrica de sólidos na suspensão homogeneizada,  $\varepsilon_{s0} = 13,91\%$ .

### 4.3. Cálculo do tempo de resolução do sistema de detecção

O tempo de resolução do sistema de detecção é o tempo de processamento do sistema. Ele que faz a correção da leitura indireta de concentração volumétrica de partículas obtidas pela TARG. Para realização do cálculo, foi utilizada a Equação 3.1 e realizado o procedimento experimental descrito na Seção 3.2.2.3.

$$\tau = \frac{I_{AB} - I_A - I_B + I_{BG}}{I_A^2 + I_B^2 - I_{AB}^2} \quad (3.2)$$

Os valores médios de trinta contagens de pulsos para as diferentes situações de atenuação estão dispostas na Tabela 4.4.

Tabela 4.4: Parâmetros para a determinação do tempo de resolução do sistema.

	Média das contagens de pulsos
$I_{AB}$	2244,4
$I_A$	1513,9
$I_B$	1094,8
$I_{BG}$	0,24

Com as contagens apresentadas na Tabela 4.4 foi possível determinar  $\tau = (240 \pm 50) \mu\text{s}$ . Esse valor está próximo do valor reportado por MOREIRA (2014).

### 4.4. Cálculo do parâmetro $\beta$

Como já mencionado na Seção 3.3.3, nesta dissertação foi proposta uma nova metodologia para o cálculo deste parâmetro. Desta forma, a seguir, serão apresentados os valores de  $\beta$  calculados por regressão linear a partir da metodologia presente na literatura (Figura 4.5) e a proposta neste trabalho (Figura 4.6) para uma suspensão de carbonato de cálcio em solução de carboximetilcelulose 0,6% m/m.

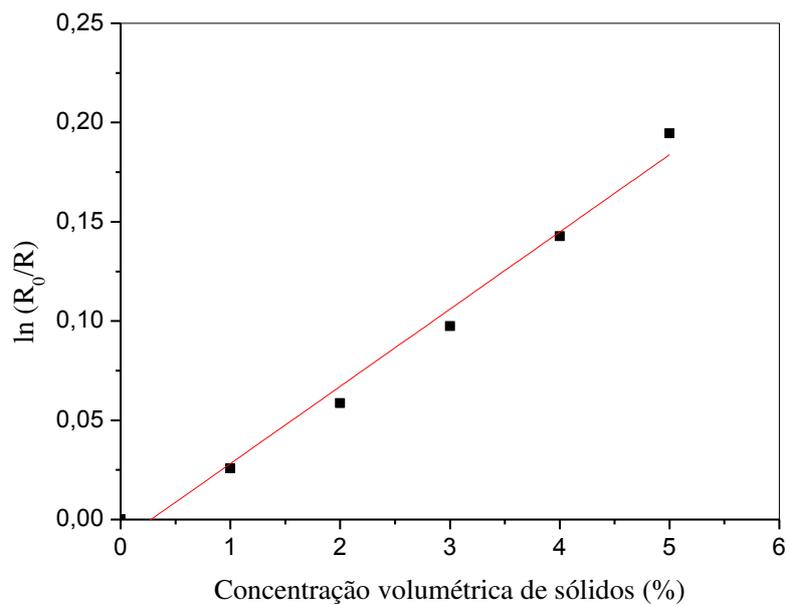


Figura 4.5: Curva de calibração para o carbonato de cálcio pela metodologia da literatura.

O valor do parâmetro  $\beta$  obtido ao realizar a metodologia encontrada na literatura foi de  $0,039 \pm 0,002$  com coeficiente de correlação  $r^2 = 0,981$ .

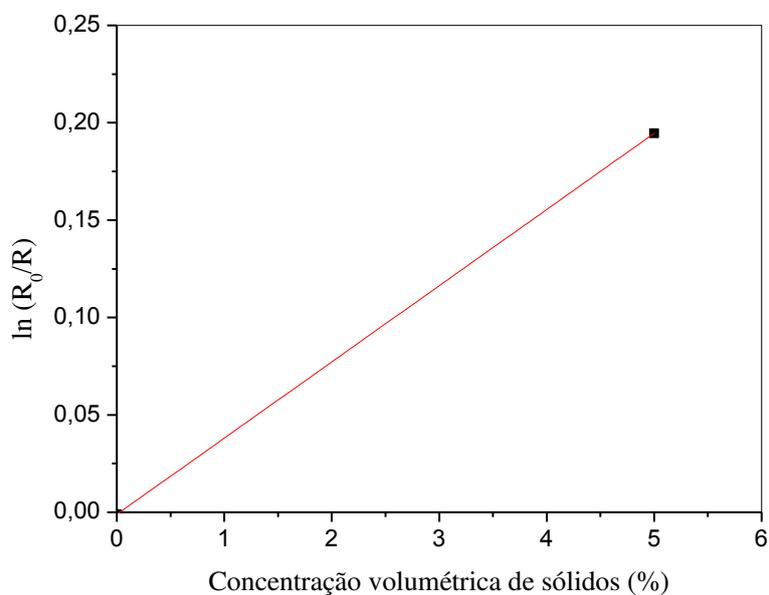


Figura 4.6: Curva de calibração para o carbonato de cálcio utilizando metodologia proposta.

O valor do parâmetro  $\beta$  obtido ao realizar a metodologia proposta nesta dissertação foi de 0,039.

Desta forma, a metodologia proposta pode ser utilizada para determinação de  $\beta$ . No entanto, deve-se deixar a suspensão sedimentar durante um tempo suficiente para que não haja mais partículas na posição que será feita a contagem dos pulsos, ou seja, deve-se fazer a coleta de dados no líquido clarificado e considerar que os diferentes sólidos presentes na suspensão sedimentam na mesma velocidade.

Após validar a metodologia proposta, foi realizada a determinação do  $\beta$  para a suspensão do Br-Mul. Na Figura 4.7, está apresentada a curva de calibração para o fluido de perfuração de poços.

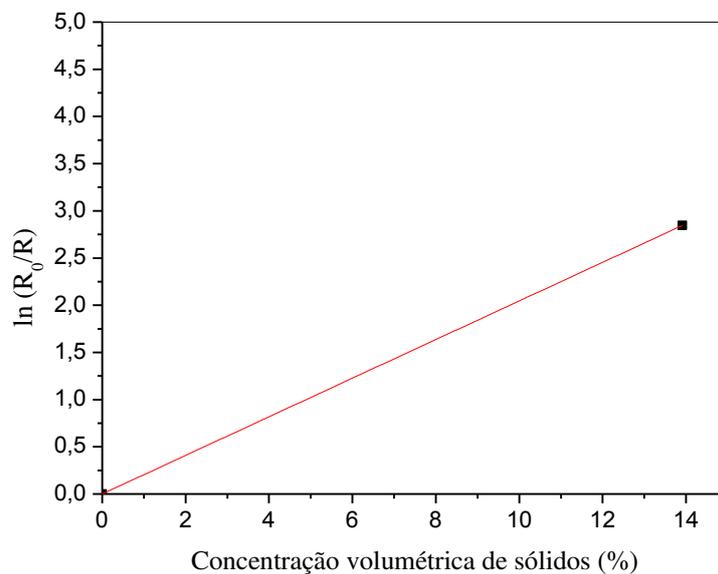


Figura 4.7: Curva de calibração para o fluido Br-Mul.

O valor do parâmetro  $\beta$  obtido ao realizar a metodologia proposta nesta dissertação para o Br-Mul foi de 0,205.

Assim, pode-se dizer que o parâmetro  $\beta$  encontrado para o fluido de perfuração é melhor do que os encontrados para o sólido carbonato de cálcio em solução de carboximetilcelulose. Isto porque, uma variação pequena nos valores de  $\ln(R_0/R)$  resulta em uma variação maior na suspensão de carbonato de cálcio do que no fluido Br-Mul. Desta forma, possíveis erros aleatórios na obtenção das contagens de pulsos

resultam em menores variações na concentração volumétrica de sólidos para o fluido de perfuração.

#### 4.5. Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para diferentes posições do recipiente de testes

Depois de determinada a curva de calibração, foi realizado um ensaio experimental de sedimentação em batelada com o Br-Mul para a determinação da distribuição das concentrações volumétricas das partículas pertencentes ao fluido por meio da Técnica de Atenuação de Raios Gama. A análise da sedimentação do fluido foi feita durante um ano de experimento com aproximadamente 500 mL de suspensão, a altura dessa quantidade de fluido na vidraria foi de 21 cm.

A suspensão utilizada na perfuração de poços de petróleo possuía concentração volumétrica de  $\varepsilon_{s0} \cong 14\%$  e, de acordo com a empresa Petrobrás S.A., a barita é um dos sólidos presentes na suspensão. A Figura 4.8 apresenta os resultados do monitoramento da concentração local de sólidos ao longo de um ano para todas as posições monitoradas do recipiente de testes.

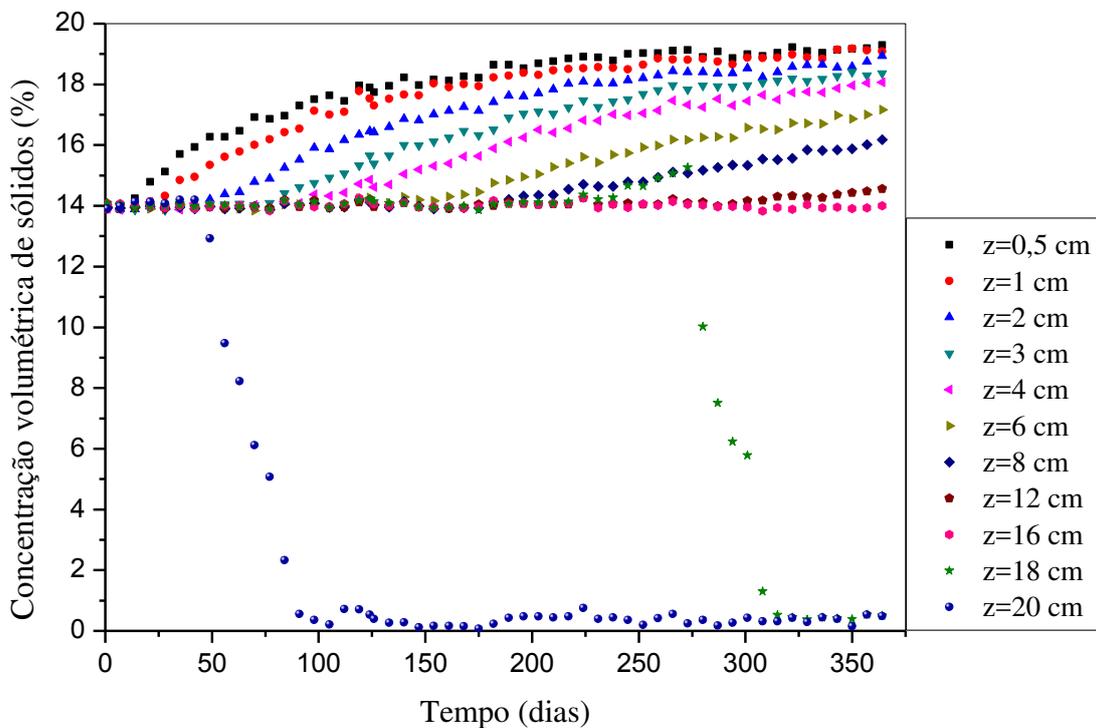


Figura 4.8: Monitoramento da variação da concentração de sólidos no fluido Br-Mul adensado com barita como função do tempo e ao longo do recipiente de testes.

Os resultados desta seção indicam a existência de três comportamentos de curvas durante o experimento. Nas posições próximas a base, observou-se que a concentração local de sólidos aumentou continuamente até tender a estabilização. Essas posições foram classificadas como comportamento I. Nas posições intermediárias do recipiente de teste, verificou-se que as concentrações ainda se mantem iguais à concentração inicial da suspensão (comportamento II). Nas últimas posições monitoradas nesse experimento ( $z=18$  cm e  $20$  cm), chamada de comportamento III, a concentração permaneceu constante por algum tempo e depois reduziu até próximo de zero.

#### 4.5.1. Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para as posições próximas à base e intermediárias

A Figura 4.9 apresenta os resultados do monitoramento da concentração local de sólidos ao longo do tempo para os comportamentos I e II. Nessas posições do recipiente de testes, a concentração de sólidos aumenta continuamente até apresentar tendência de estabilizar ou permanecem constantes desde o início do monitoramento até o último dia de monitoramento.

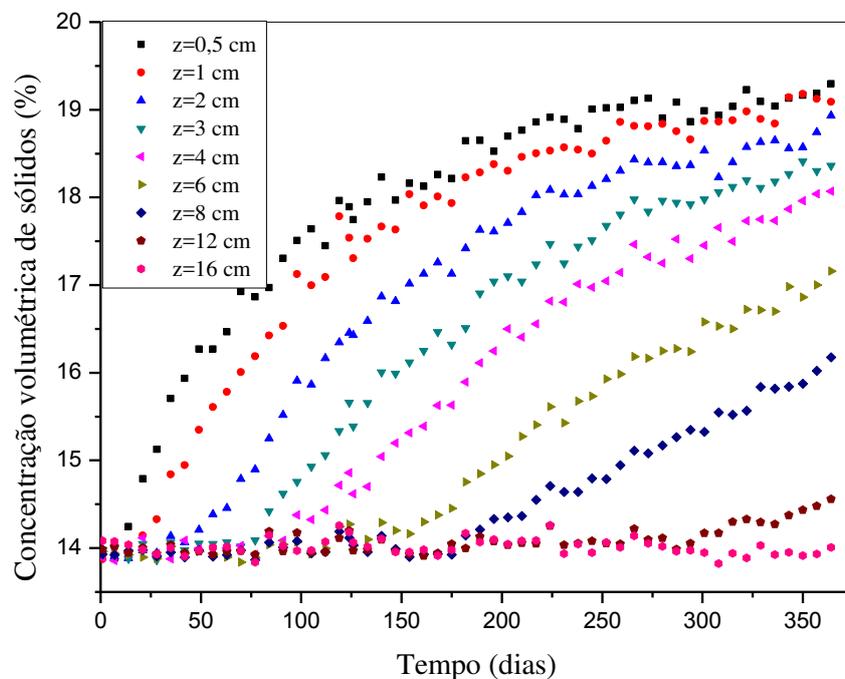


Figura 4.9: Monitoramento da variação da concentração de sólidos no fluido Br-Mul adensado com barita ao longo do tempo de comportamento I e II.

Na Figura 4.9, nota-se que o início do aumento da concentração de sólidos não aconteceu de forma rápida, diferentemente do que foi observado nos experimentos feitos em outros fluidos não-newtonianos por Moreira (2014). Neles, o autor verificou um aumento imediato (ou quase imediato) da concentração de sólidos ao longo do tempo após o processo de homogeneização. O autor menciona que tal fato ocorreu devido à formação de aglomerados de partículas.

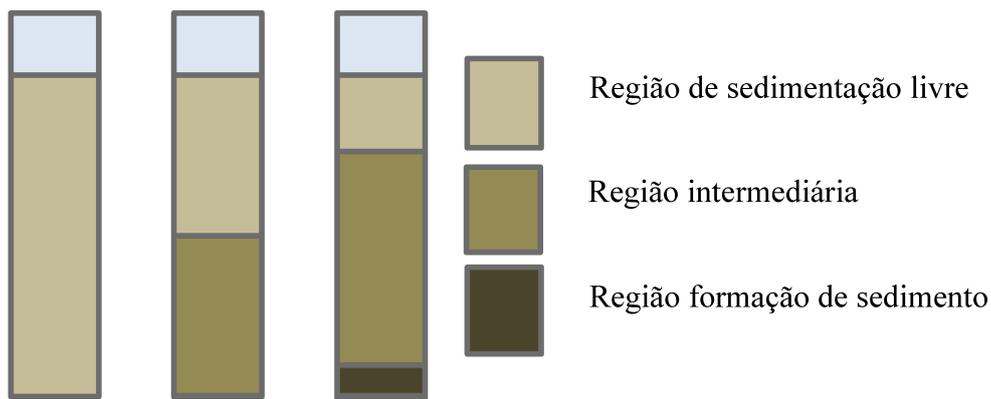
Pela análise da Figura 4.9, pode-se pressupor que, inicialmente, as partículas maiores alcançam a base do recipiente mais rapidamente e as partículas menores, após certo tempo, preenchem os interstícios vazios, aumentando a concentração de sedimento até a condição final de estabilidade (Coe e Clewenger, 1916 apud Comings, 1940; Work e Kohler, 1940; Arouca, 2007 e Moreira, 2014).

Ainda de acordo com a Figura 4.9, observou-se que 3 regiões apresentadas por Kynch (1952) foram monitoradas. São elas:

- inicialmente, de  $t = 0$  dias até aproximadamente  $t = 20$  dias, a solução está toda homogeneizada e, portanto,  $\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$ ;

- nos monitoramentos feitos entre  $t = 21$  dias e  $t = 249$  dias, foram observadas duas regiões: a intermediária, na qual a concentração de partícula está entre a máxima (concentração do sedimento) e a concentração inicial da suspensão ( $\varepsilon_{sm} < \varepsilon_s < \varepsilon_{s0}$ ), e a região de sedimentação livre. Nesta, a concentração volumétrica de partícula é igual à concentração inicial da suspensão ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$ );

- de  $t = 250$  dias a  $t = 364$  dias, percebeu-se que as posições mais próximas à base ( $z = 0,5$  cm e  $z = 1$  cm) possuem os maiores valores de concentração volumétrica de partículas obtidos durante todo o experimento ( $\varepsilon_s \cong 19\%$ ) e não mostrando tendência de aumentar esse valor. Também foram notadas as regiões intermediária ( $z = 2$  cm a  $z = 12$  cm) e de sedimentação livre ( $z = 16$  cm) durante esse último período de monitoramento. A Figura 4.10 apresenta esses três períodos de monitoramento segundo as regiões de Kynch (1952).



t= 0 à 20 dias    t= 21 à 249 dias    t= 250 à 364 dias

Figura 4.10: Ilustrações das regiões apresentadas por Kynch (1952) presentes na sedimentação no Br-Mul.

Já ao avaliar a inclinação das curvas de sedimentação, como apresentado nas Figura 4.11 à 4.19, verifica-se que quanto mais próxima da base do recipiente de testes, mais inclinadas são as curvas de sedimentação.

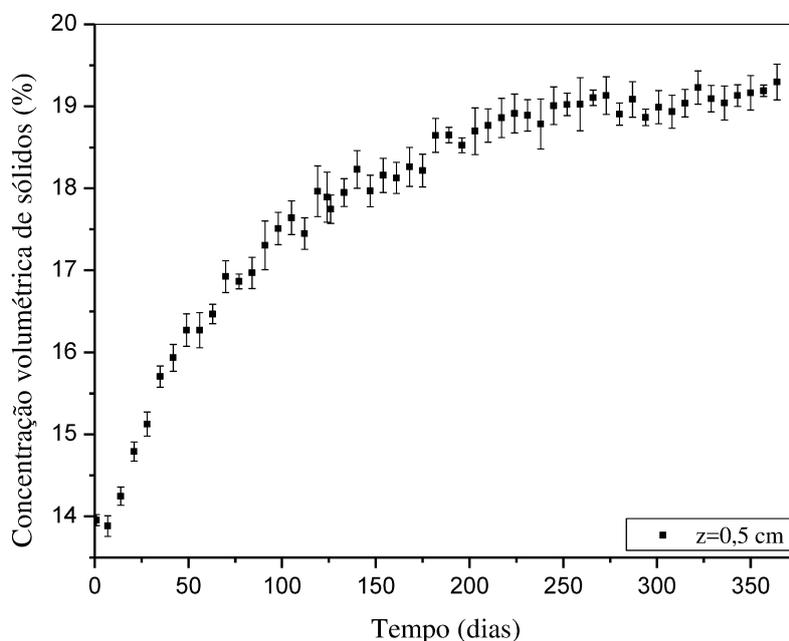


Figura 4.11: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=0,5$  cm acima da base.

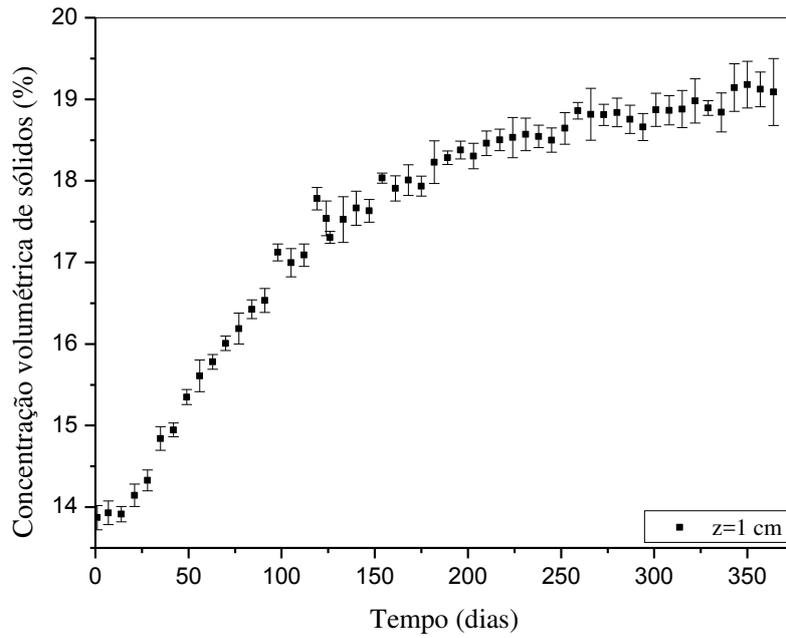


Figura 4.12: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=1$  cm acima da base.

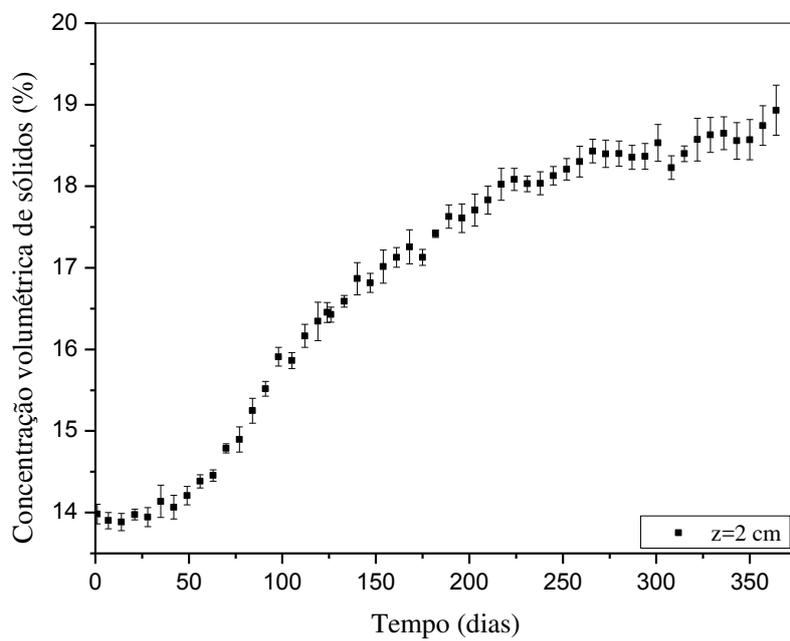


Figura 4.13: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=2$  cm acima da base.

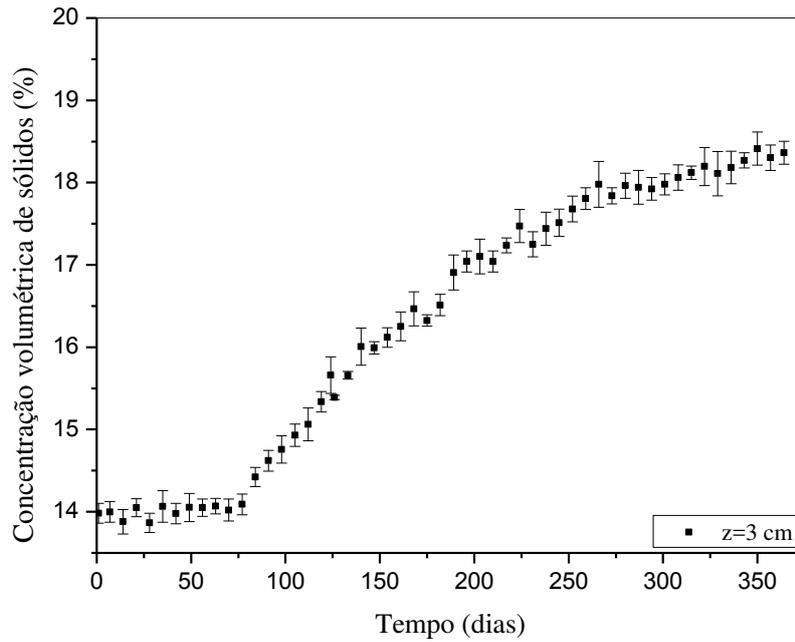


Figura 4.14: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=3$  cm acima da base.

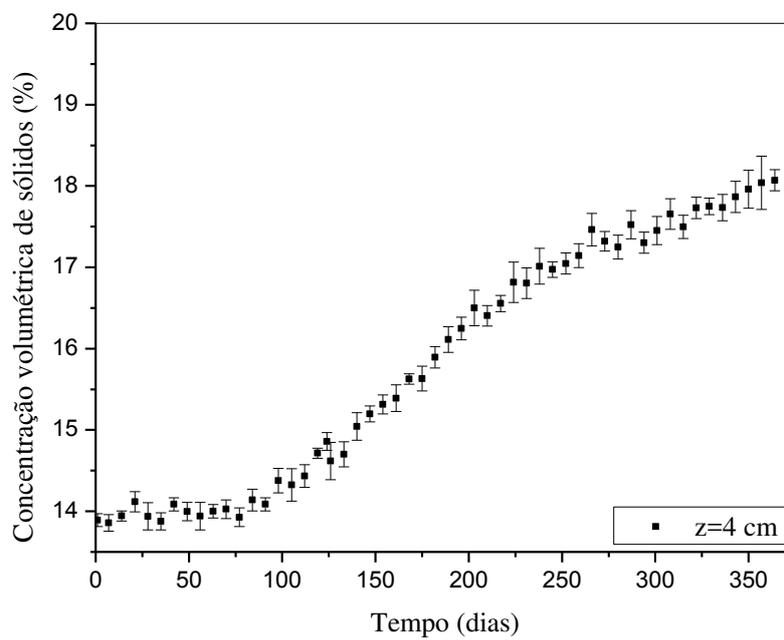


Figura 4.15: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=4$  cm acima da base.

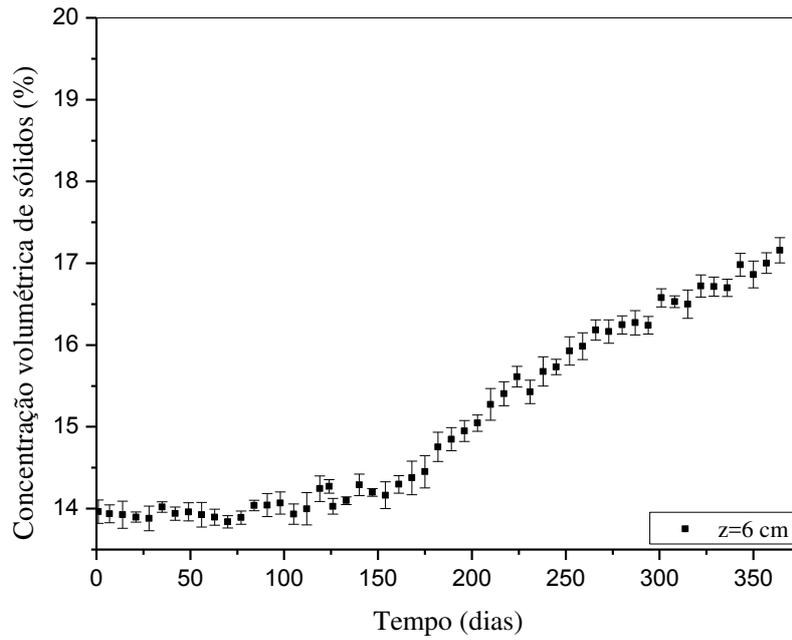


Figura 4.16: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=6$  cm acima da base.

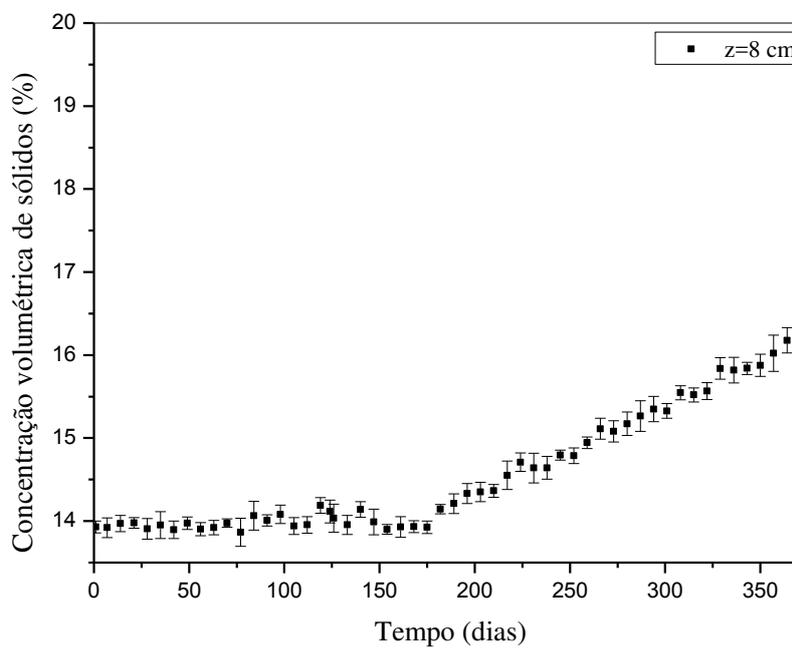


Figura 4.17: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=8$  cm acima da base.

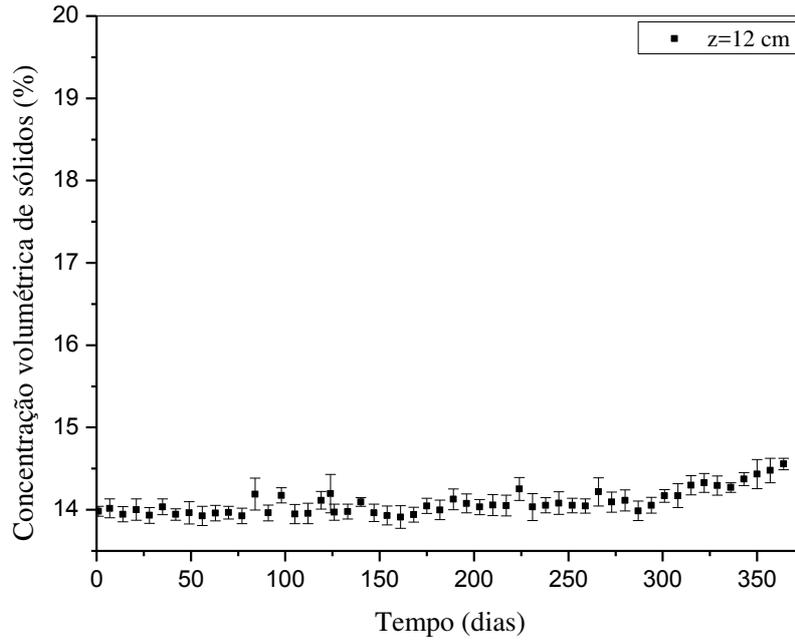


Figura 4.18: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=12$  cm acima da base.

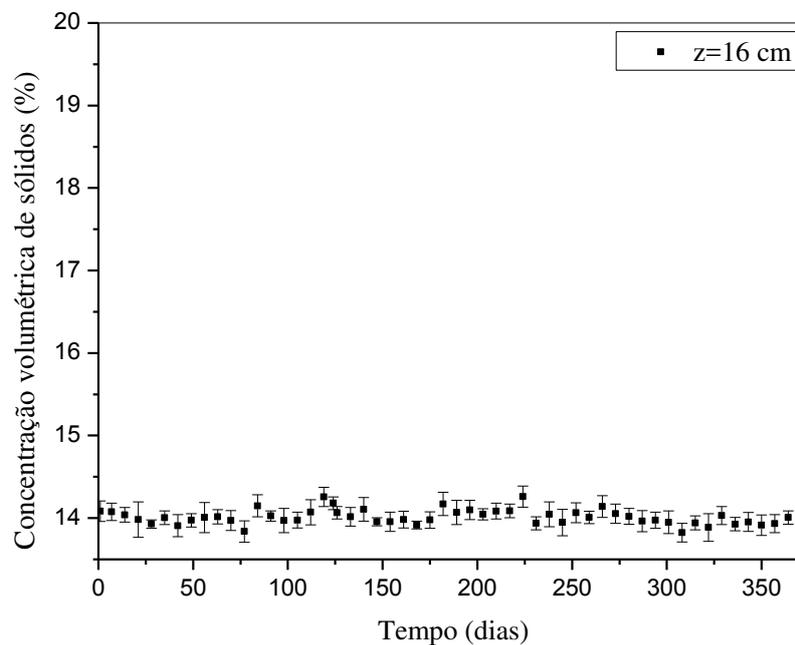


Figura 4.19: Monitoramento da sedimentação gravitacional no fluido Br-Mul para a posição  $z=16$  cm acima da base.

Ao se comparar as Figuras 4.11 a 4.19 observa-se que as curvas de sedimentação apresentam inclinações diferentes. Nelas, nota-se que as inclinações

diminuem com o aumento da posição do monitoramento do experimento, ou seja, a curva que apresenta maior inclinação foi obtida na posição  $z= 0,5$  cm acima da base e de menor inclinação foi obtida em  $z= 12$  cm.

Este comportamento pode ser explicado quando se leva em consideração que o Br-Mul contém uma mistura de sólido e, portanto, segundo Arouca (2007) e Moreira (2014), variáveis como densidade, tamanho e forma, influenciam na velocidade de sedimentação das partículas.

#### 4.5.2. Monitoramento da variação da concentração de sólidos ao longo do tempo para as posições próximas ao topo do fluido

A Figura 4.20 apresenta os resultados do monitoramento da concentração local de sólidos ao longo do tempo da proveta de testes para as posições 18 e 20 cm.

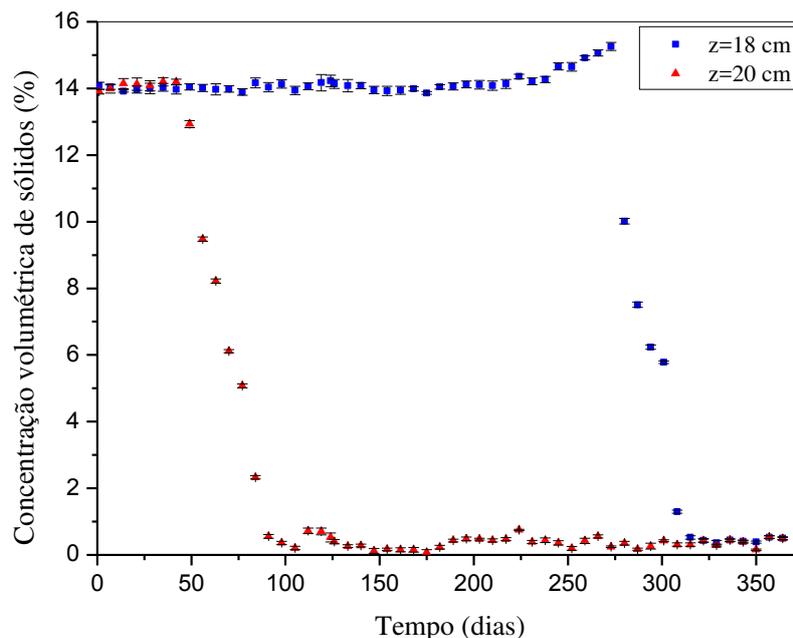


Figura 4.20: Monitoramento da variação da concentração de sólidos do fluido Br-Mul ao longo do tempo para as posições próximas ao topo do fluido.

Nota-se na Figura 4.20 que a concentração de sólidos para essas posições permaneceu constante por um período e depois diminuiu para valores próximos de zero. Tal comportamento foi devido à passagem da descontinuidade superior diante do sistema de monitoramento de concentração de sólidos.

Observou-se também que para a posição  $z=18$  cm, a concentração aumentou antes de diminuir para próximo de zero. Este comportamento de aumento da concentração foi observado somente em 9,6% da duração do experimento para esta posição. Segundo a teoria de Kynch (1952), este comportamento está relacionado com o aumento da região intermediária antes da concentração de sólidos ser próxima de zero. Para exemplificar melhor o ocorrido, será utilizada uma adaptação da Figura 2.10:

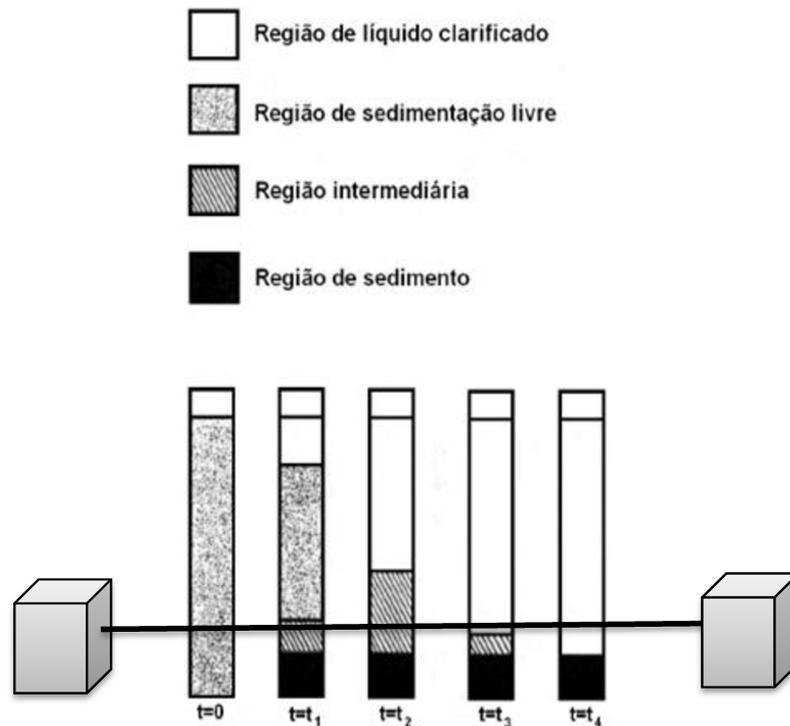


Figura 4.21: Exemplificação do monitoramento na posição  $z=18$  cm. (adaptado de DAMASCENO, 1992).

Assim, supondo que na Figura 4.21 o monitoramento tenha sido feito na posição  $z=18$  cm, percebe-se que o monitoramento da concentração pode passar pela região de concentração intermediária, portanto, concentração maior do que a concentração inicial da suspensão, antes do monitoramento apresentar concentração de sólidos próxima de zero.

Já a duração da redução da concentração nessas posições ocorreu de forma linear e lenta. Para a posição  $z=20$  cm o tempo necessário para que o fluido reduzisse da concentração da inicial até a concentração próxima de zero foi de aproximadamente 90 dias e para  $z=18$  cm, o tempo necessário foi de aproximadamente 315 dias. Portanto, mesmo que a coleta dos dados pela técnica TARG tenha sido realizada somente uma

vez por semana, foi possível observar a passagem da descontinuidade descendente. Ela foi facilmente observada nesse experimento devido à diferença de coloração apresentada pelo fluido (Figura 4.22).

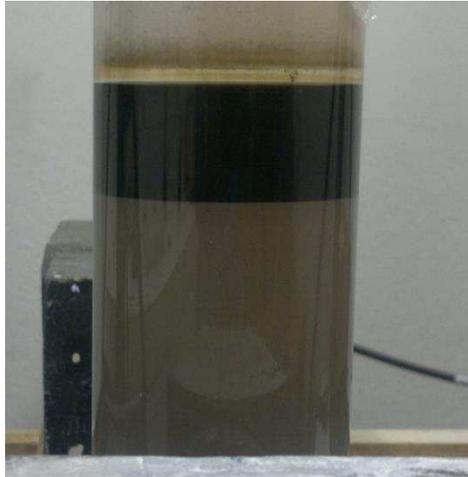


Figura 4.22: Fotografia do experimento ao final da sedimentação do Br-Mul.

Apesar de na literatura (KYNCH, 1952) essa região ser denominada de região de líquido clarificado, no Br-Mul ela apresentou coloração escura. A Figura 4.22 apresenta uma fotografia do recipiente de teste no final do experimento.

#### **4.5.3. Curvas de equiconcentrações**

##### **4.5.3.1. Curvas de equiconcentrações para as posições próximas a base e intermediárias**

As curvas de equiconcentrações foram feitas para melhor avaliar as características dos materiais sólidos sedimentando no fluido de perfuração de poços de petróleo Br-Mul.

Para as curvas que apresentaram comportamento I e II, foram obtidos os tempos em que as concentrações atingiam o valor de  $\varepsilon_s=15\%$ ,  $\varepsilon_s=16\%$ ,  $\varepsilon_s=17\%$ ,  $\varepsilon_s=18\%$  e  $\varepsilon_s=19\%$ .

A Figura 4.23 apresenta as curvas de equiconcentrações para essas posições.

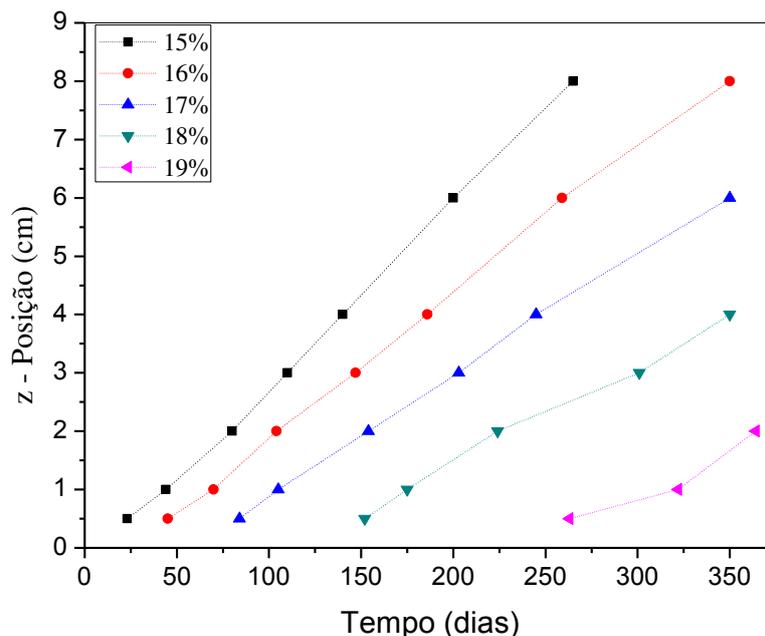


Figura 4.23: Curvas de equiconcentrações para as curvas de comportamento I e II.

Na Figura 4.23 foi observado que as curvas de equiconcentrações associadas à formação do sedimento apresentam inclinações distintas. Portanto, a sedimentação não ocorreu a uma taxa constante.

Notou-se também a relação existente entre o tempo de surgimento da curva de equiconcentrações com a concentração, ou seja, as curvas que representam as concentrações maiores demoram mais para surgir.

Outra observação feita foi que, diferentemente do apresentado por Kynch (1952), as curvas de equiconcentrações não são retas que partem da origem. Para os autores Concha e Bustos (1987) e Arouca (2006), tal comportamento está relacionado com a compressão do sedimento ocasionada pelas camadas de sólidos superiores.

#### 4.5.3.2. Curvas de equiconcentrações para as posições próximas ao topo do fluido Br-Mul

Foram obtidas curvas de equi-contracção de 75% ( $t_{0,75}$ ), 50% ( $t_{0,5}$ ) e 25% ( $t_{0,25}$ ) da concentração volumétrica inicial para as curvas de comportamento III.

Como a concentração inicial do Br-Mul utilizado era de aproximadamente 14%, foi determinado o tempo necessário para que a concentração chegasse em  $\varepsilon_s =$

10,5% ( $t_{0,75}$ ),  $\varepsilon_s = 7\%$  ( $t_{0,5}$ ),  $\varepsilon_s = 3,5\%$  ( $t_{0,25}$ ), (Figura 4.24).

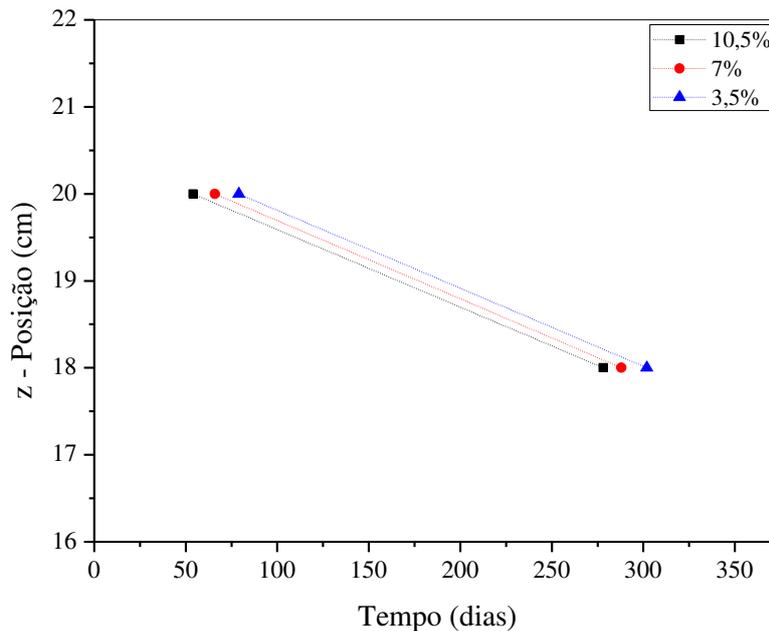


Figura 4.24: Curvas de equiconcentrações para as posições  $z = 18$  e  $20$  cm.

Devido ao comportamento do fluido que necessita de um tempo muito longo para que a sedimentação tenha finalizado, não foi observado que a descontinuidade descendente fosse monitorada na posição  $z = 16$  cm acima da base. Sendo assim, realizando o monitoramento durante um ano, somente foi observada a redução da concentração de sólidos nas duas posições mais altas do monitoramento ( $z = 18$  cm e  $z = 20$  cm), este fato impossibilita a discussão do comportamento da curva de equiconcentrações.

Apesar disso, foi possível a análise das distâncias entre as curvas. Nota-se, neste caso, que a distância entre as curvas de concentração de  $\varepsilon_s = 10,5\%$  para  $\varepsilon_s = 7\%$  foi praticamente constante, portanto, a queda da concentração em cada posição monitorada teve o mesmo comportamento.

Para melhor visualização, a Figura 4.25 apresenta as curvas de equiconcentrações para todas as posições possíveis.

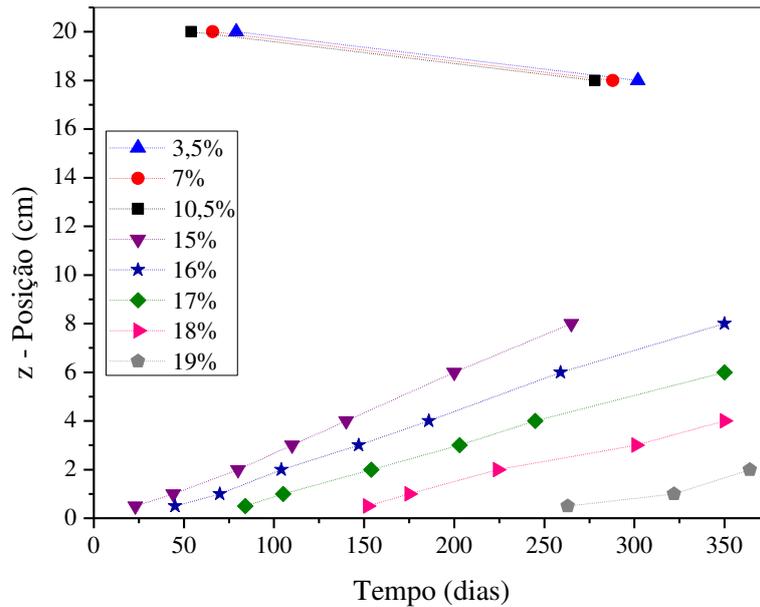


Figura 4.25: Curvas de equiconcentrações.

#### 4.5.4. Velocidade de sedimentação das partículas constituintes do Br-Mul e permeabilidade do meio poroso

A velocidade de sedimentação das partículas pertencentes ao fluido Br-Mul foi determinada utilizando a TARG. Embora o fluido tenha sido mantido em experimento por um ano, só foi possível o monitoramento da interface em duas posições,  $z = 18$  cm e  $z = 20$  cm, e, portanto, o cálculo da velocidade de sedimentação foi realizado utilizando somente dados referentes a essas posições (Figura 4.26).

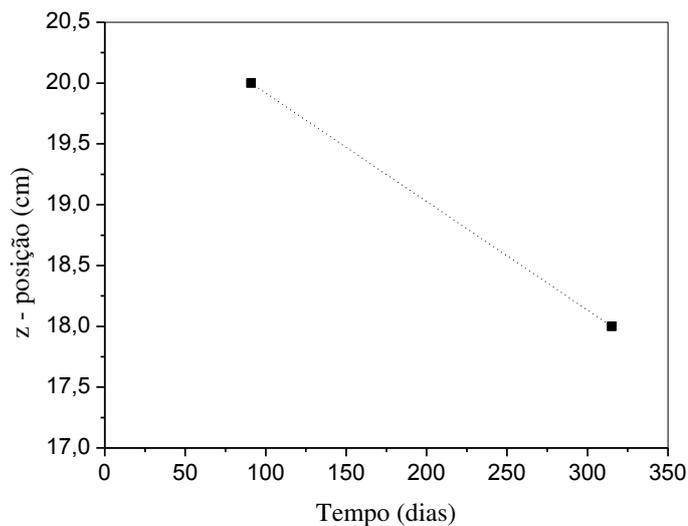


Figura 4.26: Passagem da interface superior descendente em função do tempo no fluido Br-Mul.

A partir da inclinação da curva apresentada na Figura 4.26, foi obtida a velocidade de sedimentação das partículas pertencentes ao próprio fluido. O valor encontrado foi de  $v_s = 1,03 \times 10^{-9} \text{m/s}$ .

Com o valor de velocidade de sedimentação das partículas no Br-Mul e utilizando a Equação 3.10, calculou-se a permeabilidade do meio poroso.

$$k(\varepsilon_s) = \frac{\mu_0 v_s}{(\rho_s - \rho_f) \varepsilon_s g} \quad (3.10)$$

Conforme apresentado na Seção 2.1.2.1.1., a maioria dos fluidos pseudoplásticos formados por soluções poliméricas exibem comportamento newtoniano quando estão submetidos a uma taxa de cisalhamento muito baixa ou muito alta. Portanto, para o cálculo da permeabilidade do meio poroso foi utilizada a viscosidade aparente para baixas deformações ( $\mu_0=0,151$ ) calculada pela Equação de Ellis (Equação 2.5):

$$\eta = \frac{\mu_0}{1 + \left(\frac{\tau_{yx}}{\tau_{1/2}}\right)^{\alpha-1}} \quad (2.21)$$

Assim, a permeabilidade obtida foi de  $7,30 \times 10^{-16} \text{m}^2$ .

#### **4.5.5. Pressão nos sólidos como função da concentração**

A determinação da pressão nos sólidos permite que seja avaliada a compressibilidade da mistura de materiais obturantes contidos no fluido.

De posse da distribuição de concentração ao longo do sedimento formado para o tempo de um ano de experimento, foi feito dois possíveis ajustes para a determinação da pressão nos sólidos. Na Tabela 4.5, estão apresentados os parâmetros e o coeficiente de correlação para cada ajuste. Os quais foram realizados para as posições em que foram verificadas, pelas distribuições de concentração (seção 4.5.1), aumento da concentração durante o tempo do experimento ( $z=0 \text{ cm}$  até  $z=12 \text{ cm}$ ).

Tabela 4.5: Parâmetro e coeficiente de correlação para os ajustes da distribuição de concentração do sedimento.

	Parâmetros			Coeficiente de correlação
	a	b	c	r <sup>2</sup>
$\varepsilon_s = \frac{c + az}{1 + bz}$	0,015	0,049	0,135	0,997
$\varepsilon_s = e^{a+bz}$	1,917	0,024	-	0,992

A equação que apresentou melhor ajuste para os dados experimentais foi a:

$$\varepsilon_s = \frac{c + az}{1 + bz} \quad (5.1)$$

Apesar dessa equação apresentar três parâmetros, ela apresentou um melhor coeficiente de correlação (r<sup>2</sup>) e portanto, será utilizada para o cálculo da pressão nos sólidos com a Equação (3.12):

$$P_s = (\rho_s - \rho_f)g \int_0^L \varepsilon_s dz \quad (3.35)$$

em que z representa o eixo de referência medido a partir do topo do sedimento de altura L.

Em seguida, os dados calculados para pressão nos sólidos foi ajustado pela estimativa dos parâmetros do modelo de AROUCA (2007) (Equação 3.13):

$$P(\varepsilon_s) = a\varepsilon_s^b \quad (22)$$

O ajuste pelo modelo de AROUCA (2007) e os dados de pressão por concentração volumétrica de sólidos estão apresentados na Figura 4.27:

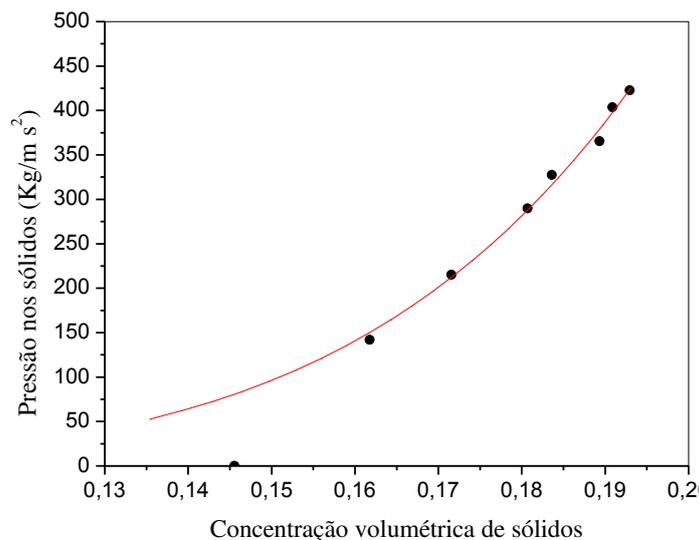


Figura 4.27: Pressão nos sólidos como função da concentração no sedimento.

Os parâmetros estimados (a,b) e o coeficiente de correlação ( $r^2$ ) do modelo de AROUCA (2007) estão apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Parâmetros do modelo de AROUCA (2007).

a(Pa)	b	$r^2$
6863573	5,891	0,986

A pressão nos sólidos foi calculada supondo que a sedimentação, após um ano de experimento, já tenha ocorrido por completa, portanto, caso seja observada alguma mudança na distribuição de concentração de partículas na região de formação de sedimento ao se realizar este experimento em um período maior de tempo, seria interessante recalculer esses parâmetros para pressão nos sólidos no fluido Br-Mul.

Neste capítulo foram apresentados e discutidos os resultados relacionados ao fenômeno de sedimentação do fluido de perfuração de poços de petróleo Br-Mul.

## CAPÍTULO 6 CONCLUSÕES

Este capítulo apresenta as principais conclusões referentes ao estudo teórico-experimental da sedimentação em batelada do fluido de perfuração de poços de petróleo Br-Mul e propõe sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

- O fluido Br-Mul apresenta comportamento pseudoplástico dependente do tempo,
- A utilização da fonte de radiação  $Am^{241}$  da técnica de atenuação de raios gama mostrou-se eficaz quando utilizada para a determinação da concentração volumétrica de sólidos para essa concentração inicial do fluido Br-Mul.
- A metodologia proposta para determinação do parâmetro  $\beta$  mostrou-se válida.
- O monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo permitiu avaliar de forma quantitativa o comportamento das partículas sedimentando no fluido Br-Mul.
- Verificou-se para as posições próximas a base do recipiente de testes que as curvas apresentam tendência de crescimento logarítmico. No entanto, para as posições próximas ao topo, as curvas apresentam comportamento linear.
- As curvas de equiconcentrações associadas à formação do sedimento mostraram que as características reológicas do fluido influenciam significativamente na inclinação e no tempo de surgimento das equiconcentrações.
- Uma equação constitutiva para pressão nos sólidos foi proposta neste trabalho, supondo-se que o sistema esteja estático. Essa relação constitutiva visa auxiliar na modelagem e na simulação do que acontece nos poços de petróleo.
- O Br-mul apresentou boa estabilidade fluidodinâmica das partículas que o constitui quando comparado à outros fluidos que também apresentam características pseudoplásticas dependentes do tempo, como foi o caso dos fluido estudados por Moreira (2014) utilizando a mesma técnica.

- Com a finalidade de se obter uma melhor análise da sedimentação de partículas no fluido Br-Mul é necessário maior tempo de experimento. Desta forma, seria possível obter a equação para pressão nos sólidos para um sistema mais próximo do estacionário, uma equação constitutiva para permeabilidade, a velocidade de sedimentação da partícula na região de sedimentação livre e a distribuição de concentração volumétrica de partículas quando não se percebe mais variações nas concentrações.

### **Sugestões para trabalhos futuros**

- Estudar a sedimentação de partículas no fluido Br-Mul durante um período maior que um ano de experimento.
- Estudar a sedimentação de partículas no fluido Br-Mul em outras temperaturas.
- Avaliar a velocidade terminal de uma partícula de cascalho no fluido Br-Mul.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADORJÁN, L.A. A theory of sediment compression. In: 11TH INTERNATIONAL MINERAL CONGRESS, 1975.

ALLEN, E. ; UHLHERR, P. H. T. Nonhomogeneous sedimentation in viscoelastic fluids. Journal of Rheology, vol. 22, p. 627-638, 1989.

ALMEIDA, R. D. F. ; SILVA, W. G. A. L. Avaliação de Fluido de Perfuração de Base Aquosa Contendo Poliglicóis Modificados. Projeto de Graduação, Rio de Janeiro, UFRJ, 2010.

AMORIM, L. V. ; FARIAS, K. V. ; SILVA, A. R. O. ; PEREIRA, M. S. ; LIRA, H. L. ; FERREIRA, H. C. Desenvolvimento de Formulações de Fluidos Base Água para Perfurações de Poços de Petróleo – Estudo Preliminar. 4º CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO E GÁS, Campinas, 2006.

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

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

AROUCA, F. O. ; DAMASCENO, J. J. R. The use of high energies radiations to characterise solid-liquid systems. Materials Science Forum, v. 498-499, p. 49–54, 2005a.

AROUCA, F. O. ; DAMASCENO, J. J. R. Analysis of the behavior of solid-liquid systems based on the shape, size distribution and density of the solid particles. FIFTH INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY - PTECH, 2005b.

AROUCA, F. O. ; DAMASCENO, J. J. R. Concentration profiles and iso-concentration curves for batch settling using the gamma rays attenuation technique. FIFTH INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY - PTECH, 2005c.

BETANCOURT, F. ; BURGER, R.; DIEHL, S. ; MEJIAS, C. Advanced methods os flux identification for clarifier-thickener simulation models. Minerals Engineering, v. 63, p. 2-15, 2014.

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

BURGER, R. ; CONCHA, F. Mathematical model and numerical simulation of settling of flocculated suspensions. International Journal of Multiphase Flow, v. 24, p. 1005–1023, 1998.

CAENN, R. ; DARLEY, H. C. H. , GEORGE, R.G. Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids, Sixth Edition. 2011.

CHHABRA, R. P. ; RICHARDSON, J. F. Non-newtonian flow and applied rheology, Secon Edition, 2008.

COMINGS, E. W. Thickening calcium carbonate slurries. *Ind. Eng. Chem.*, v. 32(5), p. 663–667, 1940.

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

CONCHA, F. J. ; BASCUR, O. Phenomenological model of sedimentation. XII INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 1977.

DAMASCENO, J. J. R. Uma Contribuição ao Estudo do Espessamento Contínuo. Tese (Doutorado), Rio de Janeiro, UFRJ, 1992.

DAMASCENO, J. J. R. ; HENRIQUE, H. M. ; MASSARANI, G. Um modelo para a sedimentação não estacionária. XIX ENCONTRO SOBRE ESCOAMENTO EM MEIOS POROSOS, 1991.

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

d'ÁVILA, J. S. ; SAMPAIO, R. Equações de estado para a pressão no sólido. II CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, 1977a.

d'ÁVILA, J. S. ; SAMPAIO, R. Projeto de um sedimentador usando as equações da continuidade e do movimento. III SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TRANSFERÊNCIA DE CALOR E MECÂNICA DOS FLUIDOS, 1977b.

d'ÁVILA, J. S. ; SAMPAIO, R. Influência de equações de estado para a pressão no sólido no projeto de um sedimentador contínuo. V ENCONTRO SOBRE ESCOAMENTO EM MEIOS POROSOS, v. 3, p. 1–11, 1977c.

DAUGAN, S. ; TALINI, L. ; HERZHAFT, B. ; ALLAIN, C. Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids. Part 1. Two-particle aggregation. The European Physical Journal E , vol. 7, p. 73-81, 2002.

DAUGAN, S. ; TALINI, L. ; HERZHAFT, B. ; ALLAIN, C. Aggregation of particles settling in shear thinning fluids. Part 2. Three particle aggregation. The European Physical Journal E, vol. 9, p. 55-62, 2002.

DAUGAN, S. ; TALINI, L. ; HERZHAFT, B. ; PEYSSON, Y. ;

ALLAIN, C. Sedimentation of suspensions in shear-thinning fluids. Oil & Gas Science and Technology, vol. 59, p. 71-80, 2004.

ECONOMIDES, M. J. ; WATTERS L. T. ; DUNN-NORMAN S. Petroleum Well Constrution. Wiley, 1998.

FITCH, E. B. Current theory and thickener design. Ind. Eng. Chem., v. 58(10), p. 18–28, 1966.

FRANÇA, S. C. A. ; BISCAIA-JR, E. C. ; MASSARANI, G. Estimação de parâmetros em equações constitutivas de sedimentos. XXVII CONGRESSO BRASILEIRO DE SISTEMAS PARTICULADOS, 1995.

FRANÇA, S. C. A. ; MASSARANI, G. ; JR, E. C. B. Sobre a simulação da sedimentação em batelada: Lec. XXVII CONGRESSO BRASILEIRO DE SISTEMAS PARTICULADOS, 1999.

FAGUNDES, F. M. ; MOREIRA, B. A. ; AROUCA, F. O. ; DAMASCENO, J. J. R. Monitoramento da variação da concentração de sólidos em ensaios de sedimentação gravitacional utilizando fluidos pseudoplásticos. XX CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA, 2014.

GANDELMAN, R. A. ; MARTINS, A. L. ; BASTOS, R. ; GUILHERME, H. C. M. ; PINTO, G. H. Particle Sedimentation in a Time Dependente Viscosity Fluid. IV BRAZILIAN CONFERENCE ON RHEOLOGY. Rio de Janeiro, 2008.

GUESLIN, B. ; TALINI, L. ; HERZHAFT, B. ; PEYSSON, Y. ; ALLAIN, C. Aggregation behavior of two spheres falling through an aging fluid. Physical Review, vol. 74, 042501, 2006.

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

HARRIS, C. C. ; SOMASUNDARAN, P. ; JENSEN, R. R. Sedimentation of compressible materials: Analysis of batch sedimentation curve. Powder Technology, v. 11, p. 75– 84, 1975.

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

LUCENA, D. V. ; LUCENA, D. V. ; VERONESE, J. P. Análise da influência do tempo na viscosidade para amostras de bentonitas para seu uso em fluidos de perfuração. CONGRESSO NORTE AMERICANO DE PESQUISA E INOVAÇÃO, 2012.

LUZ, A. B. ; BALTAR, C. A. M. Barita. Capítulo 12. Comunicação Técnica elaborada para Edição do Livro Rochas & Minerais Industriais: Usos e Especificações, Pág. 263 a 277, CETEM, 2005.

MACHADO, J. C. V. Reologia e escoamento de fluidos. Ênfase da indústria do petróleo. Editora Interciência. p.21-37, 2002.

MENDES, P. R. S. Diretrizes para o programa de comparação interlaboratorial de caracterização reológica de um fluido de perfuração, Apostila do Grupo de Reologia da PUC-Rio, 2013.

MOREIRA, B. A. Estudo da sedimentação em suspensões de fluido com características reológicas pseudoplásticas. Tese (Doutorado), Uberlândia, UFU, 2014.

MOURA, M. J. ; FIGUEIREDO, M. M. Aplicação da Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de *E. globulus*. Silva Lusitana, v.10(2): 207 - 216, 2002.

OLIVEIRA, G.M. ; ROCHA, L. L. V. ; FRANCO, A. T. ; NEGRÃO, C. O. R.; MARTINS, A. L. Reinício Da Circulação De Fluidos De Perfuração Gelificados, 4º CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO E GÁS, Campinas, SP, 2007.

PEREZ, M. ; FONT, R. ; PASTOR, C. A mathematical model to simulate batch sedimentation with compressions behaviour. Comp. Chem. Engng., v. 22(11), p. 1531–1541, 1998.

PETROBRAS. Plano de Negócios e Gestão 2014-2018. Disponível em: <<http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/>>, acesso em: 11 dez. 2014.

RUIZ, M. I. Estudo da Sedimentação em Batelada com o Auxílio da Técnica de Atenuação de Raios Gama. Dissertação (Mestrado), Uberlândia, UFU, 2000.

RUIZ, M. I. ; FERNANDES, R. S. ; DAMASCENO, J. J. R. Mapeamento de concentração de sólidos em função da posição e do tempo para ensaios de sedimentação em batelada. XXV CONGRESSO BRASILEIRO DE SISTEMAS PARTICULADOS, 1997a.

RUIZ, M. I. ; FERNANDES, R. S. ; DAMASCENO, J. J. R. Uma análise crítica sobre o uso da técnica de atenuação de raios gama na obtenção da granulometria de sólidos. XXV CONGRESSO BRASILEIRO DE SISTEMAS PARTICULADOS, 1997b.

SHANNON, P. T. ; STRUPE, E. ; TORY, E. M. Batch and continuous thickening. Ind. Eng. Chem. Fundamentals, N.9, p. 422–427, 1970.

SOCHI, T. Flow of Non-Newtonian Fluids in Porous Media, Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics, Vol. 48, 2437–2767, 2010.

TILLER, F. M. Revision of kynch theory. AIChE Journal, p. p. 823–829,

1981.

THOMAS, J. E. Fundamentos de engenharia de petróleo. Editora Interciência. Rio de Janeiro. 2001.

WAKEMAN, R. J. ; HOLDICH, R. G. Theoretical and experimental modeling of solids and liquid pressures in batch sedimentation. Filtration & Separation, p. 420–422, 1984.

WORK, L. T. ; KOHLER, A. S. Sedimentation of suspensions. Industrial and Engineering Chemistry. Vol. 32, No. 10, 1940.

ZHENG, Y. ; BAGLEY, D. M. Numerical simulation of batch settling process. Journal of Environmental Engineering, v. 125(11), p. 1007–1013, 1999.

## APÊNCIDE A

Este apêndice apresenta os resultados dos testes reológicos a taxa de deformação constante de  $1000\text{ s}^{-1}$ ,  $800\text{ s}^{-1}$ ,  $600\text{ s}^{-1}$ ,  $400\text{ s}^{-1}$  e  $200\text{ s}^{-1}$  para o fluido Br-Mul.

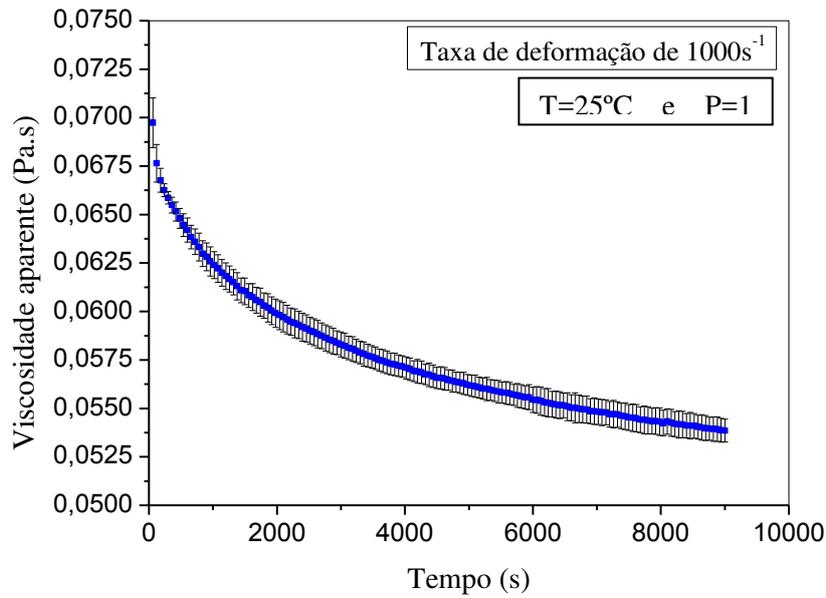


Figura A.1: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de  $1000\text{ s}^{-1}$  ao longo do tempo.

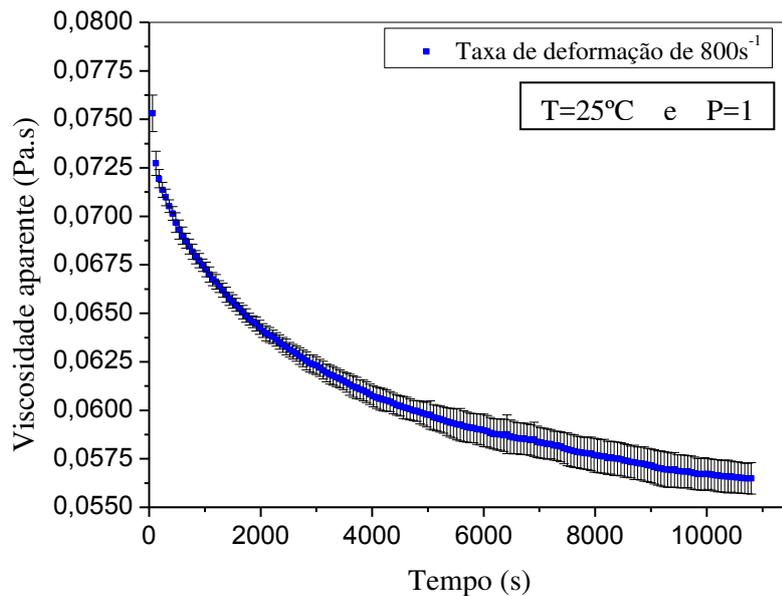


Figura A.2: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de  $800\text{ s}^{-1}$  ao longo do tempo.

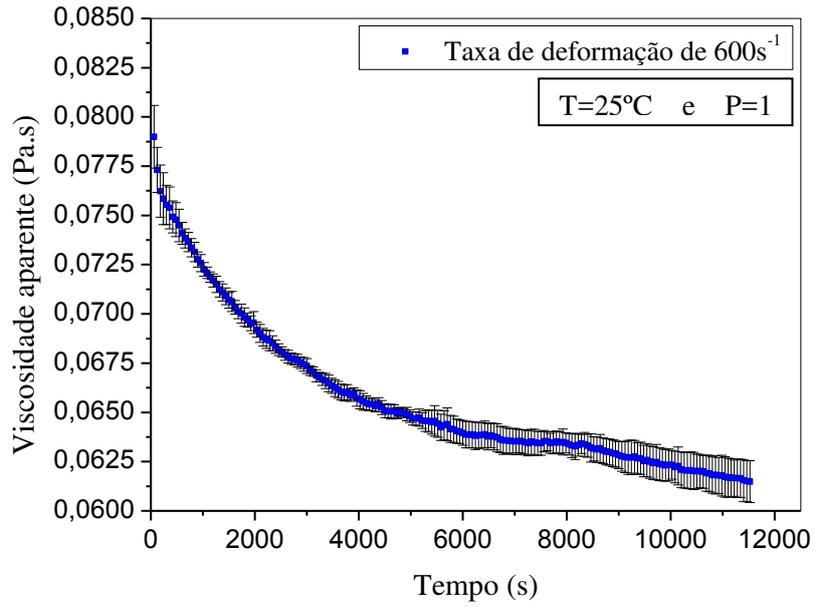


Figura A.3: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de  $600\text{s}^{-1}$  ao longo do tempo.

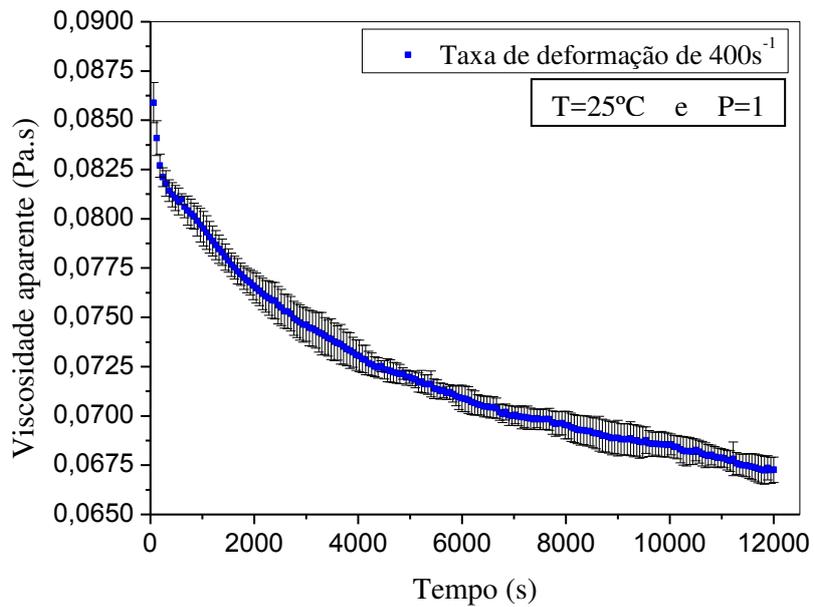


Figura A.4: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de  $400\text{s}^{-1}$  ao longo do tempo.

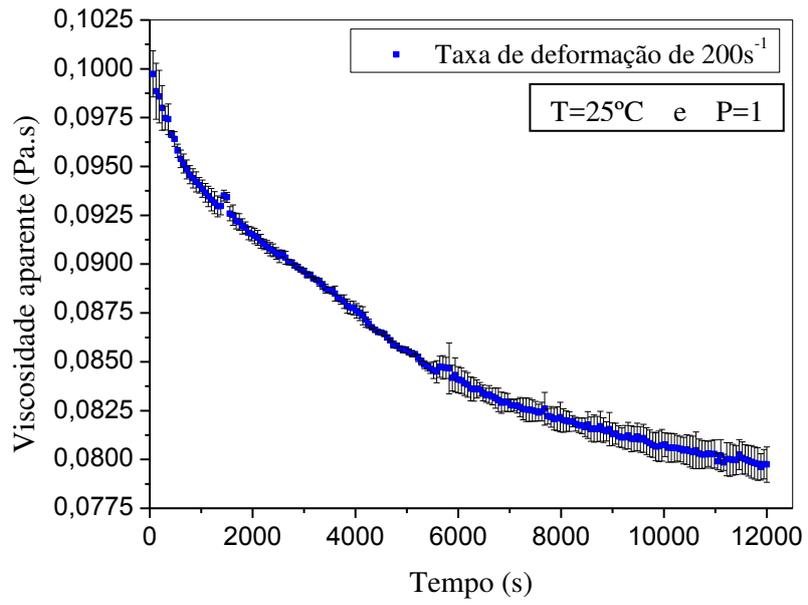


Figura A.5: Resposta reológica com desvio padrão para a aplicação de uma taxa de deformação constante de  $200\text{s}^{-1}$  ao longo do tempo.