



Universidade Federal de Uberlândia
Faculdade de Engenharia Química
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Química



FLÁVIA MARQUES FAGUNDES

ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO DE PARTÍCULAS EM FLUIDOS DE PERFURAÇÃO PELO USO DA TÉCNICA DE ATENUAÇÃO DE RAIOS GAMA

Uberlândia – MG

2019

FLÁVIA MARQUES FAGUNDES

ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO DE PARTÍCULAS EM
FLUIDOS DE PERFURAÇÃO PELO USO DA TÉCNICA
DE ATENUAÇÃO DE RAIOS GAMA

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

Área de concentração: Processos de separação

Orientadores: Fábio de Oliveira Arouca
João Jorge Ribeiro Damasceno

Uberlândia – MG
2019

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

F156e
2019 Fagundes, Flávia Marques, 1989-
Estudo da sedimentação de partículas em fluidos de perfuração pelo uso da técnica de atenuação de raios gama [recurso eletrônico] / Flávia Marques Fagundes. - 2019.

Orientador: João Jorge Ribeiro Damasceno.

Coorientador: Fábio de Oliveira Arouca.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.

Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.te.2019.28>

Inclui bibliografia.

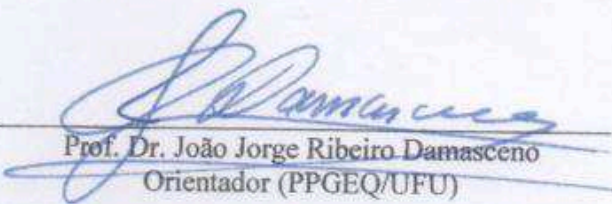
Inclui ilustrações.

1. Engenharia química. 2. Sedimentação. 3. Permeabilidade. 4. Raios gama. 5. Fluidos de perfuração. 6. Reologia. I. Damasceno, João Jorge Ribeiro, 1957- (Orient.). II. Arouca, Fábio de Oliveira, 1977-, (Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV. Título.


CDU: 66.0

TESE DE DOUTORADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO
DE DOUTOR EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 09 DE AGOSTO DE 2019.

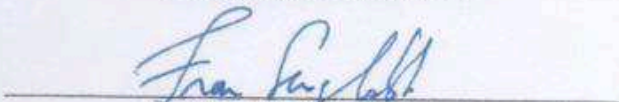
BANCA EXAMINADORA




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




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




Prof. Dr. Fran Sérgio Lobato
(FEQ/UFU)



Prof. Dr. Aristeu da Silveira Neto
(PPG FEMEC/UFU)



Prof. Dr. Bruno Arantes Moreira
(FEQ/UFGD)



Prof. Dr. Luís Américo Calçada
(PPGEQ/UFRRJ)

Dedico este trabalho aos meus pais,
Maria Abadia e Edgar (*in memoriam*),
aos meus irmãos, Marden e Marlipe, e ao
meu companheiro, Rafael.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, antes de tudo, à minha querida mãe Maria Abadia pela constante prontidão, paciência, exemplo de mulher guerreira e por ter investido na minha formação e ao meu pai Edgar (*in memoriam*), que foi um exemplo de pessoa e de amigo.

Aos meus irmãos Marden e Marlipe por serem pessoas que eu admiro e que estão sempre ao meu lado, me ensinando, além de tudo, como um engenheiro(a) deve ser.

Ao meu companheiro Rafael por ser uma pessoa 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.

Agradeço também à equipe LabSep, aos amigos de pós graduação e aos alunos de iniciação científica pelos conhecimentos divididos e aos agradáveis momentos de convivência, especialmente a Nara Brandão Costa Santos.

Aos funcionários do PPGEQ/UFU pela disposição em sempre ajudar.

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

À empresa Eckert & Ziegler Brasil Isotope Solutions pelo empréstimo do equipamento de detecção de radiação.

Aos professores Fran Sérgio Lobato, Aristeu da Silveira Neto, Bruno Arantes Moreira e Luís Américo Calçada pelas valiosas correções e sugestões para o término desta tese.

Um agradecimento especial aos meus orientadores Professor Fábio Arouca e Professor Damasceno, cujas orientações me direcionaram na realização deste trabalho.

RESUMO

O desenvolvimento de técnicas para tornar os processos de perfuração de poços de petróleo mais seguros e produtivos está em constante estudo. Durante a perfuração, encontram-se diferentes tipos de formações rochosas, necessitando de fluidos de diferentes formulações para cada nível perfurado. O fluido, ao ser bombeado para o interior do poço, tem como uma de suas funções fazer o carreamento das partículas geradas pela broca até a superfície, para posterior limpeza e reinjeção de fluido no sistema. Além dessa função, ele deve contribuir para a manutenção dessas partículas em suspensão nas situações de paradas operacionais ou de confinamento de fluido de perfuração. Para tanto, formulam-se suspensões com características reológicas pseudoplásticas e tixotrópicas. No entanto, a sedimentação é inevitável. Diante deste cenário, este trabalho teve como objetivos avaliar a sedimentação em fluidos de diferentes graus de pseudoplasticidade e tixotropia, e também propor equações constitutivas para pressão nos sólidos e o cálculo da permeabilidade. Para tanto, fluidos de diferentes concentrações de viscosificante carboximetil celulose (0,2, 0,4, 0,6, 0,8 e 1,0% m/m) e de adensante hematita (12,7, 16,9, 24,6 e 31%) foram classificados reologicamente e estudados, por meio da Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG), a sedimentação de partículas. Esta técnica, por ser não destrutiva, permitiu o monitoramento indireto da concentração volumétrica de sólidos em longos períodos de experimentos de sedimentação. Assim, verificou-se, tanto pelo comportamento reológico como também pelo monitoramento da sedimentação, que a adição do polímero carboximetil celulose (CMC) ou o adensamento com hematita contribuíram para o processo de manutenção das partículas presentes nos fluidos. Além disso, ratificou-se a hipótese de que a pressão nos sólidos depende somente da concentração de partículas e foi apresentada uma proposta de equacionamento para a permeabilidade do sedimento a partir da equação do movimento e da expressão de velocidade de sedimentação em um conjunto de partícula em fluido não newtoniano, proposta por Laruccia (1990). No cálculo da permeabilidade observou-se que a concentração de CMC pouco influenciou, sendo a acomodação final dos sólidos no sedimento o fator que mais contribuiu para os valores encontrados.

Palavras-chave: sedimentação, permeabilidade, reologia, atenuação de raios gama, fluido de perfuração.

ABSTRACT

The development of techniques to make safer oil well drilling processes is under constant review. During drilling, there are different types of rock formations, requiring fluids of different formulations for each drilled level. The fluid, when pumped into the well, has as one of its functions to carry the particles generated by the drill to the surface, for later cleaning and reinjection of fluid in the system. Besides, it should contribute to the maintenance of suspended particles in situations of operational shutdowns or confinement of drilling fluid. Therefore, suspensions with pseudoplastic and thixotropic rheological characteristics are formulated. However, sedimentation is inevitable. Concerning this scenario, this work had as objectives to evaluate the settling in fluids of different degrees of shear-thinning and thixotropy and also to propose constitutive equations for pressure on solids and the calculation of the permeability. For this purpose, fluids of different concentrations of carboxymethyl cellulose (0.2, 0.4, 0.6, 0.8 and 1.0% w/w) and hematite weighting (12.7, 16.9, 24.6 and 31%) were rheologically characterized and the particles settling was studied through the Gamma Ray Attenuation Technique (TARG). This non-destructive technique allowed the indirect monitoring of the volumetric concentration of solids in long periods of sedimentation experiments. Thus, both the rheological behavior and the settling monitoring showed that the carboxymethyl cellulose polymer (CMC) concentration or the hematite addition contributed to the process of maintaining the particles suspended in the fluids. Also, the hypothesis of pressure on solids only depends on the concentration of particles was confirmed; and a proposal of the equation for the sediment permeability was presented based on the equation of motion and the particle settling velocity in non-Newtonian fluid, proposed by Laruccia (1990). Regarding the permeability value, it was noticed that the final accommodation of solid sediment in CMC fluids was the factor that most contributed to the values found.

Key-words: settling, permeability, rheology, gamma ray attenuation, drilling fluid.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Ilustração das profundidades das reservas de petróleo e gás natural exploradas pela Petrobras S.A. (Fonte: Petrobras S.A.).....	1
Figura 1.2	Ilustração da produtividade diária de barris de petróleo por poço (Fonte: Pré-sal Petróleo S.A.).....	2
Figura 1.3	Ilustrações de (a) uma parada de injeção de fluido de perfuração no poço e (b) da extração do petróleo (Fonte: elaborada pela autora).....	3
Figura 2.1	Classificação reológica de fluidos (Fonte: elaborada pela autora).....	12
Figura 2.2	Curvas a) de escoamento e b) de viscosidade características de um fluido newtoniano em temperatura e pressão constantes (Fonte: elaborada pelo autor).....	13
Figura 2.3	a) Reograma e b) curva de viscosidade bi-logarítmica (Fonte: adaptado de REED, 1995)	15
Figura 2.4	Representação logarítmica da variação da viscosidade aparente para uma solução polimérica (Fonte: adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).....	16
Figura 2.5	Ilustração do comportamento a) tixotrópico e b) reopético de um fluido quando submetido à deformação constante (Fonte: adaptado do manual Brookfield).....	20
Figura 2.6	Ilustração do comportamento a) tixotrópico e b) reopético de um fluido quando submetido ao aumentogradual da taxa de deformação aplicada, seguido da diminuição também gradual. (Fonte: adaptado do manual Brookfield).....	21
Figura 2.7	Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equi-concentrações conforme o modelo de Kynch (Fonte: MOREIRA, 2014)....	24

Figura 2.8	Representação da sedimentação, em um tubo bidimensional, em fluido newtoniano (a) e não newtoniano (b e c). O fluido não newtoniano utilizado apresentava moderado comportamento viscoelástico em b) instantes iniciais da sedimentação e c) após certo período de tempo. (Fonte: ALLEN e UHLLER, 1989).....	29
Figura 2.9	Imagem de esferas de Nylon sedimentando em fluido viscoelástico. Imagens 1-6 correspondendo aos tempos 0, 11, 35, 72, 130 e 216 horas, respectivamente. (Fonte: BOBROFF e PHILLIPS, 1998).....	30
Figura 2.10	Suspensão pseudoplástica em diferentes tempos de sedimentação. No tempo $t=0$ (a), a suspensão estava homogênea. A concentração de partículas rapidamente diminui com os canais preferenciais de sedimentação (b até d). As estruturas diminuíram com o tempo (e para f). Algumas poucas partículas ainda estavam suspensas (g e h) (Fonte: DAUGAN <i>et al.</i> , 2004).....	31
Figura 2.11	Imagens de duas esferas se aproximando durante a sedimentação em fluido não newtoniano (Fonte: GUESLIN <i>et al.</i> 2006).....	32
Figura 2.12	Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (Fonte: adaptado de MOREIRA, 2014).....	35
Figura 3.1	Misturador em hélice.....	40
Figura 3.2	Distribuição de tamanho de partículas, parâmetros e ajuste por RRB para o carbonato de cálcio (Fonte: elaborada pela autora).....	43
Figura 3.3	Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos de hematita (Fonte: elaborada pela autora).....	47
Figura 3.4	Viscosímetro Brookfield DV2T.....	48
Figura 3.5	Princípio de funcionamento do viscosímetro (Fonte: elaborada pela autora).....	48
Figura 3.6	<i>Spindles</i> a) SC4-18, b)SC4-34 e c) SC4-25.....	49

Figura 3.7	Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (Fonte: elaborada pela autora).....	53
Figura 3.8	Fotografia do sistema de detecção de radiação.....	54
Figura 3.9	Ilustração do eixo considerado para a determinação da pressão nos sólidos e da permeabilidade do sedimento (Fonte: elaborada pela autora).....	58
Figura 3.10	Ilustração da obtenção dos valores de posição e tempo para uma concentração fixa (Fonte: elaborada pela autora).....	62
Figura 4.1	Curvas de escoamento da solução de CMC 0,2% em diferentes tempos de hidratação.....	65
Figura 4.2	Curvas de escoamento da solução de CMC 0,4% em diferentes tempos de hidratação.....	66
Figura 4.3	Curvas de escoamento da solução de CMC 0,6% em diferentes tempos de hidratação.....	66
Figura 4.4	Curvas de escoamento da solução de CMC 0,8% em diferentes tempos de hidratação.....	67
Figura 4.5	Curvas de escoamento da solução de CMC 1,0% em diferentes tempos de hidratação.....	67
Figura 4.6	Curva de escoamento para cada solução de CMC.....	72
Figura 4.7	Curva de viscosidade para cada solução de CMC.....	73
Figura 4.8	Variação dos índices de consistência (m) e de comportamento (n) com a concentração de CMC.....	74
Figura 4.9	Curvas das respostas reológicas referente ao aumento e diminuição da taxa de deformação.....	77
Figura 4.10	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 0,5$ cm acima da base.....	81

Figura 4.11	Variação da concentração volumétrica de sólidos na posição $z = 0,5$ cm acima da base (a) em todas as concentrações de viscosificante e (b) somente nas suspensões CMC 0,8 e 1,0%.....83
Figura 4.12	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 4$ cm acima da base.....85
Figura 4.13	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 8$ cm acima da base.....85
Figura 4.14	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 12$ cm acima da base.....86
Figura 4.15	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 16$ cm acima da base.....86
Figura 4.16	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 20$ cm acima da base.....87
Figura 4.17	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 23$ cm acima da base.....87
Figura 4.18	Vidraria de teste com suspensão CMC (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,6, (d) 0,8 e (e) 1,0% após 2 semanas de sedimentação.....88
Figura 4.19	Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,2%.....90
Figura 4.20	Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,4%.....90
Figura 4.21	Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,6%.....91
Figura 4.22	Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,8%.....91

Figura 4.23	Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 1,0%.....	92
Figura 4.24	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento no fluido CMC 0,2%.....	93
Figura 4.25	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento no fluido CMC 0,4%.....	94
Figura 4.26	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento no fluido CMC 0,6%.....	94
Figura 4.27	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento no fluido CMC 0,8%.....	95
Figura 4.28	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento no fluido CMC 1,0%.....	95
Figura 4.29	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,2%.....	97
Figura 4.30	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,4%.....	98
Figura 4.31	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,6%.....	98
Figura 4.32	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,8%.....	99
Figura 4.33	Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 1,0%.....	99

Figura 4.34	Posição de monitoramento <i>versus</i> tempo de sedimentação dos sólidos quando $\varepsilon_s = 3\%$ em cada suspensão de CMC.....	101
Figura 4.35	Permeabilidade do leito após 2 semanas de sedimentação de CaCO_3 em fluidos de diferentes concentrações de CMC.....	103
Figura 4.36	Curva de viscosidade para cada fluido adensado com hematita.....	105
Figura 4.37	Reograma e ajuste por <i>Power law</i> para cada fluido adensado com hematita.....	105
Figura 4.38	Resposta reológica ao cisalhamento constante após diferentes tempos de repouso.....	108
Figura 4.38	Distribuições de concentrações em suspensões adensadas com hematita na posição $z=0,5$ cm acima da base.....	110
Figura 4.39	Distribuições de concentrações em suspensões adensadas com hematita na posição $z=16$ cm acima da base.....	110
Figura 4.40	Distribuições de concentrações em suspensões adensadas com hematita na posição $z=23$ cm acima da base.....	111
Figura 4.41	Distribuição da concentração de sedimentos no dia 50.....	113
Figura 4.42	Pressão em função da concentração volumétrica de sólidos no dia 50.....	114
Figura A.1.	Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H1.....	128
Figura A.2	Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H2.	128
Figura A.3	Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H3.....	129
Figura A.4	Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H4.....	129

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	Composição das soluções aquosas de carboximetil celulose.....	39
Tabela 3.2	Massa específica e desvio padrão das soluções de CMC.....	41
Tabela 3.3	Diâmetros volumétricos característicos das partículas.....	43
Tabela 3.4	Densidade e desvio padrão das suspensões de CMC com CaCO_3	44
Tabela 3.5	Parâmetros estimados para o estudo em fluidos adensados com hematita..	46
Tabela 3.6	Diâmetros volumétricos característicos das partículas de hematita.....	48
Tabela 3.7	Dimensões e taxa máxima de deformação dos <i>spindles</i>	49
Tabela 3.8	Média dos valores usados para a estimativa do tempo de resolução do sistema.....	56
Tabela 4.1	Parâmetros e coeficientes de determinação do ajuste reológico de <i>Power law</i> para as soluções aquosas de CMC em diferentes tempos de hidratação.....	69
Tabela 4.2	Valor p do teste t-Student para as comparações entre os índices de consistência e entre os índices de comportamento nos diferentes tempos de hidratação.....	71
Tabela 4.3	Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de <i>Power law</i> para as diferentes soluções de CMC.....	73
Tabela 4.4	Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste dos índices de <i>Power law</i> com a concentração de polímero.....	75
Tabela 4.5	Área da histerese para cada solução de CMC.....	77
Tabela 4.6	Constante experimental β	79
Tabela 4.7	Valor p do teste t-Student para as constantes de calibração da equação de Lambert.....	80

Tabela 4.8	Tempo aproximado, em horas, para a verificação da concentração volumétrica de sólidos na posição 0,5 acima da base da vidraria para as suspensões de CMC e CaCO_3	89
Tabela 4.9	Velocidade de sedimentação dos sólidos em $\varepsilon_s = 3\%$ em cada suspensão de CMC.....	101
Tabela 4.10	Velocidade terminal de sedimentação em cada suspensão de CMC.....	102
Tabela 4.11	Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de <i>Power law</i> para as curvas reológicas dos fluidos adensados com hematita.....	106
Tabela 4.12	Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste dos índices de <i>Power law</i> com a concentração de hematita.....	107
Tabela 4.13	Constante de calibração nas suspensões adensadas com hematita.....	109
Tabela 4.14	Parâmetros de ajuste e coeficiente de determinação de pressão em sólidos.....	114
Tabela B.1	Índices do ajuste reológico de <i>Power law</i> para as 3 repetições de cada solução de CMC em cada tempo de hidratação.....	130
Tabela D.1	Constante de calibração (β) da equação de Lambert para as 3 repetições de cada monitoramento da sedimentação pela aplicação da TARG.....	135

LISTA DE SÍMBOLOS

a, b	Parâmetros experimentais
c, c_1, c_2	Parâmetros da força resistiva
C_a	Concentração do agente modificador analisado
d, e, f	Parâmetros experimentais
D	Diâmetro da partícula
D'	Parâmetro do ajuste Rosin-Rammler-Bennet.
$D_{0,1}$	Diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 10% da distribuição cumulativa
$D_{0,5}$	Diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 50% da distribuição cumulativa
$D_{0,9}$	Diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 90% da distribuição cumulativa
$D_{3,2}$	Diâmetro volumétrico de Sauter
$D_{63,2}$	Diâmetro volumétrico das partículas correspondentes a 62,3% da distribuição cumulativa
g	Gravidade local
i	Índice
$i_{CMC,x \text{ horas}}$	Índice do ajuste de <i>Power law</i> após x horas de hidratação
$i_{CMC,y \text{ horas}}$	Índice do ajuste de <i>Power law</i> após y horas de hidratação
I	Matriz identidade
I_0	Intensidade do feixe de radiação antes da passagem pelo meio físico

I_{bg}	Contagem de pulsos com a fonte de radiação selada
I_{AB}	Valor real de pulsos que atravessam as placas A e B
I_A	Valor real de pulsos que atravessam a placa A
I_B	Valor real de pulsos que atravessam a placa B
I_i	Intensidade do feixe de radiação que chega ao sistema de detecção antes da correção pelo tempo de resolução do sistema
H_0	Hipótese nula
H_1	Hipótese alternativa
k	parâmetro do modelo de Carreau
K	permeabilidade
L	Altura do sedimento
m	massa
m	Índice de consistência
m_i	massa do componente i
M	Força resistiva
n	Índice de comportamento
p	Parâmetro do modelo de Cross
P_s	Pressão nos sólidos
q	Velocidade superficial da mistura
q_s	Velocidade superficial do sólido
q_f	Velocidade superficial do fluido
r^2	Coeficiente de determinação

R	Contagem corrigida do número de pulsos que passam pelo meio físico
R_0	Contagem corrigida do número de pulsos de radiação que passam pela proveta sem concentração de sólidos
R_i	Contagem corrigida do número de pulsos em determinado instante
R_h	Contagem corrigida do número de pulsos para solução homogeneizada
Re_{gen}	Número de Reynolds generalizado
t	Tempo
T_s	Tensor tensão total
V	Volume
V_i	Volume do componente i
V_s	Volume dos sólidos
V_l	Volume do líquido
V_t	Volume total
v_f	Velocidade intersticial do fluido
v_s	Velocidade intersticial da partícula
v_{s0}	Velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante
v_t	Velocidade terminal de sedimentação das partículas
X	Fração volumétrica de partículas com diâmetro menor ou igual a D
w	Parâmetro do modelo de Cross
z	Posição

Letras gregas

α	Parâmetro do modelo de Ellis
α	Nível de significância do teste t-Student
β	Constante do modelo de Lambert
$\beta_{cx,CMC}$	Constante de calibração da Equação de Lambert obtida na concentração x de viscosificante
$\beta_{cy,CMC}$	Constante de calibração da Equação de Lambert obtida na concentração y de viscosificante
$\dot{\gamma}$	Taxa de deformação
ε_f	Porosidade
ε_s	Concentração volumétrica de sólidos
ε_{s0}	Concentração inicial da lama
ε_{sh}	Concentração volumétrica de sólidos para sistema homogêneo
ε_{su}	Concentração de retirada da lama
η	Viscosidade aparente
η_0	Viscosidade de deformação zero
η_∞	Viscosidade de deformação infinita
θ	Função esfericidade
λ	Parâmetro do modelo de Carreau que representa um tempo característico
λ^*	Taxa de deformação característica
ρ	Densidade

ρ_i	Densidade do componente i
ρ_f	Densidade do fluido
ρ_s	Densidade dos sólidos
σ_1, σ_2	Parâmetros do número de Deborah
τ	Tensão cisalhante
τ'	Tempo de resolução do sistema
τ_0	Tensão crítica de escoamento
$\tau_{1/2}$	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 (μ_0)
\emptyset	Esfericidade
Ω	Função esfericidade

SUMÁRIO

RESUMO.....	vi
ABSTRACT	vii
LISTA DE FIGURAS.....	viii
LISTA DE TABELAS	xiv
LISTA DE SÍMBOLOS	xvi
SUMÁRIO	xxi
Capítulo 1	1
INTRODUÇÃO	1
1.1. Motivações.....	3
1.2. Objetivos.....	4
1.3. Estrutura da tese.....	5
Capítulo 2	6
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1. Fluidos de perfuração	6
2.2. Reologia.....	11
2.2.1. Fluido newtoniano.....	12
2.2.2. Fluido não newtoniano	14
2.2.2.1. Fluido sem tensão inicial de escoamento: pseudoplástico e dilatante.....	15
2.2.2.2. Fluido com tensão inicial de escoamento: plástico de Bingham e Herschel-Bulkley	17
2.2.2.3. Modelos matemáticos.....	17
2.2.2.4. Fluido com viscosidade aparente dependente do tempo: tixotrópico e reopético.....	19
2.2.2.5. Viscoelásticos.....	21
2.3. Sedimentação.....	21
2.3.1. Sedimentação em fluidos não newtonianos.....	28
2.4. Técnica de atenuação de raios gama.....	33
Capítulo 3	38
MATERIAIS E MÉTODOS	38
3.1. Carboximetil celulose (CMC)	38
3.1.1. Preparo das soluções de carboximetil celulose	39

3.1.2.	Massa específica das soluções de carboximetil celulose.....	40
3.1.3.	Carbonato de Cálcio	41
3.1.4.	Massa específica do carbonato de cálcio.....	42
3.1.5.	Análise granulométrica do carbonato de cálcio	42
3.1.6.	Concentração volumétrica de sólidos.....	43
3.1.7.	Massa específica das suspensões de carboximetil celulose com CaCO_3	44
3.2.	Hematita.....	44
3.2.1.	Caracterização da hematita e dos fluidos	45
3.3.	Reologia.....	47
3.3.1.	Comportamento reológico das soluções de CMC	50
3.3.1.1.	Tempo de hidratação	50
3.3.1.2.	Espessamento e pseudoplasticidade	50
3.3.1.3.	Tratamento estatístico	51
3.3.1.4.	Dependência com o tempo	52
3.3.2.	Comportamento reológico das suspensões aquosas poliméricas adensadas com hematita	52
3.3.2.1.	Curva de escoamento	52
3.3.2.2.	Tempo de repouso	53
3.4.	Unidade de aplicação de radioisótopos	53
3.4.1.	Determinação do tempo de resolução do sistema	55
3.4.2.	Determinação da curva de calibração do sistema.....	56
3.5.	Equações constitutivas.....	56
Capítulo 4	64
RESULTADOS E DISCUSSÕES	64
4.1.	Resultados e discussões referentes ao viscosificante CMC	64
4.1.1.	Reologia.....	64
4.1.1.1.	Análises reológicas em diferentes tempos de hidratação da solução de CMC	65
4.1.1.2.	Comparações reológicas para soluções de diferentes concentrações de CMC.....	72
4.1.1.3.	Caracterização tixotrópica das soluções de CMC	76
4.1.2.	Sedimentação.....	78

4.1.2.1.	Determinação da curva de calibração da TARG.....	79
4.1.2.2.	Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC	81
4.1.3.	Equações constitutivas	89
4.1.3.1.	Pressão nos sólidos.....	92
4.1.3.2.	Permeabilidade do sedimento	97
4.2.	Resultados e discussões referentes ao adensante hematita	104
4.2.1.	Reologia.....	104
4.2.1.1.	Comparações reológicas para soluções de diferentes concentrações de hematita.....	104
4.2.1.2.	Caracterização tixotrópica das suspensões com hematita..	107
4.2.2.	Sedimentação.....	108
4.2.2.1.	Determinação da curva de calibração	108
4.2.2.2.	Distribuições de concentrações em suspensões aquosas poliméricas adensadas com hematita	109
4.2.3.	Pressão nos sólidos	113
4.2.4.	Permeabilidade do sedimento.....	Erro! Indicador não definido.
Capítulo 5	116
CONCLUSÕES	116
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	120
APÊNDICE A	128
APÊNDICE B	130
APÊNDICE C	132
APÊNDICE D	135

Capítulo 1

INTRODUÇÃO

O petróleo está presente no cotidiano das pessoas em diversas situações. Ele é utilizado como matéria-prima para a produção de embalagens, fertilizantes, asfalto, além de ser uma fonte energética produzida em massa. Desta forma, desempenha forte influência na dinâmica do sistema econômico e monetário de um país (ARKELL CONSULTING, 2010; JAFARINEJAD, 2017).

Este produto é resultado da decomposição de materiais orgânicos cobertos por camadas de rochas sedimentares em condições específicas (CARDOSO, 2005). Atualmente as maiores reservas são encontradas no fundo dos oceanos, em especial no Brasil, na região do pré-sal. Os reservatórios encontrados nesta região, cuja profundidade total pode chegar até sete quilômetros, são as motivações para o crescente investimento em tecnologia das empresas de exploração desses recursos (PETROBRAS S.A.). A Figura 1.1 apresenta uma ilustração da evolução das profundidades perfuradas pela empresa Petrobras S.A.

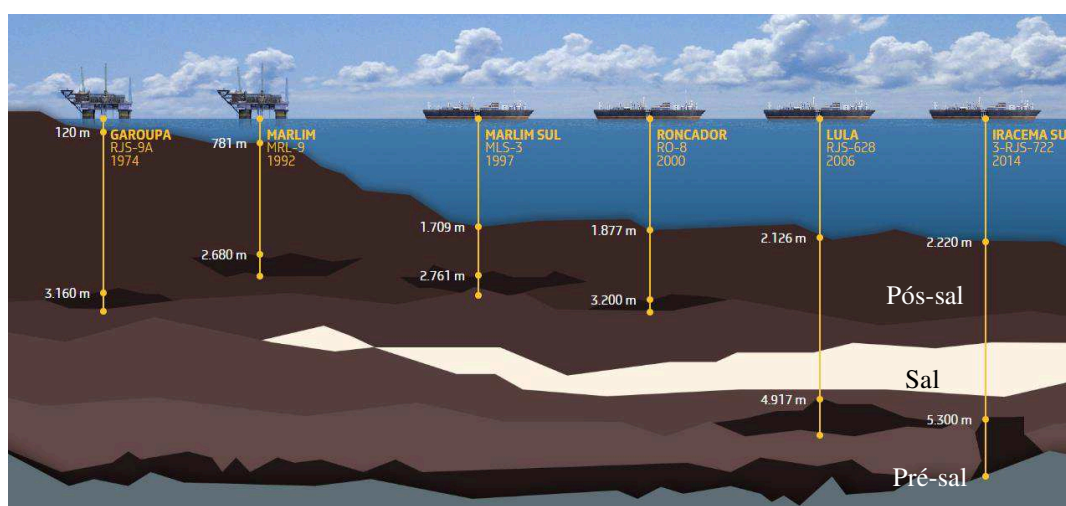


Figura 1.1 - Ilustração das profundidades das reservas de petróleo e gás natural exploradas pela Petrobras S.A. (Fonte: PETROBRAS S.A.).

Segundo Petrobras S.A., a quantidade diária de barris de petróleo extraídos no pré-sal passou de 500 mil em 2014 para o patamar de 1,5 milhões em 2018. Além disso, de acordo com a Empresa Brasileira de Administração de Petróleo e Gás natural, a Pré-sal Petróleo S.A., a região do pré-sal brasileiro produziu acima de 10.000 barris de petróleo por dia por poço em 2015, sendo esta quantidade superior às demais produtoras de petróleo no mundo, como apresentado na Figura 1.2.



Figura 1.2 - Ilustração da produtividade diária de barris de petróleo por poço (Fonte: PRÉ-SAL PETRÓLEO S.A.).

Diante deste cenário e dos preços de comercialização deste produto, as empresas operadoras no pré-sal buscam reduzir os custos e aumentar a produtividade dos poços aliada com a manutenção e aumento da segurança operacional e ambiental (PRÉ-SAL PETRÓLEO S.A.).

A perfuração de um poço, em razão dos diferentes tipos de formações rochosas e condições de pressão, acontece em várias etapas e requer a utilização de fluidos formulados especialmente para aquele sistema (CARDOSO, 2005).

Na Figura 1.3 estão apresentadas duas situações que acontecem em um poço de petróleo. A primeira imagem (Figura 1.3a) representa uma parada operacional na qual o

fluxo de fluido de perfuração é cessado e as partículas que estavam sendo transportadas para a superfície, devido ao escoamento ascendente do fluido pelo anular formado entre a broca e a parede do poço, tendem a sedimentar. Caso essa situação aconteça, prejuízos ao equipamento e ao poço podem ocorrer em razão à prisão da broca e aumento do torque necessário para retomar o processo (CAENN *et al.*, 2017). Já na Figura 1.3b o poço já foi perfurado, cimentado e a extração do petróleo está acontecendo. No entanto, durante a cimentação, fluidos de perfuração acabam sendo confinados entre a formação rochosa e o cimento. Nesta situação, os fluidos de perfuração são aquecidos e dilatam, aumentando a pressão naquela região em razão do petróleo que está naturalmente em temperatura superior.

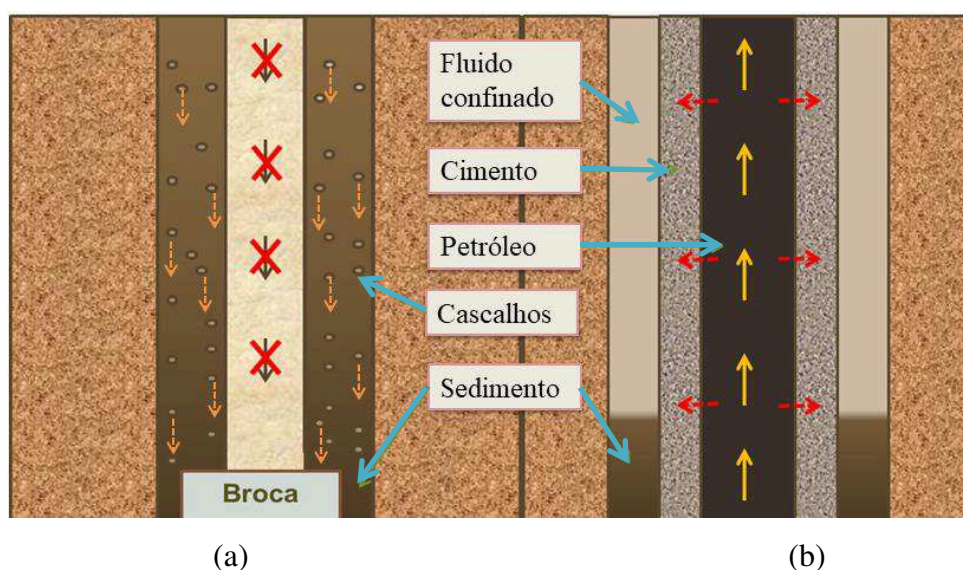


Figura 1.3 - Ilustrações de (a) uma parada de injeção de fluido de perfuração no poço e (b) da extração do petróleo (Fonte: elaborada pela autora).

1.1. Motivações

Diante das possibilidades de aumento e continuação da produção de petróleo no pré-sal brasileiro e também dos problemas operacionais que podem ocorrer e comprometer o poço e a segurança dos operadores e do meio ambiente, ou aumentar os custos de produção, foi verificada a necessidade de avançar no entendimento da influência de alguns agentes modificadores de fluido de perfuração na reologia dos

fluidos e na sedimentação gravitacional em batelada de partículas durante a simulação de uma parada operacional ou um confinamento de fluido, além de obter equações para previsão da pressão nos sólidos e para permeabilidade do meio.

A reologia de um fluido influencia as condições operacionais dos equipamentos utilizados no processo. Além disso, o comportamento reológico pode contribuir ou prejudicar os processos unitários empregados na produção, como na perfuração e extração do petróleo.

As análises de sedimentação foram realizadas por meio da Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG). A unidade experimental para aplicação deste método é usada há anos no Laboratório de Aplicação de Radioisótopos da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. Ela foi também utilizada para produzir dissertações (AROUCA, 2003; FAGUNDES, 2015; SANTOS, 2017) e teses (AROUCA, 2007; MOREIRA, 2014) que permitiram comprovar o seu potencial, pois possibilita o monitoramento de suspensões concentradas sem interferir na configuração e estabilidade do meio.

1.2. Objetivos

Diante do cenário brasileiro de crescente produção de petróleo e das dificuldades encontradas em cada nível perfurado, objetivou-se avaliar o efeito da concentração do viscosificante não newtoniano carboximetil celulose e do adensante hematita no comportamento reológico dos fluidos e na sedimentação gravitacional em batelada de partículas por meio da Técnica de Atenuação de Raios Gama. Para tanto, os objetivos específicos desta tese foram:

- a) Caracterizar reologicamente os fluidos;
- b) Determinar equações para relacionar o comportamento não newtoniano;
- c) Determinar as distribuições de concentração volumétrica de sólidos;
- d) Determinar as equações constitutivas para pressão nos sólidos; e
- e) Calcular a permeabilidade do meio poroso.

1.3. Estrutura da tese

Nesta tese propõe-se apresentar em 5 capítulos o trabalho desenvolvido, como mostrado a seguir, com seus respectivos conteúdos de forma resumida:

- Capítulo 1: apresenta a introdução, as motivações e objetivos que orientam a tese.
- Capítulo 2: apresenta uma Revisão Bibliográfica sobre fluidos de perfuração, reologia de fluidos, técnicas de atenuação e também sobre os trabalhos considerados mais relevantes na área da sedimentação.
- Capítulo 3: descreve os procedimentos adotados para a realização dos ensaios experimentais, bem como o material utilizado e os equipamentos.
- Capítulo 4: são apresentados e discutidos os resultados obtidos.
- Capítulo 5: denotam as principais conclusões e contribuições do trabalho, assim como algumas sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros.

Capítulo 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo são apresentadas informações sobre fluidos de perfuração, comportamento reológico não newtoniano e técnicas de atenuação. Ainda neste capítulo, são apresentadas pesquisas relacionadas ao tema de sedimentação gravitacional em batelada em fluidos newtonianos e não newtonianos.

2.1. Fluidos de perfuração

Simplifica-se a definição de perfuração de um poço de petróleo como um conjunto de operações com a finalidade de atravessar as formações rochosas até a obtenção de hidrocarbonetos. Para tanto, faz-se uso de misturas complexas conhecidas como fluidos de perfuração. Entendem-se como complexas as misturas que possuem produtos químicos, líquidos, sólidos e, em alguns casos, ar em suas formulações (CARDOSO, 2005; SKALLE, 2015).

Fluidos de perfuração são utilizados para tornar o processo ágil e seguro. A escolha do fluido utilizado nesta etapa é determinante tanto nos custos de perfuração quanto em todas outras variáveis controláveis e combináveis.

Dentre as funções esperadas, essas formulações devem (CARDOSO, 2005; CAENN *et al.*, 2017; AMOCO, 2010):

- Transportar os cascalhos para a superfície

O fluido de perfuração, bombeado para o interior da broca, é injetado no poço em forma de jato através de bocais presentes na broca. Estes jatos de fluido são utilizados para limpar os cascalhos gerados no processo de perfuração e transportá-los para a superfície. Os fatores que influenciam o transporte de cascalhos são: velocidade,

densidade, viscosidade, rotação do tubo e inclinação do poço. O aumento da velocidade e da densidade melhoram o transporte de cascalhos, assim como, geralmente, acontece quando se aumenta a viscosidade e a rotação da broca. Por outro lado, a perfuração inclinada dos poços dificulta o transporte dos cascalhos.

- Exercer pressão hidrostática

A pressão hidrostática é a força exercida por uma coluna de fluido e depende da densidade do fluido, da profundidade do poço e do campo gravitacional. O fluido de perfuração deve exercer pressão nas paredes do poço de forma a superar a tendência de colapso do sistema devido à invasão dos fluidos presentes nos poros da rocha perfurada.

- Estabilizar as paredes do poço

A pressão hidrostática contribui para a formação de uma fina camada de reboco que ajuda a estabilizar fisicamente a formação rochosa. Além disso, a camada de reboco formada, assim como o controle da composição química do fluido, contribuem no controle da perda de filtrado do fluido de perfuração para as paredes do poço, de forma a evitar interações entre os componentes do fluido de perfuração e do fluido presente nos poros da formação rochosa.

- Lubrificar e resfriar a broca e a coluna de perfuração;

No processo de perfuração, a rotação da broca em contato com a rocha produz atrito e, por consequência, torque, dificultando o movimento. De forma adicional, as formações rochosas fornecem energia térmica ao poço. Assim, os fluidos de perfuração apresentam como funções transportar a energia térmica para longe das áreas de atrito, reduzindo a chance de falha prematura da broca ou danos na coluna de perfuração, e também lubrificar a broca e a coluna de perfuração, contribuindo para redução do torque.

- Auxiliar na coleta de dados geológicos e avaliação da formação

A coleta e interpretação de dados geológicos são usadas para determinar o valor comercial das zonas perfuradas. Os resultados encontrados determinarão o tipo de fluido de perfuração a ser usado em cada seção de poço e os produtos necessários para manter suas propriedades.

- Manter os cascalhos em suspensão em paradas de circulação do fluido

Quando os fluidos de perfuração ficam parados dentro do poço, os cascalhos gerados durante o processo de perfuração tendem, naturalmente, a sedimentarem. Comportamentos reológicos, como pseudoplasticidade e formação de estruturas gelificadas quando em repouso, dificultam a movimentação dessas partículas, contribuindo para a não formação de sedimentos na região da broca e, assim, evitando o aumento do torque quando reestabelecida a operação.

Além das funções apresentadas, deseja-se que os fluidos (CAENN *et al.*, 2017):

- sejam ambientalmente não prejudiciais;
- não requeiram métodos incomuns de limpeza dos sólidos;
- não interfiram na produção do poço; e
- não corroam ou causem desgaste excessivo nos equipamentos.

Fluidos de perfuração são formulados a partir de uma base, de sólidos (ativos ou inertes) e de aditivos (CAENN *et al.*, 2017).

Eles podem ser classificados em relação à base como gasosos, aquosos e não aquosos (AMOCO, 2010; ASME, 2005).

Fluidos gasosos são formulados à base de ar ou gás (nitrogênio). Sua utilização é mais apropriada, em razão da potência requerida para injetar a quantidade de gás necessária para transportar os cascalhos, em poços que apresentam pressões de formação baixas. Os fluidos pneumáticos apresentam, como diferencial, taxas de penetração superiores aos praticados com os outros tipos de fluido (AMOCO, 2010; ASME, 2005).

Os fluidos à base de água são formulados com argilas ou polímeros e podem ser apresentadas como emulsões. Nestas emulsões, a água é a fase contínua e partículas de óleo (fase dispersante) incorporadas ao fluido, formando uma emulsão. Estes fluidos são geralmente de fácil preparo e de baixo custo de manutenção. Os polímeros adicionados ao fluido aquoso podem ser usados para viscosificar e controlar

propriedades de filtração. A estabilidade térmica dos sistemas de polímeros compromete-se em temperaturas superiores a 200°C (AMOCO, 2010; ASME, 2005).

Fluidos base não aquosa são formulados com óleo ou substâncias sintéticas (olefinas e parafinas). Eles também podem ser formulados como uma emulsão invertida, ou seja, a fase contínua é formada pela base não aquosa da solução e a água (fase dispersante) é emulsionada. Eles foram desenvolvidos com o intuito de aumentar a estabilidade do poço perfurado. Além disso, apresentam elevado grau de lubricidade e capacidade de impedir a hidratação de argilas. Como desvantagens, têm-se: o custo para produzir estes fluidos é superior aos fluidos de outras bases, bem como, os custos de perfuração (armazenamento e transporte para um local de disposição aprovado), devido restrições ambientais (AMOCO, 2010; ASME, 2005).

Segundo Caenn *et al.* (2017) e Asme (2005), os sólidos presentes nos fluidos de perfuração são os coloides, os cascalhos, o agente adensante e a areia. Esses sólidos podem ser classificados em ativos ou inertes. Os sólidos ativos são materiais argilosos, utilizados para viscosificar o fluido, e os sólidos inertes são materiais adicionados ao fluido, como a hematita e a baritina, ou de detritos finos das rochas perfuradas.

Diante das diferentes configurações rochosas possíveis de serem encontradas durante a perfuração de um poço, diferentes formulações de fluidos são desenvolvidas para atender às necessidades de cada sistema, existindo aproximadamente 5000 diferentes aditivos para incorporar aos fluidos (SKALLE, 2015).

Os aditivos são agentes usados para incorporar alguma propriedade essencial ao fluido. Eles têm função de aumentar densidade e favorecer características reológicas e propriedades químicas ao fluido (CAENN *et al.*, 2017).

Segue uma lista de aditivos comumente utilizados em fluidos de perfuração e para alguns deles, são apresentados, respectivos exemplos (CAENN *et al.*, 2017, manual de fluido Petrobras):

- adensantes – baritina, hematita;
- viscosificantes – carboximetil celulose, goma xantana;
- obturantes – carbonato de cálcio;

- controladores de pH – óxido de magnésio, soda cáustica;
- inibidores de argila - cloreto de potássio, cloreto de sódio;
- floculantes - soda cáustica, cloreto de sódio;
- lubrificantes;
- estabilizantes; e
- emulsificantes.

Neste trabalho foi avaliado o efeito do adensante e do viscosificante de um fluido no processo de sedimentação gravitacional em batelada. Desta forma, foram apresentadas informações somente sobre esses dois tipos de agentes modificados de fluido.

Agentes adensantes, normalmente, são minerais inertes utilizados para conferir peso. Os adensantes mais usados são o sulfato de bário (BaSO_4) e o óxido de ferro III (Fe_2O_3), conhecidos como baritina e a hematita. A baritina possui densidade média $4,10 \text{ g/cm}^3$ e a hematita $5,05 \text{ g/cm}^3$. O adensamento, além de controlar a invasão dos fluidos das formações para o interior do poço, contribui com o transporte de cascalhos para a superfície. No entanto, quando em excesso, prejudica os processos de limpeza do fluido para posterior reinjeção no sistema; pode induzir fraturas nas formações e, neste caso, perder fluido de perfuração até que seja atingido o equilíbrio; reduz a taxa de penetração da broca e, por fim, aumenta o custo de produção e de manutenção das propriedades adequadas ao fluxo (CAENN *et al.*, 2017).

Agentes viscosificantes podem ser coloides orgânicos ou inorgânicos e são responsáveis por alterar a natureza reológica do fluido. Coloides orgânicos são polímeros de longas cadeias e de alto peso molecular. Eles são usados para adicionar às formulações características reológicas, evitar a perda de filtrado e estabilizar as formações. Já os coloides inorgânicos são argilas e conferem viscosidade a suspensão (CAENN *et al.*, 2017; SKALLE, 2015).

A escolha de um polímero para desempenhar uma determinada função no fluido de perfuração está associada a sua estrutura química e peso molecular. Em fluidos

base aquosa os polímeros usualmente empregados são (MANUAL DE FLUIDOS PETROBRAS):

- Amido: devido ao fraco potencial viscosificante, o amido é utilizado principalmente para evitar a perda de filtrado do fluido de perfuração.

- Goma xantana: viscosificante que apresenta boa tolerância ao sal e é estável em uma ampla faixa de pH e temperatura. No entanto, em soluções muito ácidas e temperatura muito elevada podem causar hidrólise.

- Carboximetil celulose – polímero estável para uma ampla faixa de pH e funciona como controlador de filtrado e modificador reológico.

- Poliacrilamida parcialmente hidrolisada – polímero de pouca tolerância ao sal. Quando comparada com a goma xantana possui maior estabilidade térmica, mas é menos resistente ao cisalhamento.

Assim, o desempenho do polímero como aditivo de fluidos depende das condições às quais ele está submetido, sendo as altas temperaturas, o cisalhamento, a salinidade ou a acidez fatores que podem comprometer a estabilidade do polímero em solução.

2.2. Reologia

O estudo reológico é essencial para as atividades industriais, uma vez que operações e dimensionamento de maquinários dependem das propriedades mecânicas apresentadas pelo fluido, além de contribuir para a padronização dos produtos fabricados (SHAW, 1975).

Na Figura 2.1 apresenta-se uma classificação dos fluidos de acordo com a resistência interna apresentada ao movimento relativo do fluido.

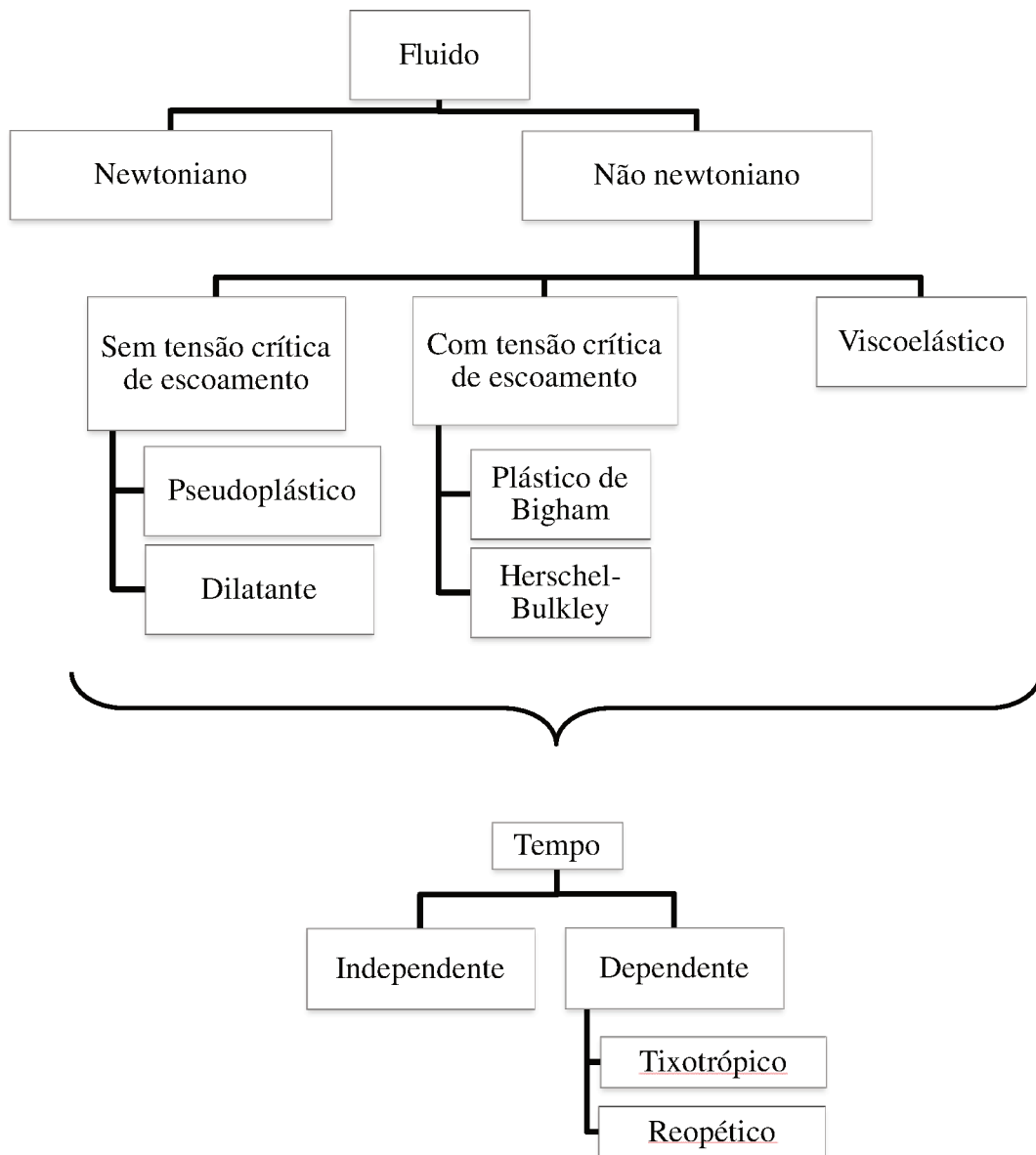


Figura 2.1 - Classificação reológica de fluidos (Fonte: elaborada pela autora).

2.2.1. Fluido newtoniano

Um fluido newtoniano, ao ser submetido a diferentes cisalhamentos e mantendo-se temperatura e pressão constantes, apresenta como resposta uma resistência invariável ao escoamento, chamada de viscosidade absoluta. Este comportamento é descrito pela

Lei da Viscosidade de Newton (CAENN *et al.*, 2017, BIRD *et al.*, 2002).

Neste caso, a curva de escoamento (tensão cisalhante em função da taxa de deformação), também denominada de reograma, é linear e tem início na origem dos eixos (CAENN *et al.*, 2017; BIRD *et al.*, 2002). A Figura 2.2 ilustra o comportamento reológico de fluidos newtonianos quando submetidos a diferentes taxas de deformação.

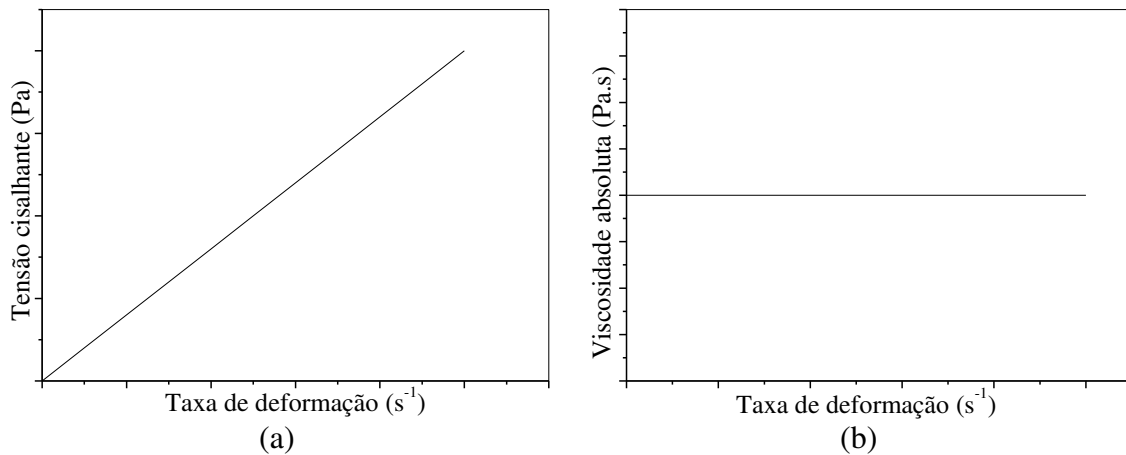


Figura 2.2 - Curvas a) de escoamento e b) de viscosidade características de um fluido newtoniano em temperatura e pressão constantes (Fonte: elaborada pela autora).

Seja a expressão geral que relaciona a taxa de deformação sofrida por um fluido em função da tensão sobre ele aplicada (Equação 2.1):

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (2.1)$$

em que τ indica a tensão cisalhante, η a viscosidade aparente e $\dot{\gamma}$ a taxa de deformação. Se η não depende da tensão aplicada, diz-se que o fluido é newtoniano, caso contrário, ele é dito não newtoniano.

2.2.2. Fluido não newtoniano

Muitos fluidos não podem ser descritos pela Lei da Viscosidade de Newton, por exemplo: fluidos poliméricos, suspensões, pastas e outros fluidos complexos (CAENN *et al.*, 2017; BIRD *et al.*, 2002).

Estes fluidos, classificados como não newtonianos, apresentam curva reológica não linear ou exibem uma tensão cisalhante crítica para escoar. Nestes casos, a viscosidade aparente além de ser função da temperatura e da pressão, depende das condições de escoamento ou do histórico cinemático (BIRD *et al.*, 2002). Embora, de acordo com Chhabra e Richardson (2008), a maioria dos fluidos apresente mais de um comportamento, um é predominante.

Os comportamentos de fluidos não newtonianos estão apresentados a seguir:

- Fluido sem tensão crítica de escoamento: pseudoplástico e dilatante;
- Fluido com tensão crítica de escoamento: plástico de Bingham e Herschel-Bulkley;
- Fluido com viscosidade aparente dependente do tempo: tixotrópico e reopético;
- Fluido viscoelástico

A Figura 2.3 mostra as duas primeiras classificações de fluidos não newtonianos e o fluido newtoniano.

Os comportamentos mostrados na Figura 2.3 apresentam a mesma resposta de comportamento independente do histórico dinâmico. Nesta situação, eles podem ser agrupados como: pseudoplástico ou dilatante, quando não existe uma tensão mínima necessária para iniciar o escoamento, e plástico de Bingham ou Herschel-Bulkley (também chamados de pseudoplásticos ou dilatantes com tensão crítica), quando é necessário ultrapassar uma tensão cisalhante mínima para que o escoamento ocorra.

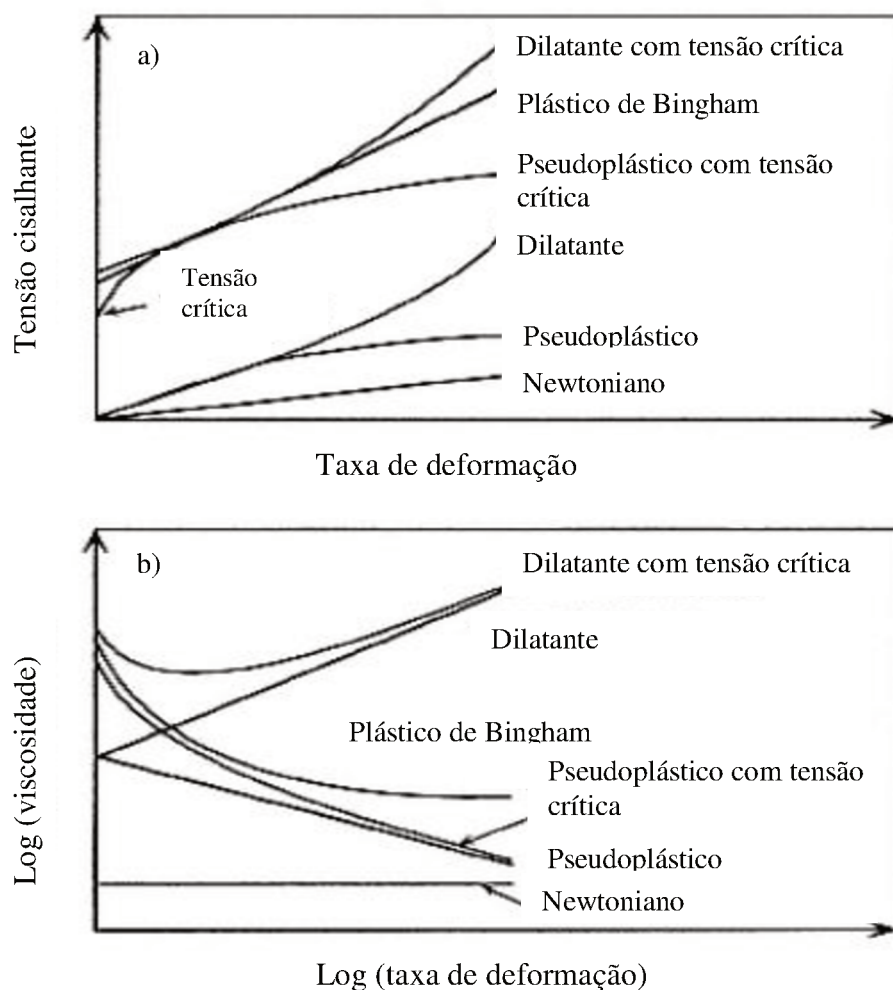


Figura 2.3 – a) Reograma e b) curva de viscosidade bi-logarítmica (Fonte: adaptado de REED, 1995) .

2.2.2.1. Fluido sem tensão inicial de escoamento: pseudoplástico e dilatante

Em fluido pseudoplástico, a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação, pois o aumento da deformação provoca a orientação das moléculas e, com isso, a diminuição da viscosidade (SHAW, 1975).

Segundo Thomas (2001), Chhabra e Richardson (2008) e Shaw (1975) fluidos poliméricos, que são exemplos de pseudoplásticos, têm baixa variação da viscosidade aparente em deformações muito baixa ou muito alta. Nestes fluidos, a viscosidade em deformação muito baixa, chamada de viscosidade de cisalhamento zero (η_0), ou em

deformação muito alta, denominada de viscosidade de cisalhamento infinito (η_{∞}), tende a ser constante, como pode ser observado em escala logarítmica na Figura 2.4.

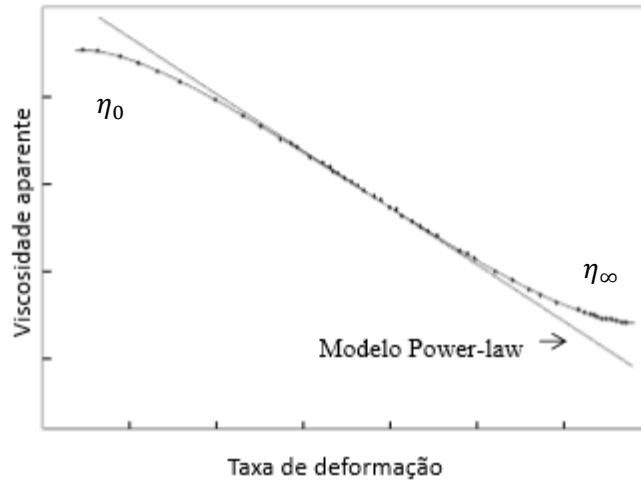


Figura 2.4 - Representação logarítmica da variação da viscosidade aparente para uma solução polimérica (Fonte: adaptado de CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

No entanto, este comportamento não é fácil de ser verificado, pois requer equipamentos com sensibilidade em baixas deformações e robustez para cisalhamentos elevados. Geralmente, os limites de deformação estão abaixo de 10^{-2} e acima de 10^5 s^{-1} (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

De acordo Laruccia (1990), a viscosidade de deformação zero e a de deformação infinito podem ser representadas pelas Equações 2.2 e 2.3, respectivamente:

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} \left[\frac{\tau}{\dot{\gamma}} \right] = \eta_0 \quad (2.2)$$

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \infty} \left[\frac{\tau}{\dot{\gamma}} \right] = \eta_{\infty} \quad (2.3)$$

Já o comportamento em fluido dilatante é inverso ao do fluido pseudoplástico. À medida que a taxa de deformação é aumentada, mais viscoso torna-se o fluido

(SHAW, 1975).

Segundo Shaw (1975), o aumento de viscosidade com a deformação é característica das partículas com efeito de dilatação. Nesta situação, o cisalhamento provoca a quebra do empacotamento, permitindo o movimento das partículas.

2.2.2.2. Fluido com tensão inicial de escoamento: plástico de Bingham e Herschel-Bulkley

Fluido plástico de Bingham apresenta comportamento linear, assim como fluido newtoniano. No entanto, o escoamento só se inicia após a tensão crítica de cisalhamento ser ultrapassada (CAENN *et al.*, 2017).

Os fluidos Herschel-Bulkley, assim como os fluidos de Bingham, iniciam o escoamento somente em tensões superiores a crítica e, como os fluidos pseudoplásticos e dilatantes, a viscosidade é dependente da deformação aplicada (CAENN *et al.*, 2017).

2.2.2.3. Modelos matemáticos

Modelos matemáticos para descrever o comportamento da tensão em função da taxa de deformação de diferentes complexidades são apresentados na literatura e os mais comuns são apresentados a seguir:

- Modelo *Power law*, também conhecido por *Ostwald de Waele* (Equação 2.4): este modelo reológico é indicado para deformações intermediárias de uma curva reológica que parte da origem dos eixos.

$$\tau = m\dot{\gamma}^n \quad (2.4)$$

sendo m o coeficiente de consistência e n o índice de comportamento. Ao analisar o índice de comportamento, têm-se: se $n < 1$, indicação de comportamento

pseudoplástico; se $n > 1$, indicação de comportamento dilatante e, se $n = 1$, o fluido é newtoniano (CHHABRA e RICHARSON, 2008).

- Modelo de Bingham (Equação 2.5) é também um modelo bi-paramétrico, no entanto, deve ser utilizado, como o próprio nome sugere, para fluidos plástico de Bingham.

$$\tau = \tau_0 + m\dot{\gamma} \quad (2.5)$$

em que τ_0 indica a tensão crítica de escoamento (REED, 1995).

- Modelo de Herschel-Bulckey é também chamado de Bingham generalizado, pois além de apresentar o termo τ_0 , apresenta o expoente da taxa de deformação que leva em consideração a não-linearidade entre tensão e taxa cisalhante, como apresentado na Equação 2.6 (REED, 1995).

$$\tau = \tau_0 + m\dot{\gamma}^n \quad (2.6)$$

- Equação de viscosidade de *Carreau* (Equação 2.7): esta equação é indicada quando se trabalha com os limites de deformação (η_0 e η_∞).

$$\frac{(\eta - \eta_\infty)}{(\eta_0 - \eta_\infty)} = \{1 + (\lambda\dot{\gamma})^2\}^{(k-1)/2} \quad (2.7)$$

sendo k e λ parâmetros do ajuste. Quando o fluido em análise tem comportamento newtoniano, observa-se $\eta = \eta_0$ e também $k=1$ e $\lambda=0$ (SOCHI,2010).

- Equação de viscosidade de *Cross* (Equação 2.8): assim como a equação de *Carreau*, são necessários quatro parâmetros e trabalha-se com os limites de taxa de deformação.

$$\frac{(\eta - \eta_{\infty})}{(\eta_0 - \eta_{\infty})} = \frac{1}{1 + p(\dot{\gamma})^w} \quad (2.8)$$

sendo p e w parâmetros a serem determinados (CHHABRA e RICHARSON, 2008).

- Modelo de *Ellis* (Equação 2.9): é indicado quando o modelo de *Power law* não apresenta bons resultados para deformações baixas.

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\tau}{\tau_{1/2}}\right)^{\alpha-1}} \quad (2.9)$$

em que $\tau_{1/2}$ o valor de tensão cisalhante observado quando a viscosidade aparente é a metade do valor da viscosidade cisalhante zero (η_0) e α um parâmetro que indica o grau de não newtoniedade do fluido (quanto maior α , maior a pseudoplasticidade) (CHHABRA e RICHARDSON, 2008).

2.2.2.4. Fluido com viscosidade aparente dependente do tempo: tixotrópico e reopético

A dependência com o tempo é uma transformação reológica reversível relacionada com o histórico dinâmico. Esse comportamento se deve à formação e fragmentação de estruturas no fluido quando submetidas a taxas constantes de deformação. Quando um fluido comporta-se assim, enuncia-se que ele apresenta memória (CAENN *et al.*, 2017).

De acordo com Shaw (1975), fluidos que apresentam tixotropia respondem ao cisalhamento constante com a diminuição da viscosidade enquanto não ocorre o estado de equilíbrio entre o rompimento e a re formação das estruturas. Quando em repouso, recuperam a conformação estrutural inicial.

Por sua vez, fluidos reopéticos tem a viscosidade aumentada quando submetidos, durante um período, a deformações constantes (SHAW, 1975).

Na Figura 2.5 está ilustrado o comportamento do fluido tixotrópico e do fluido reopético ao ser aplicado cisalhamento constante.

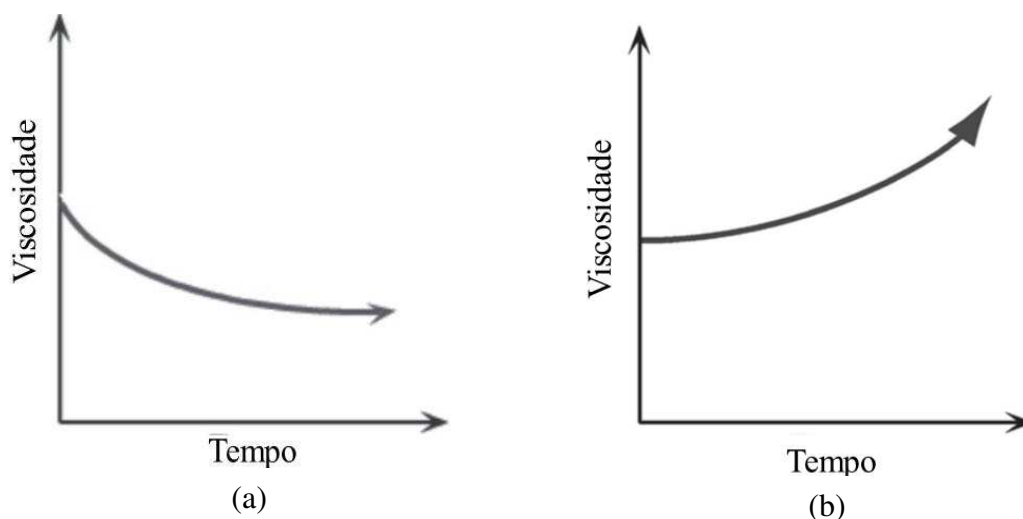


Figura 2.5 - Ilustração do comportamento a) tixotrópico e b) reopético de um fluido quando submetido à deformação constante (Fonte: adaptado do manual Brookfield).

Outra forma de avaliar o comportamento reológico dependente do tempo dos fluidos está ilustrada na Figura 2.6. Nela, está ilustrado o aumento, seguido da diminuição da taxa de deformação, ambos de forma gradual. Caso o fluido apresente dependência com o tempo, as curvas de tensão cisalhante em função da taxa de deformação aplicada não coincidem, formando entre elas uma área, denominada de área de histerese.

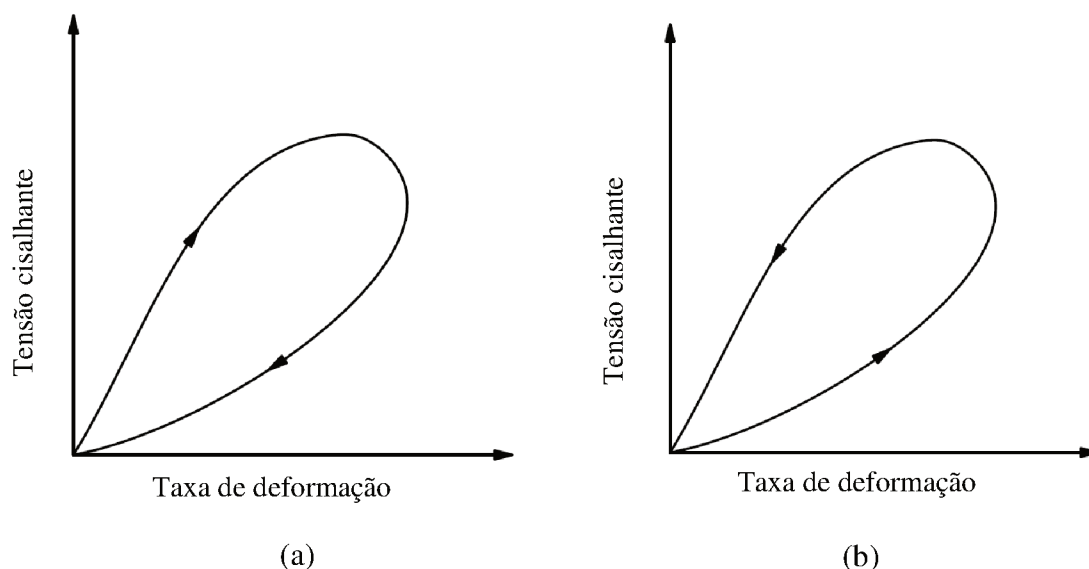


Figura 2.6 - Ilustração do comportamento a) tixotrópico e b) reopético de um fluido quando submetido ao aumentogradual da taxa de deformação aplicada, seguido da diminuição também gradual. (Fonte: adaptado do manual Brookfield).

2.2.2.5. Viscoelásticos

Fluidos classificados como viscoelásticos apresentam características elásticas e viscosas. A elasticidade refere-se ao comportamento de corpos que obedecem a Lei de Hooke, os quais, depois de cessada a força que causou a deformação, retornam à forma original. Já a característica viscosa está relacionada com a tendência de não voltar ao formato original após também retirada a força que causou a deformação. Neste sistema transforma-se energia cinética em energia térmica, para vencer a resistência de fricção interna. Assim, materiais viscoelásticos ao sofrerem alguma deformação tem parte da energia envolvida armazenada como energia elástica e parte dissipada para as vizinhanças sob a forma de calor (SHAW, 1975).

2.3. Sedimentação

A sedimentação de partículas é um processo de separação do material sólido em um fluido devido à ação do campo gravitacional.

O primeiro trabalho encontrado sobre a sedimentação de partículas foi no ano 1851. Neste estudo, Stokes avaliou a sedimentação lenta de uma partícula isolada em um fluido newtoniano (MOREIRA, 2014).

Em 1916, Coe e Clevenger propuseram uma metodologia para o projeto de sedimentadores contínuos baseado em ensaios em batelada. De forma que os ensaios em batelada foram realizados entre as concentrações de sólidos encontrados na alimentação do sedimentador contínuo e na retirada da lama. Além disso, os autores concluíram que a velocidade de sedimentação da interface depende da concentração inicial da suspensão e propuseram uma equação para a determinação a capacidade do sedimentador (Equação 2.10).

$$q_s = \frac{v_{s0}}{\frac{1}{\varepsilon_{s0}} - \frac{1}{\varepsilon_{su}}} \quad (2.10)$$

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

Também foram observadas a formação de quatro diferentes zonas durante o processo de sedimentação. São elas: (i) Zona A - região de líquido clarificado, na qual a concentração de partículas tende a zero, (ii) Zona B - a concentração de partícula permanece praticamente constante e igual a inicial, (iii) Zona C - região de transição, na qual a concentração de partículas é superior a inicial e a taxa de sedimentação diminui com a proximidade do fundo do sedimentador e, por fim, (iv) Zona D - denominada de região de compressão, pois nela encontra-se o sedimento formado.

Em Kynch (1952) foi apresentada a primeira teoria de sedimentação. Neste trabalho, o autor analisou a sedimentação em suspensões concentradas e assumiu que este fenômeno é função somente da concentração volumétrica de partículas. O processo foi descrito inteiramente pela equação da conservação da massa para o constituinte sólido sem o conhecimento das forças que atuam sobre a partícula. O autor analisou o processo de sedimentação de sólidos presentes numa suspensão contida em um

recipiente como um processo de propagação de ondas de equi-concentração partindo do fundo do recipiente de testes.

As hipóteses utilizadas neste trabalho foram:

- separação unidimensional;
- a concentração aumenta com o tempo e com a proximidade do fundo do recipiente de teste;
- 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 o plano horizontal do recipiente de testes.

Assim, foi apresentado (Equação 2.11):

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} = \frac{\partial q_s}{\partial z}, \quad q_s = \varepsilon_s v_s \quad (2.11)$$

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.

A Figura 2.7 representa o processo de sedimentação descrito por Kynch.

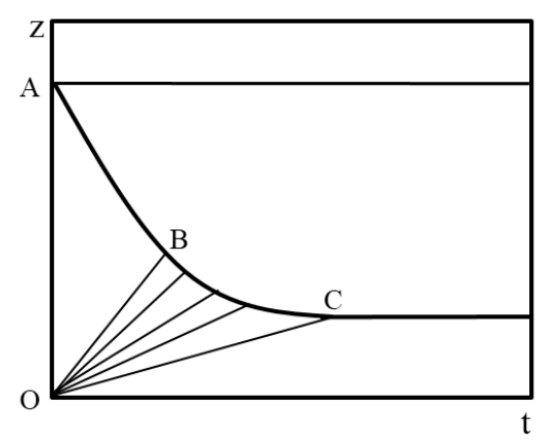


Figura 2.7- Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equi-concentrações conforme o modelo de Kynch (Fonte: MOREIRA, 2014).

Na Figura 2.7 a região delimitada por AOB representa a região do fluido com concentração volumétrica de sólidos igual a inicial e velocidade de sedimentação constante, denominada de região de sedimentação livre. Esta região diminui com o tempo de sedimentação e são formadas as regiões de transição (delimitada por BOC), região de formação de sedimento (entre a curva OC e o eixo t) e a região de líquido clarificado (acima da curva ABC).

Na região de transição BOC ainda são apresentadas as curvas de equi-concentrações com diferentes inclinações. Estas curvas partem da origem da base do recipiente e variam da concentração inicial da suspensão à máxima do sedimento. Já na região abaixo da curva OC o autor apresenta que a velocidade de sedimentação é nula e, portanto, o sedimento é incompressível.

Adorján (1975) propôs um modelo matemático para a sedimentação contínua e apresentou a influência da altura do sedimento no projeto do equipamento. Ele também definiu um fator de carga para o dimensionamento de um sedimentador contínuo e indicou a insuficiência na quantidade de informações quando produzido um sedimento compressível.

D'Ávila (1976) apresentou um equacionamento mais rigoroso para descrever a sedimentação em batelada, que previa o deslocamento de duas interfaces, uma descendente e outra ascendente. A abordagem feita utilizou somente as equações da

continuidade e do movimento relativas aos sólidos e as equações constitutivas de pressão nos sólidos e força resistiva. Essas equações constitutivas, segundo o autor, são funções exclusivas da concentração do meio.

Já D'Ávila e Sampaio (1977) enunciaram teoremas de representação das tensões nos sólidos e da força resistiva. Os autores demonstraram que se o tensor tensão nos sólidos é função exclusiva da porosidade, ele apresenta somente termos relacionados a compressão.

Concha e Bustos (1987) propuseram um equacionamento para sedimentação que produz sedimento compressível (Equação 2.12). 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 curvas de equi-concentração não são linhas retas, como sugeriu Kynch (1952).

$$z = 0, \quad t > 0 \rightarrow \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} = - \frac{(\rho_s - \rho_f) g \varepsilon_s}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s}} \quad (2.12)$$

em que ε_s indica a concentração volumétrica de sólidos, ρ_s a massa específica de sólidos, ρ_f a densidade do líquido, g a gravidade local e P_s 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.

Damasceno (1992) desenvolveu um modelo matemático para equacionar o problema de sedimentadores 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. 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 fato observado foi que a altura do sedimento é um parâmetro de grande importância no projeto de sedimentadores.

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 às 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.

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 por meio de ensaios estáticos para a determinação da pressão nos sólidos e dinâmicos para a determinação da permeabilidade do meio poroso. Os resultados obtidos indicaram que as equações constitutivas de pressão nos sólidos e de permeabilidade do meio poroso são funções exclusivas da concentração local dos sólidos.

Segundo Arouca e Damasceno (2005a), conhecimentos sobre concentração de sólidos são 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 de analisar o comportamento do sistema sólido-líquido, tendo como base, a forma, a distribuição de tamanho e a 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. 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 bi-paramétrico para a tensão nos sólidos.

A sedimentação de partículas em fluidos newtonianos continua a ser estudada, como apresentado nos trabalhos a seguir. No entanto, devido ao foco apresentado por este estudo em sedimentação de partículas em fluido de perfuração de poços de petróleo que são, essencialmente, fluidos não newtonianos, optou-se, a partir do último trabalho relevante realizado somente com fluidos newtonianos e que utilizou a mesma técnica

que foi empregada na realização deste trabalho (AROUCA, 2007), por desenvolver a Revisão Bibliográfica no estudo da sedimentação de partículas de fluidos não newtonianos.

Yang *et al.* 2016 apresentaram um estudo de duas partículas sedimentando em fluido newtoniano em processo não isotérmico. Neste estudo, as partículas, ao iniciarem a sedimentação gravitacional, estavam em temperatura inferior ao do fluido. De forma adicional, os autores também avaliaram a distância e ângulo de sedimentação das partículas. Nele, os autores concluíram que três tipos de comportamento ocorreram durante a sedimentação: repulsão, atração e transição. Em situações de maiores distâncias iniciais e ângulos das partículas, ocorreu o comportamento repulsivo e de transição. Em relação às diferenças térmicas no sistema foi apresentado que todos os processos de interação entre as duas partículas ocorrem mais cedo e o processo de repulsão foi melhorado.

Song *et al.* 2017 realizaram experimentos de sedimentação em sistemas com diferentes viscosidades, densidades e formas de partículas em fluidos newtonianos. Neste trabalho, uma correlação para o coeficiente de arrasto e uma equação para a determinação da velocidade de sedimentação de partículas em fluido newtoniano, que considera a esfericidade e a orientação de sedimentação (avaliada através da área projetada) da partícula, foi proposta, sendo válida para a faixa do número de Reynolds entre 0,001 e 100 e esfericidade entre 0,471 e 1.

2.3.1. Sedimentação em fluidos não newtonianos

Allen e Uhler (1989) estudaram a sedimentação de partículas em fluidos viscoelásticos e perceberam a formação de muitas pequenas cavidades que rapidamente aumentaram de tamanho e se desmancharam quando encontraram o sedimento. O tamanho das cavidades foi relacionado com o grau de viscoelasticidade do fluido (Figura 2.8) e, segundo os autores, isto foi resultado da adsorção e/ou formação de géis nas suspensões. Os autores também mencionaram que na sedimentação de uma única partícula, os efeitos pseudoplásticos influenciam mais o processo. Já na sedimentação de um conjunto de partículas, os efeitos elásticos dominam mais o processo. Além

disso, o efeito do diâmetro das partículas sedimentando em fluidos viscoelásticos teve maior influência do que o efeito da massa específica.

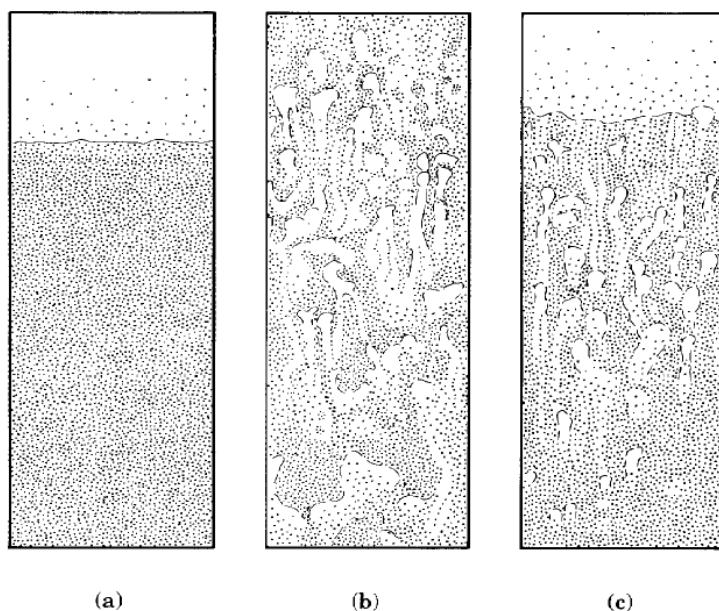


Figura 2.8- Representação da sedimentação, em um tubo bidimensional, em fluido newtoniano (a) e não newtoniano (b e c). O fluido não newtoniano utilizado apresentava moderado comportamento viscoelástico em b) instantes iniciais da sedimentação e c) após certo período de tempo. (Fonte: ALLEN e UHLLER, 1989).

Bobroff e Phillips (1998) estudaram a sedimentação de um conjunto de partículas sedimentando em diferentes tipos de fluido pelo uso da ressonância magnética nuclear, que permitiu a avaliação da sedimentação de forma quantitativa e também a obtenção de imagens do processo (Figura 2.9). Os autores avaliaram as curvas de equi-concentração da interface sobrenadante/suspensão. Em fluidos de comportamento newtoniano verificou-se que a interface sobrenadante/suspensão moveu-se em taxa praticamente constante. Já a sedimentação em fluidos com comportamentos pseudoplásticos de forma isolada quanto em fluidos elásticos foi marcada por taxas de sedimentação dependentes do tempo.

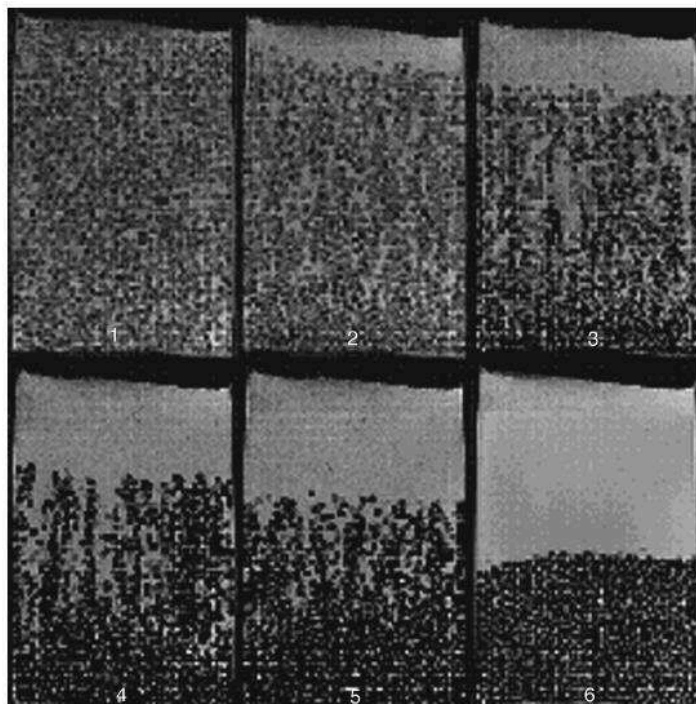


Figura 2.9 - Imagem de esferas de Nylon sedimentando em fluido viscoelástico.

Imagens 1-6 correspondendo aos tempos 0, 11, 35, 72, 130 e 216 horas, respectivamente. (Fonte: BOBROFF e PHILLIPS, 1998).

Daugan *et al.* (2002a) e Daugan *et al.* (2002b) apresentaram um estudo sobre a sedimentação de duas e três partículas e a influência reológica no processo. Os autores afirmaram que a velocidade da partícula é fortemente influenciada pelo comportamento pseudoplástico da solução, pois, quando as partículas sedimentaram alinhadas em fluido com este comportamento e com uma distância entre elas menor do que uma distância crítica, foi formado um corredor de viscosidade reduzida e as partículas sedimentaram juntas com velocidade superior ao de uma partícula isolada.

Daugan *et al.* (2004) trabalharam com sedimentação em suspensões pseudoplásticas e observaram que o processo nestes fluidos ocorreu de forma diferente do observado em fluidos newtonianos. Em tempos intermediários, ocorreu a aglomeração de partículas e foram formados canais verticais, em número constante, e que favoreceram o processo. No entanto, a separação completa foi mais lenta, pois com a sedimentação de parte das partículas, a concentração local de sólidos nas posições superiores diminuiu, resultando na retomada da resistência à deformação do fluido

(Figura 2.10). Segundo os autores, o instante que o processo sofre alteração de comportamento é quando a concentração volumétrica de sólidos é 10% da concentração volumétrica inicial.

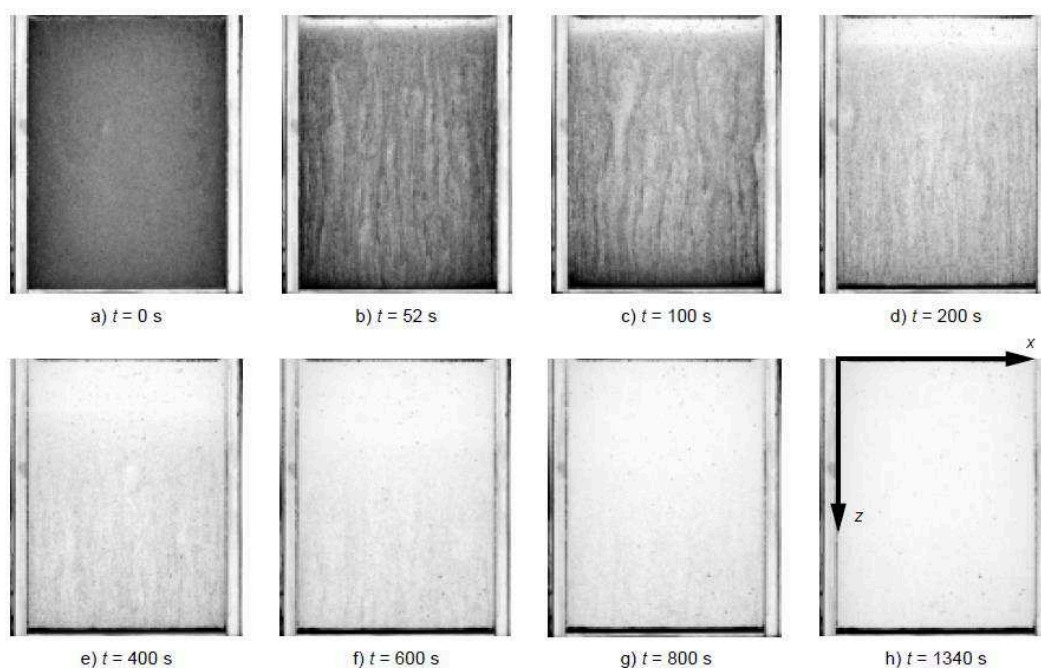


Figura 2.10 - Suspensão pseudoplástica em diferentes tempos de sedimentação. No tempo $t=0$ (a), a suspensão estava homogênea. A concentração de partículas rapidamente diminui com os canais preferenciais de sedimentação (b até d). As estruturas diminuiram com o tempo (e para f). Algumas poucas partículas ainda estavam suspensas (g e h) (Fonte: DAUGAN *et al.*, 2004).

Gueslin *et al.* (2006) avaliaram a sedimentação de duas esferas em fluido pseudoplástico, tixotrópico e com tensão inicial de escoamento e observaram que se as partículas forem lançada no fluido a uma distância menor do que uma distância crítica, a segunda partícula sedimenta mais rápido, indo de encontro a primeira partícula e ambas passam a cair juntas em um agrupamento estável (Figura 2.11). Segundo os autores, este fenômeno deve-se a alterações no estado do fluido provocado pela sedimentação da primeira partícula e ao efeito de memória.



Figura 2.11 - Imagens de duas esferas se aproximando durante a sedimentação em fluido não newtoniano (Fonte: GUESLIN *et al.* 2006).

Moreira *et al.* (2017), utilizando a técnica de atenuação de raios gama, estudaram a sedimentação gravitacional de partículas em suspensões newtoniana e não-newtoniana, sendo esta pseudoplástica e tixotrópica. Nas suspensões não newtonianas, devido ao efeito da aglomeração e da formação de canais preferenciais de sedimentação, as partículas maiores sedimentaram mais rapidamente, modificando a viscosidade do fluido daquela região e favorecendo a sedimentação das partículas adjacentes. No entanto, a finalização do processo de separação precisou de um tempo maior devido ao reestabelecimento das forças géis do fluido tixotrópico.

Ribeiro *et al.* (2017) apresentaram um estudo experimental e de simulação sobre sedimentação gravitacional e em batelada em diferentes formulações de baritina e de viscosificante. Os autores verificaram que tanto a viscosidade do fluido quanto a concentração de partículas diminuem a velocidade de sedimentação, no entanto, quando o tamanho das partículas foi aumentado, o comportamento foi o inverso.

Santos *et al.* (2017 e 2018) trabalharam com fluidos de perfuração olefínicos, de razão óleo/água igual a 80:20 e 60:40, respectivamente, que se diferenciavam pela presença do carbonato de cálcio. A determinação da concentração volumétrica de

sólidos foi realizada utilizando a técnica de atenuação de raios gama. Todos os fluidos apresentaram pseudoplasticidade e tixotropia, sendo estes comportamentos mais evidenciados nos fluidos que continham carbonato de cálcio. Os autores verificaram que a adição do material obturante foi também responsável pelo aumento do efeito de concentração de partículas, sendo as distribuições de concentração na sedimentação semelhantes aos encontrados na literatura para fluidos newtonianos. Os autores também verificaram que as suspensões que continham material obturante em sua composição apresentaram maior concentração volumétrica de sólidos e, portanto, maior pressão nos sólidos.

Fagundes *et al.* (2018) apresentaram um estudo sobre a sedimentação gravitacional de partículas pertencentes e incorporadas em um fluido parafínico de perfuração real já utilizado em campo. Para tanto, foi utilizada a técnica de atenuação de raios gama e, segundo os autores, embora o fluido apresentasse comportamento pseudoplástico e dependente do tempo, o perfil de sedimentação foi semelhante ao que normalmente ocorre em fluidos newtonianos. Este comportamento foi associado ao efeito da concentração de sólidos no processo. Além disso, por meio das curvas de equi-concentração foi verificada a compressibilidade do sedimento.

2.4. Técnica de atenuação de raios gama

A técnica de atenuação de raios gama (TARG) é uma técnica não destrutiva e não invasiva e apresenta resultados com boa repetitividade e confiabilidade (WILLIAMS *et al.*, 1990). Ela permite o monitoramento de diferentes propriedades em diferentes áreas do conhecimento, como na odontologia (ABBOSOVA *et al.*, 2019) na medicina (KOKSAL *et al.*, 2019), na agronomia (PIRES, 2018), na engenharia (FAGUNDES *et al.* 2018 e 2019; SANTOS *et al.* 2018 e 2019). Esta técnica, em experimentos de sedimentação em fluidos de perfuração, permite avaliar a variação da concentração volumétrica dos sólidos em diferentes alturas e tempos com uma mesma amostra.

Seu princípio de funcionamento baseia-se na relação entre os feixes de raios- γ emitidos pelo radioisótopo e os feixes recebidos no sistema de detecção. A diferença

entre estes feixes deve-se, praticamente, devido à atenuação dos raios- γ pelo meio físico. Segundo Gardner e Ely-Jr (1967) a atenuação dos feixes de radiação são função do coeficiente de atenuação mássico, da densidade e da espessura do meio físico.

Para a utilização desta técnica é necessário um radioisótopo e um sistema de detecção dos raios gama. As fontes de raios gama usualmente utilizadas são Amerício-241 e Césio-137. O pico mais energético de raios- γ desses radioisótopos apresentam 60 e 660 KeV, respectivamente. Assim, os raios- γ emitidos pela fonte de Césio-137 são 11 vezes mais energéticos do que os emitidos pela fonte de Amerício-241. Além da energia emitida em cada feixe de radiação, avalia-se também a atividade da fonte, ou seja, a quantidade de feixes de radiação emitidos (DAMASCENO, 1992; GARDNER e ELY-JR, 1967).

O sistema de detecção de radiação é composto por um cristal cintilador que detecta os raios gama e os transformam em fótons de luz devido à movimentação dos elétrons nas camadas de valência (GARDNER e ELY-JR, 1967). De forma complementar, um sistema ou equipamento eletrônico deve ser acoplado ao cristal cintilador de forma a transformar os fótons de luz em pulsos elétricos. Em Arouca (2003 e 2007), Moreira (2014), Fagundes (2015) e Santos (2017) foi utilizado, além de um cristal cintilador, um sistema composto por um tubo fotomultiplicador com pré-amplificador, um amplificador, uma fonte de alta tensão, um analisador de canais e um contador de pulsos para a obtenção indireta da concentração volumétrica de sólidos em diferentes tempos e posições de monitoramento. A Figura 2.12 apresenta uma ilustração do sistema.

Todo sistema de detecção de contagem de pulso de radiação possui um tempo de resolução (τ'), também conhecido como tempo morto. Por definição, nenhuma contagem pode ser feita durante este tempo, pois ele 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. Este tempo é função de características do detector, pré-amplificador, amplificador e do sistema de gravação (GARDNER e ELY-JR, 1967).



Figura 2.12 - Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (Fonte: adaptado de MOREIRA, 2014).

A fração do tempo em que a contagem de pulsos não pode ser realizada é o produto da intensidade de radiação que chega ao sistema com o tempo de resolução ($I_i \tau'$). Então, a fração de tempo em que a contagem pode ser realizada é $1 - I_i \tau'$. Desta forma, a contagem corrigida deve ser obtida quando a intensidade de radiação for dividida pela fração do tempo disponível para contagem (GARDNER e ELY-JR, 1967) (Equação 2.13):

$$R_i = \frac{I_i}{(1 - I_i \tau')} \quad (2.13)$$

sendo I_i e R_i a intensidade de radiação detectada com e sem a correção pelo tempo de resolução do sistema (τ'), respectivamente.

Segundo Damasceno (1992), um procedimento para determinar o tempo de resolução do sistema, alternativo ao procedimento com dois radioisótopos sugerido em Gardner e Ely-Jr (1967), seria a utilização de dois meios atenuantes diferentes, conforme o procedimento descrito a seguir.

Inicialmente obtém-se a intensidade de radiação no sistema sem a utilização de qualquer meio atenuante (I_0). Em seguida, realiza-se a obtenção da intensidade de radiação com um dos meios atenuantes, denominado de A, entre o radioisótopo e o sistema de detecção e desta contagem subtrai-se I_0 , obtendo assim I_A . O mesmo procedimento é realizado quando utilizados os dois meios atenuantes alternativos juntos (A e B) e quando utilizado somente o meio B, obtendo, respectivamente, I_{AB} e I_B . Outra medida necessária é a contagem de intensidade de pulsos quando a fonte de radiação está selada por uma placa de chumbo, I_{bg} . Com estes valores, torna-se possível a determinação do tempo de resolução do sistema de detecção pela Equação 2.14 (GARDNER e ELY-JR, 1967):

$$\tau' = \frac{I_{AB} - I_A - I_B + I_{bg}}{I_A^2 + I_B^2 - I_{AB}^2} \quad (2.14)$$

Para relacionar os resultados obtidos por meio da TARG e já corrigidos pelo tempo de resolução do sistema com a concentração volumétrica de sólidos, utiliza-se a expressão de Lambert (Equação 2.15) (GARDNER e ELY-JR, 1967):

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = \beta \varepsilon_s \quad (2.15)$$

sendo R_0 e R a contagem corrigida de pulsos que chegam ao sistema de detecção sem e com sólidos no meio, respectivamente, e β uma constante experimental.

A determinação da curva de calibração de um sistema bifásico (sólido-líquido) pode ser realizada, como sugerido por Fagundes (2015), com os seguintes resultados experimentais:

- concentração volumétrica de sólidos inicial (ε_{sh}) e $\ln\left(\frac{R_0}{R_h}\right)$, e
- concentração volumétrica de sólidos zero ($\varepsilon_s=0$) e $\ln\left(\frac{R_0}{R_0}\right)=0$.

em que R_h é a contagem corrida de pulsos na suspensão homogênea, que foi obtida nos instantes iniciais do experimento, ε_{sh} .

Por fim, como apresentado na seção anterior (2.3), pesquisas envolvendo o monitoramento da concentração volumétrica de sólidos durante a sedimentação gravitacional em batelada em fluidos de comportamento reológico newtoniano e não newtoniano, a exemplos dos fluidos de perfuração de poços de petróleo, utilizaram a técnica de atenuação de raios- γ e comprovaram o seu potencial.

A revisão bibliográfica apresentada neste capítulo contempla uma abordagem teórica e os principais trabalhos para a evolução desta tese.

Capítulo 3

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os materiais e métodos utilizados para o desenvolvimento deste trabalho que consiste no estudo da influência do viscosificante carboximetil celulose e do adensante hematita na reologia e na sedimentação gravitacional em batelada de partículas, além da determinação das equações constitutivas de pressão nos sólidos e de permeabilidade.

Para facilitar o entendimento, adianta-se que o estudo do efeito do viscosificante foi realizado em fluidos de perfuração aquosos com 4% v/v de carbonato de cálcio e preparados no Laboratório de Separação Sólido-Líquido (LabSep) da Universidade Federal de Uberlândia. Por outro lado, o efeito do adensante foi avaliado utilizando fluidos de perfuração complexos cedidos pela Petrobras.

3.1. Carboximetil celulose (CMC)

A carboximetil celulose é um polímero aniônico derivado da celulose e com razoável solubilidade em água. Ele é utilizado em diversos produtos devido as suas características de não toxicidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade, sendo encontrado em produtos fármacos, em alimentícios, em têxteis e em fluidos de perfuração de poços de petróleo. Este polissacarídeo, no entanto, possui elevada sensibilidade aos fatores temperatura, pH e forças iônicas, ocorrendo mudanças em suas propriedades e conformação (SILVA, 2018; ARINAITWE e PAWLIK 2014; PEREIRA *et al.*, 2018).

Em fluidos de perfuração, o CMC, além de ser utilizado como aditivo viscosificante e redutor de filtrado, apresenta boa resistência ao cisalhamento aplicado

pela broca. Se tratando de fluidos base água, adiciona-se, em média, 2 lb/bbl (5,7 g/L) (MANUAL DE FLUIDOS PETROBRAS).

As análises do efeito do viscosificante foram realizadas com o sal sódico de carboximetil celulose da marca Synth, cujas especificações, segundo a fabricante, são: teor em sódio: 6,5-95% b.a. e máximo de impurezas: 0,002% com metais pesados.

3.1.1. Preparo das soluções de carboximetil celulose

Com a finalidade de avaliar o comportamento de um conjunto de partículas sedimentando em fluidos aquosos de diferentes concentrações do polímero carboximetil celulose, foram feitas soluções cujas composições estão apresentadas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição das soluções aquosas de carboximetil celulose.

Solução (m/m)	Água destilada (mL)	Formaldeído 36,5-38% (mL)	Carboximetil celulose (g)
CMC 0,2%	998	2	2
CMC 0,4%	996	4	4
CMC 0,6%	994	6	6
CMC 0,8%	992	8	8
CMC 1,0%	990	10	10

A escolha das concentrações das soluções aquosas de CMC para este estudo esta relacionada com o trabalho de Moreira (2014). O autor avaliou a suspensão aquosa polimérica de CMC 0,6% m/m com 4% de CaCO₃, possibilitando assim ser uma referência comparativa aos resultados aqui apresentados. Além disso, o Moreira (2014) também utilizou a Técnica de Atenuação de Raios Gama.

As soluções foram preparadas em béqueres. Neles, foram adicionados a água destilada e o formaldeído, e iniciado a agitação no misturador em hélice, modelo RW 20D2Mn, do fabricante IkaLabortech (Figura 3.1). Em seguida, o CMC foi adicionado

lentamente e a agitação mantida em 1500 rpm até dissolução do polímero (15 minutos), conforme procedimento realizado por Moreira (2014).



Figura 3.1 - Misturador em hélice.

A sugestão de adição, da mesma quantidade em gramas de polímero, de mililitros de formaldeído à solução foi apresentada em Pereira (2006). Segundo o autor, este procedimento retarda a degradação do polímero na solução.

3.1.2. Massa específica das soluções de carboximetil celulose

A determinação da massa específica das soluções foi realizada utilizando picnômetro de vidro com capacidade de 25 mL, em temperatura de 25°C, e a água como fluido de comparação ($\rho_{H_2O} = 0,99823 \text{ g/cm}^3$). A massa específica obtida para cada solução está apresentada na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Massa específica e desvio padrão das soluções de CMC.

Solução (m/m)	Média (g/cm³)	Desvio padrão (g/cm³)
CMC 0,2 %	0,9996	0,0004
CMC 0,4 %	0,9997	0,0001
CMC 0,6 %	1,0011	0,0016
CMC 0,8 %	1,0024	0,0008
CMC 1,0 %	1,0026	0,0013

3.1.3. Carbonato de Cálcio

O carbonato de cálcio (CaCO_3) é um produto adicionado em fluidos de perfuração de poços de petróleo para exercer função de material obturante (MANUAL DE FLUIDOS PETROBRAS). Ele é utilizado para selar os poros das rochas perfuradas e, assim, evitar a perda do fluido, uma vez que a pressão no anular deve ser maior do que a pressão na formação rochosa, e também evitar o surgimento de fraturas no poço.

Segundo Yan *et al.* (1996) apud Manual de Fluidos Petrobras, partículas maiores ou de tamanhos próximos ao tamanho do poro dão origem ao reboco externo. Por sua vez, partículas menores conseguem penetrar a formação aderindo às paredes ou mesmo obstruindo a garganta do poro. Segundo os autores, a obstrução máxima do poro ocorre quando o diâmetro da partícula é 1/2 a 2/3 do diâmetro do poro médio rocha.

As amostras de carbonato de cálcio utilizadas foram adquiridas da empresa Provale Indústria e Comércio S/A em sacos de 25 Kg e armazenadas em recipientes com tampas. Para a utilização do carbonato de cálcio foi realizado, previamente, o quarteamento dos sólidos e as análises seguintes.

3.1.4. Massa específica do carbonato de cálcio

A massa específica do carbonato de cálcio foi determinada, a partir de cinco medidas distintas de uma mesma amostra, por picnometria a gás hélio utilizando o aparelho Gas Pycnometer da Micromeritics, modelo AccuPyc 1330. O valor médio obtido para a massa específica do sólido CaCO_3 foi $(2,888 \pm 0,002) \text{ g/cm}^3$.

3.1.5. Análise granulométrica do carbonato de cálcio

A análise granulométrica do sólido foi realizada por meio da técnica da difração a *laser* no Malvern Mastersizer Micro Plus MAF 5001. A dispersão dos sólidos foi realizada em um becker com 500 mL de água e 20 mL de solução de Calgon 25g/L. Para contribuir com a dispersão das partículas, também foi realizado um banho ultrassônico em temperatura ambiente e em rotação 2500 rpm por 30 seg.

O ajuste que melhor representou os resultados da distribuição de tamanhos do carbonato de cálcio foi o Rosin-Rammler-Bennet (RRB) (Equação 3.1).

$$X = 1 - \exp\left(-\left(\frac{D}{D'}\right)^n\right) \quad (3.1)$$

em que D' e n são parâmetros do modelo e X representa a fração volumétrica de partículas com diâmetro menor ou igual ao diâmetro D . Segundo Peçanha (2014), o parâmetro D' corresponde ao diâmetro de partícula tal que 63,2% da massa da amostra referem-se a partículas menores do que $D_{63,2}$ e o parâmetro n não apresenta significado estatístico.

Na Figura 3.2 apresenta-se a distribuição cumulativa de tamanho obtida para o carbonato de cálcio, assim como os valores dos parâmetros e o ajuste ao modelo de RRB.

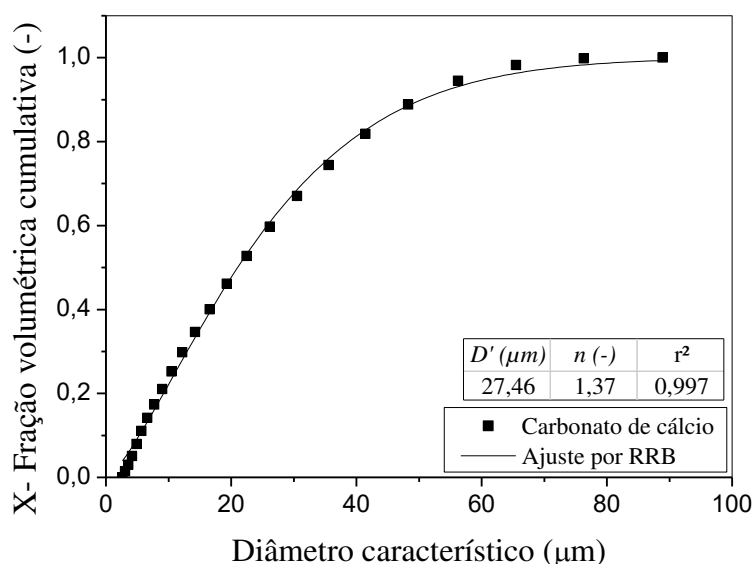


Figura 3.2 - Distribuição de tamanho de partículas, parâmetros e ajuste por RRB para o carbonato de cálcio (Fonte: elaborada pela autora).

Os diâmetros volumétricos das partículas correspondentes a 10% ($D_{0,1}$), 50% ($D_{0,5}$), 90% ($D_{0,9}$), assim como o diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) da distribuição cumulativa estão dispostos na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Diâmetros volumétricos característicos das partículas.

$D_{0,1}(\mu\text{m})$	$D_{0,5}(\mu\text{m})$	$D_{0,9}(\mu\text{m})$	$D_{3,2}(\mu\text{m})$
5,42	21,17	49,93	13,10

3.1.6. Concentração volumétrica de sólidos

Para avaliar a sedimentação de CaCO_3 nas soluções aquosas de CMC, foram preparadas suspensões de mesma concentração volumétrica de sólidos ($\varepsilon_s=4\%$). Para tanto, a massa de sólidos adicionada nas suspensões foi calculada utilizando as Equações 3.2 e 3.3.

$$\varepsilon_s = \frac{V_s}{V_t} = \frac{V_s}{V_s + V_l} \quad (3.2)$$

$$m_i = V_i \rho_i \quad (3.3)$$

sendo m , V e ρ a massa, o volume e a massa específica, respectivamente. Os índices s , l indicam sólido e líquido, respectivamente, e o símbolo t indica que devem ser contabilizadas os dois componentes do sistema.

3.1.7. Densidade das suspensões de carboximetil celulose com CaCO_3

A determinação da densidade das suspensões seguiu o mesmo procedimento descrito na seção 3.1.2 e os resultados encontrados para esses fluidos estão apresentados na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 - Densidade e desvio padrão das suspensões de CMC com CaCO_3 .

Suspensão	Média (g/cm ³)	Desvio padrão (g/cm ³)
CMC 0,2%	1,070	0,010
CMC 0,4%	1,073	0,001
CMC 0,6%	1,075	0,005
CMC 0,8%	1,076	0,004
CMC 1,0%	1,077	0,004

3.2. Hematita

Em fluidos de perfuração, agentes adensantes são essenciais para aumentar a densidade da suspensão, garantindo a estabilidade do poço por controlar a pressão das

formações rochosas, e para aumentar a taxa de penetração da broca. A barita é o adensante atualmente mais utilizado em fluidos de perfuração, no entanto, as reservas onde se retira este mineral estão chegando a quantidades e qualidades reduzidas. Desta forma, materiais particulados alternativos de alta densidade, como calcita e hematita estão sendo estudados (QUERCIA *et al.*, 2009; JIANG *et al.*, 2018; CAENN *et al.*, 2017; ABDOU *et al.*, 2018).

A hematita, uma alternativa ao uso da barita, apresenta como vantagens a diminuição da concentração desse mineral na formulação do fluido para alcançar o mesmo peso na suspensão e também diminuição na perda de fluido, resultando na redução dos danos a formação. Além disso, este mineral apresenta alta solubilidade em meios ácidos, baixa taxa de atrito e redução do potencial de erosão, segundo Quercia *et al.* (2009).

Os fluidos de perfuração adensados com hematita para o presente estudo foram formulados e preparados no Centro de Pesquisa da Petrobras (CENPES) e, portanto, devido às políticas da empresa, não foi possível apresentar os outros componentes e quantidades das formulações. No entanto, garante-se que foi preparado um fluido aquoso polimérico base com antiespumante, bactericida, emulsificante, controlador de pH e sal. Após essa etapa, os fluidos foram finalizados com a adição de quantidades adequadas de hematita e denominados de H1, H2, H3 e H4.

3.2.1. Caracterização da hematita e dos fluidos

Para caracterizar os sólidos e os fluidos formulados com hematita, foram determinadas: a massa específica dos sólidos, a densidade de cada fluido e a concentração volumétrica de sólidos.

A caracterização dos fluidos adensados com hematita se diferenciou da utilizada nos fluidos formulados com CMC em razão deles terem sido fabricados no Centro de Pesquisa da Petrobras.

Para a obtenção da massa específica dos sólidos foi necessário realizar previamente o teste no Kit Retorta marca FANN, modelo 210463 com 50 mL de

capacidade, como indicado em Caenn *et al.* (2017). Nesse experimento, colocou-se uma amostra de fluido em uma célula de teste, que foi aquecida em $(400 \pm 40)^\circ\text{C}$, e a parte aquosa do fluido evaporada e coletada em uma proveta. O sólido restante na célula de teste foi então caracterizado da mesma forma descrita na seção 3.1.4, por picnometria a gás hélio.

Para a determinação da densidade do fluido foi realizada a picnometria em vidraria de 25 mL, em temperatura de 25°C , como descrito em seção 3.1.2.

A determinação da concentração volumétrica de sólidos foi realizada utilizando as Equações 3.2 e 3.3 e os valores obtidos de massa específica de sólidos, densidade do fluido e os volumes observados pelas análises da retorta. Os resultados encontrados para essas caracterizações encontram-se na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Parâmetros estimados para o estudo em fluidos adensados com hematita.

Caracterização	H1	H2	H3	H4
Massa específica dos sólidos (g/cm^3)	$2,311 \pm 0,003$	$3,201 \pm 0,001$	$3,669 \pm 0,002$	$3,955 \pm 0,001$
Densidade do fluido (g/cm^3)	$1,170 \pm 0,006$	$1,369 \pm 0,001$	$1,582 \pm 0,001$	$1,750 \pm 0,003$
Concentração volumétrica inicial de sólidos (%)	$12,7 \pm 0,2$	$16,9 \pm 0,4$	$24,6 \pm 0,3$	$31,0 \pm 0,6$

Os sólidos obtidos no teste em Kit Retorta também foram utilizados na análise da distribuição granulométrica. O procedimento experimental foi o mesmo descrito na seção 3.2.1 e os resultados foram ajustados ao modelo de Rosin-Rammler-Bennet (RRB) (Equação 3.1). A Figura 3.3 apresenta a distribuição cumulativa de tamanho desses sólidos e o ajuste de cada curva ao modelo RRB e no Apêndice A são apresentados esses resultados de forma separada.

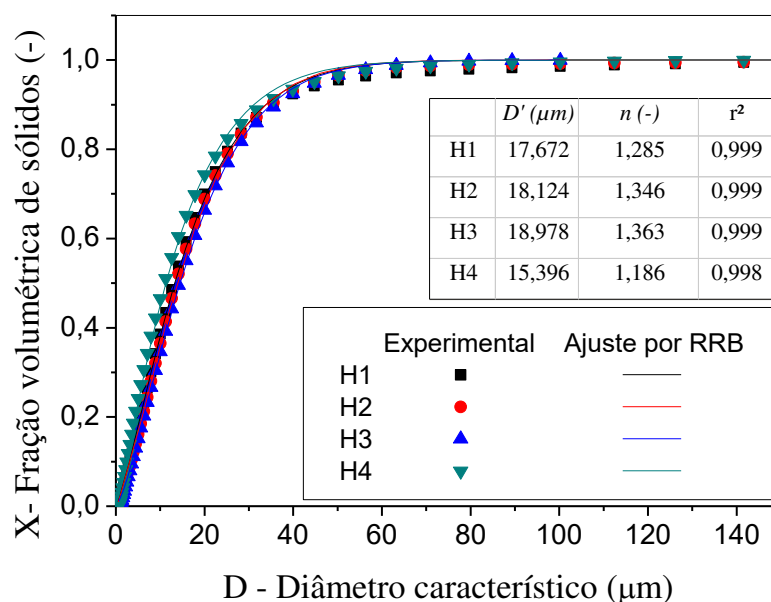


Figura 3.3 - Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos de hematita (Fonte: elaborada pela autora).

Os diâmetros característicos das partículas ($D_{0,1}$, $D_{0,5}$, $D_{0,9}$ e $D_{3,2}$) obtidos da distribuição cumulativa para os sólidos estão apresentados na Tabela 3.6.

Tabela 3.6 - Diâmetros volumétricos característicos das partículas de hematita.

Suspensão	$D_{0,1} (\mu m)$	$D_{0,5} (\mu m)$	$D_{0,9} (\mu m)$	$D_{3,2} (\mu m)$
H1	3,14	13,04	35,46	7,03
H2	3,44	13,57	34,99	7,54
H3	3,69	14,29	36,20	8,28
H4	2,54	10,95	33,34	6,07

3.3. Reologia

As análises reológicas das soluções foram realizadas utilizando um viscosímetro Brookfield, modelo DV2TLV (Figura 3.4), com acoplamento para

amostras pequenas e geometria cone rotativo e placa fixa. Para a aquisição de resultados foi realizada a auto calibração do equipamento após ligá-lo e utilizado o *software* RheocalcT. Os testes foram realizados em triplicata.



Figura 3.4 - Viscosímetro Brookfield DV2T.

O viscosímetro Brookfield mede a viscosidade do fluido em velocidades fixas de rotação com a utilização de uma mola calibrada pela empresa Brookfield e um *spindle* acoplado, o qual deve estar imerso na amostra a ser analisada (Figura 3.5). A resistência viscosa da amostra contra o *spindle* faz com que a mola desvie e essa deflexão está relacionada com o torque.

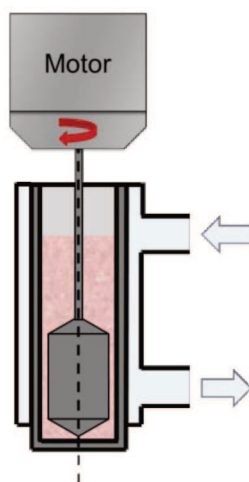


Figura 3.5 - Princípio de funcionamento do viscosímetro (Fonte: elaborada pela autora).

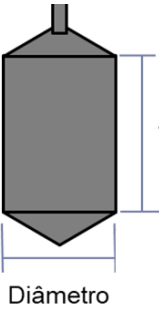
Nos experimentos reológicos desta tese somente um recipiente de amostra foi utilizado, o SC4-13R, e para possibilitar o controle da temperatura com água em 25°C foi utilizada uma camisa em conjunto com um banho ultra termostático da Quimis, modelo Q214M2.

Os *spindles* utilizados para obtenção de medidas reológicas, a depender do experimento, foram: SC4-18, SC4- 25 e SC4-34. A Figura 3.6 mostra uma fotografia deles e a Tabela 3.7 apresenta informações, segundo o manual do equipamento, sobre as dimensões e a taxa de deformação máxima de cada *spindle*.



Figura 3.6 - *Spindles* a) SC4-18, b)SC4-34 e c) SC4-25.

Tabela 3.7 - Dimensões e taxa máxima de deformação dos *spindles*.

	<i>Spindle</i>	Diâmetro (mm)	Altura (mm)	Taxa de deformação máxima (s ⁻¹)
	SC4-18	17,48	31,72	296
	SC4-25	4,78	13,21	44
	SC4-34	9,39	24,23	56

3.3.1. Comportamento reológico das soluções de CMC

As soluções de CMC foram avaliadas reologicamente quanto ao tempo de hidratação do polímero, ao espessamento, à pseudoplasticidade e à dependência com o tempo.

3.3.1.1. Tempo de hidratação

De acordo com Bicalho (2015) e Melo *et al.* (2013), após o preparo da solução sugere-se esperar a hidratação do polímero antes de iniciar os experimentos. Neste período, as propriedades reológicas sofrem alterações até que se alcance a interação máxima do polímero com a água.

O procedimento de determinação deste tempo foi baseado na tese da pesquisadora Bicalho (2015) que realizou testes reológicos com soluções de goma xantana a cada 24 horas após o preparo do fluido.

Para este trabalho, foi avaliada a resposta reológica das soluções de CMC nos tempos 0, 24, 48 e 72 h após o preparo das mesmas. O procedimento experimental para esta avaliação e para o espessamento e a pseudoplasticidade foi o mesmo e será apresentado a seguir (na seção 3.3.12).

3.3.1.2. Espessamento e pseudoplasticidade

Para a avaliação da influência do tempo de hidratação, do espessamento e da pseudoplasticidade na reologia das soluções de CMC foram obtidos resultados, em estado estacionário, para diferentes taxas constantes de deformação com um único *spindle*, o SC4-34.

Para iniciar o experimento sempre da mesma condição, antes da aplicação de cada deformação constante, as soluções foram submetidas a um pré-cisalhamento na maior taxa possível do *spindle* utilizado (56 s^{-1}) durante 1 min. Este procedimento foi

repetido antes do início de cada taxa constante de deformação pré-determinada (de 5 até 50 s⁻¹), enquanto o viscosímetro operava dentro da faixa de precisão descrita no manual.

Os resultados obtidos por meio deste procedimento experimental foram ajustados por *Power law* (Equação 2.4) e foi realizada uma análise estatística entre os índices de comportamento (n) e também entre os índices de consistência (m).

$$\tau = m\dot{\gamma}^n \quad (2.4)$$

sendo m e n , respectivamente, os índices de consistência e de comportamento, τ a tensão cisalhante e $\dot{\gamma}$ a taxa de deformação.

3.3.1.3. Tratamento estatístico

Os resultados obtidos com os experimentos reológicos para avaliar o tempo de hidratação do polímero carboximetil celulose foram avaliados estatisticamente por um teste de hipótese bicaudal para amostra pequena (t-Student). Esta análise teve a finalidade de avaliar se podem ser considerados iguais os índices de comportamento e de consistência obtidos pelo ajuste de *Power Law* na solução aquosa de mesma concentração de CMC, porém, em diferentes tempos após o preparo.

Assim, as hipóteses formuladas foram as seguintes:

- H_0 (hipótese nula): $i_{CMC,x \text{ horas}} = i_{CMC,y \text{ horas}}$
- H_1 (hipótese alternativa): $i_{CMC,x \text{ horas}} \neq i_{CMC,y \text{ horas}}$

sendo $i_{CMC,x \text{ horas}}$ o índice do ajuste de *Power Law* analisado no tempo x após o preparo e $i_{CMC,y \text{ horas}}$ o mesmo tipo de índice em um tempo diferente do x .

Para esta avaliação foi escolhido o nível de significância (α) de 5%.

3.3.1.4. Dependência com o tempo

Após avaliar o comportamento não newtoniano, foram realizados experimentos para verificar se havia dependência com o tempo nas soluções de diferentes concentrações de CMC. Para tanto, foi analisada a histerese entre as curvas de aumento e diminuição gradual da deformação pelo método de integração numérica dos trapézios.

Nesse tipo de teste também foi realizado um pré-cisalhamento, no entanto, neste caso, este procedimento foi realizado uma única vez no início. Além disso, para trabalhar na maior e na mesma faixa de taxas de deformações em todas as soluções de CMC (entre 10 e 40 s⁻¹), foi necessário utilizar diferentes *spindles* de mesma geometria. Assim, nas soluções de CMC 0,2 e 0,4% foi utilizado o *spindle* SC4- 18, nas soluções CMC 0,6 e 0,8% utilizou-se o *spindle* SC4-34 e na CMC 1,0%, o *spindle* SC4-25.

3.3.2. Comportamento reológico das suspensões aquosas poliméricas adensadas com hematita

A reologia das suspensões aquosas poliméricas adensadas com hematita foi avaliada pelo comportamento apresentado pelas curvas de escoamento e pelas curvas obtidas ao aplicar a mesma taxa constante de deformação após diferentes tempos de repouso.

3.3.2.1. Curva de escoamento

A determinação da curva de escoamento foi necessária para avaliação do espessamento e da pseudoplasticidade das suspensões em análise. Para tanto, foi utilizado o *spindle* SC4-34 e foi realizado o seguinte procedimento experimental: aplicação de um pré-cisalhamento em 44 s⁻¹ durante 1 min e aplicação de um cisalhamento constante. Este procedimento foi realizado para as taxas previamente escolhidas de 0,1, 0,5, 1, 5 e 10 s⁻¹. Os valores de tensão de cisalhamento obtidos por este procedimento em conjunto aos de taxa constante de deformação quando em estado estacionário, foram ajustados por *Power Law* (Equação 2.4).

3.3.2.2. Tempo de repouso

A avaliação do comportamento do fluido após diferentes tempos de repouso permite a avaliação da suspensão quanto à dependência com o tempo. Para tanto, foi aplicado um pré-cisalhamento em 44 s^{-1} durante um 1 min, em seguida um repouso, e, por fim, um cisalhamento em taxa constante de 1 s^{-1} por 1 min. Os tempos de repouso escolhidos foram 10 seg, 10 min e 30 min.

3.4. Unidade de aplicação de radioisótopos

A unidade de aplicação de radioisótopos era formada por uma estrutura metálica, uma fonte radioativa e um sistema de detecção, conforme apresentado na Figura 3.7. A estrutura metálica possuía uma plataforma móvel. Nesta, por sua vez, foi acoplada, em um lado, uma peça cúbica de chumbo que continha o Amerício-241 e, no outro lado, o sistema de detecção de radiação acoplado a outra peça de chumbo. A radiação do Amerício-241 foi colimada por meio um orifício cilíndrico de 5 mm no meio atenuante e no sistema de detecção, que foram alinhados.

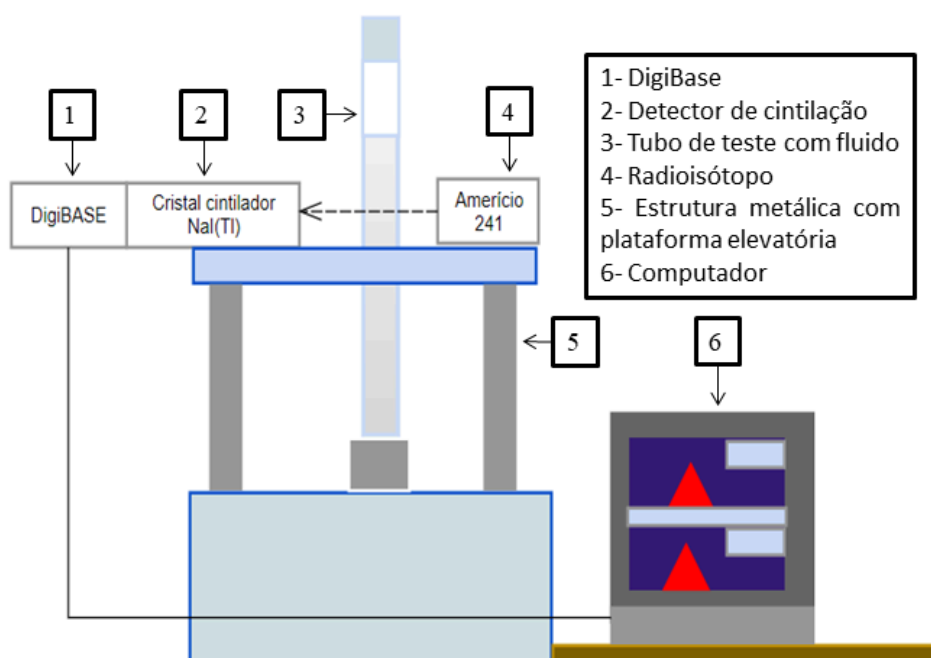


Figura 3.7 - Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (Fonte: elaborada pela autora).

O sistema de detecção de radiação (Figura 3.8) era composto por:

- um cristal cintilador de iodeto de sódio (NaI) ativado por Tálcio: como apresentado na seção 2.4, o cristal de iodeto de sódio tem função de transformar a radiação absorvida em fótons de luz. Ou seja, ao receber a energia do radioisótopo, os elétrons do iodeto de sódio vão para uma camada de valência mais energética e quando retornam ao estado natural, emitem fótons de luz (GARDNER e ELY-JR, 1967);
- um Digibase da ORTEC: aparelho que combina um pré-amplificador e detector de altas voltagens com um analisador digital de canais. Assim, ele transforma os fótons de luz emitidos pelo cristal em pulsos amplificados de corrente elétrica (fótons energéticos); e
- um computador com o *software* Maestro: utilizado para determinar a intensidade de radiação detectada pelo cristal cintilador por meio do cálculo da área do pico energético do radioisótopo.



Figura 3.8 - Fotografia do sistema de detecção de radiação.

Antes de qualquer determinação utilizando esse sistema, o Digibase foi ajustado para calcular a área bruta do espectro de emissão de radiação do amerício localizado em 60 KeV.

Para a realização do experimento de monitoramento da sedimentação gravitacional em batelada, uma amostra homogênea, de aproximadamente 500 mL de suspensão, foi colocada em um tubo cilíndrico de vidro de fundo fechado de 350 mm de altura, 55 mm de diâmetro interno e 3 mm de espessura, e, em seguida, colocada no centro da unidade metálica, entre a fonte radioativa e o sistema de detecção. Para cada repetição, em cada posição e em cada tempo experimental foram obtidos 6 contagens de pulsos de 20 seg cada.

As amostras de fluido de CMC com carbonato de cálcio, assim como as amostras de fluido adensado com hematita, foram agitadas utilizando o misturador em hélice, apresentado anteriormente na Figura 3.1 e, em seguida, colocadas no tubo de teste e agitadas manualmente com o auxílio de uma peça axial perfurada com geometria cilíndrica desenvolvida por Ruiz (2000).

3.4.1. Determinação do tempo de resolução do sistema

A determinação do tempo de resolução do sistema de detecção de radiação (τ') foi realizada de acordo com o procedimento apresentado na seção 2.4. Para tanto, foram utilizadas duas placas acrílicas de espessuras diferentes, denominadas de placa A e placa B. Este método, como apresentado em Damasceno (1992) é um procedimento alternativo ao sugerido por Gardner e Ely-Jr (1967), que utilizaram dois radioisótopos de energia diferentes.

A Tabela 3.8 apresenta a média dos valores obtidos experimentalmente para o cálculo do parâmetro tempo de resolução do sistema ($\tau' = (1,69 \pm 11,2) \cdot 10^{-4}$ s).

Tabela 3.8 - Média dos valores usados para a estimativa do tempo de resolução do sistema.

	Intensidade média de radiação (s^{-1})
I_{AB}	2990,83
I_A	1548,35
I_B	1923,99
I_{bg}	1,68

3.4.2. Determinação da curva de calibração do sistema

A determinação da curva de calibração do sistema também foi apresentada no capítulo 1 (INTRODUÇÃO), seção 2.4. Para tanto, como sugerido por Fagundes (2015), utilizou-se dois resultados experimentais obtidos durante a sedimentação gravitacional em batelada:

- Concentração volumétrica de sólidos inicial (ε_{sh}) e $\ln\left(\frac{R_0}{R_h}\right)$, e
- Concentração volumétrica de sólidos zero ($\varepsilon_s=0$) e $\ln\left(\frac{R_0}{R_0}\right)=0$.

Este procedimento apresenta a vantagem de não ser necessária à formulação de diferentes suspensões de diferentes concentrações de sólidos como realizado anteriormente nas pesquisas desenvolvidas no LabSep e, portanto, permitindo a determinação de curva de calibração também em fluidos de perfuração fornecidos prontos pelo CENPES.

3.5. Equações constitutivas

A obtenção de equações constitutivas é necessária para determinar a equação do movimento para sistemas sólido-líquido e assim, posteriormente, possibilitar a

simulação do fenômeno de sedimentação gravitacional em batelada e contribuir nos processos que envolvem a perfuração e a extração de petróleo do poço.

Assim, equações constitutivas foram determinadas correlacionando pressão nos sólidos (P_s) com ε_s e calculada a permeabilidade no meio poroso (K) para um sedimento com pouca compressibilidade. Para tanto, os resultados experimentais utilizados foram obtidos com a utilização da TARG quando o sedimento apresentava tendência a elasticidade. Assim, foi realizado um novo monitoramento da concentração volumétrica de sólidos ao longo da altura do sedimento.

As equações constitutivas foram desenvolvidas a partir das equações de conservação da massa para o sólido e para o fluido e da equação do movimento para o componente sólido (Equações 3.4 a 3.6) e com a adoção das hipóteses:

- a) Sistema isotérmico e não reacional;
- b) Escoamento unidimensional (Figura 3.9);
- c) Líquido incompressível;
- d) Efeitos de parede desconsiderados;
- e) Fluido não newtoniano;
- f) Velocidades e taxas de cisalhamento baixas (Reynolds baixo);
- g) Regime permanente;
- h) Uniformidade de concentração da amostra;
- i) Sedimento isotrópico;
- j) Força resistiva representada pela equação de Silva Telles e Massarani (1979);
- k) Tensão nos sólidos é função exclusiva da porosidade local;
- l) Velocidades das fases sólida e líquida nulas no topo e no fundo da coluna de sedimentação; e
- m) Termos inerciais na equação do movimento para sólidos são desprezíveis.

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} + \frac{\partial \varepsilon_s v_s}{\partial z} = 0, \quad \frac{d \varepsilon_s v_s}{dz} = 0, \quad \varepsilon_s v_s = q_s \quad (3.4)$$

$$\frac{\partial \varepsilon_f}{\partial t} + \frac{\partial \varepsilon_f v_f}{\partial z} = 0, \quad \frac{d \varepsilon_f v_f}{dz} = 0, \quad \varepsilon_f v_f = q_f \quad (3.5)$$

$$\rho_s \varepsilon_s \left(\frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) = \frac{\partial T_s}{\partial z} + M + \varepsilon_s (\rho_s - \rho_f) g \quad (3.6)$$

em que v_s , q_s são a velocidade intersticial, a velocidade superficial dos sólidos, v_f , q_f são a velocidade intersticial, a velocidade superficial do fluido, T_s é o tensor tensão total e M a força resistiva.

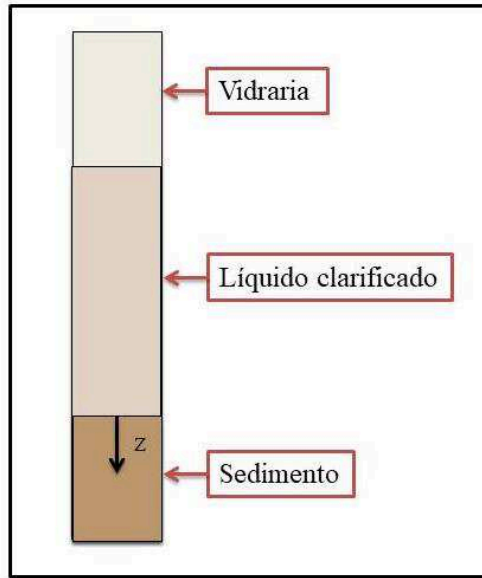


Figura 3.9 - Ilustração do eixo considerado para a determinação da pressão nos sólidos e da permeabilidade do sedimento (Fonte: elaborada pela autora).

Utilizando as hipóteses dos termos inerciais serem desprezíveis (Equação 3.7) e da tensão nos sólidos ser função exclusiva da porosidade (D'ÁVILA, 1976) (Equação 3.8), têm-se:

$$\rho_s \varepsilon_s \left(\frac{\partial v_s}{\partial t} + v_s \frac{\partial v_s}{\partial z} \right) \cong 0 \quad (3.7)$$

$$\mathbf{T}_s = -P_s \mathbf{I} \quad (3.8)$$

sendo \mathbf{I} a matriz identidade.

Para representar a força resistiva para fluidos não newtonianos foi utilizada a expressão apresentada em Silva Telles e Massarani (1979) (Equação 3.9).

$$M = \frac{1}{K} \left[-\frac{T(\lambda^*)}{\lambda^*} \right] \left[1 + c \frac{\rho_f \sqrt{k} \|q\|}{T(\lambda^*)/\lambda^*} + c_1 \frac{\sigma_1(\lambda^*)}{T(\lambda^*)/\lambda^*} + c_2 \frac{\sigma_2(\lambda^*)}{T(\lambda^*)/\lambda^*} \right] q \quad (3.9)$$

sendo K a permeabilidade do meio poroso, λ^* a taxa de cisalhamento característica, $T(\lambda^*)$ a tensão cisalhante característica, c , c_1 e c_2 fatores geométricos, $\sigma_1(\lambda^*)$ e $\sigma_2(\lambda^*)$ tensões normais e q a velocidade superficial da mistura.

Ao considerar a hipótese de baixas velocidades e taxas de cisalhamento, tem-se a simplificação da força resistiva que desconsiderou as forças inerciais (número de Reynolds) e os efeitos de tensões normais (números de Deborah), dada pela Equação 3.10.

$$M = \frac{1}{K} \left(-\frac{T(\lambda^*)}{\lambda^*} \right) q \quad (3.10)$$

Portanto, substituindo-se as Equações 3.7, 3.8 e 3.10 na Equação 3.6, foi possível obter a Equação 3.11:

$$\frac{\partial P_s}{\partial z} = \frac{1}{k} \left(-\frac{T(\lambda^*)}{\lambda^*} \right) q + \varepsilon_s (\rho_s - \rho_f) g \quad (3.11)$$

Considerando as equações da continuidade para os dois componentes, as condições de contorno no fundo do recipiente, $v_s = v_f = 0$, juntamente com a hipótese

de que o processo de sedimentação em batelada seja unidimensional (eixo z), tem-se uma restrição cinemática (Equação 3.12) (D'ÁVILA 1976).

$$\varepsilon_s v_s = -\varepsilon_f v_f \quad (3.12)$$

Considerando também as Equações 3.13 e 3.14:

$$q = \varepsilon_f (v_s - v_f) \quad (3.13)$$

$$\varepsilon_f + \varepsilon_s = 1 \quad (3.14)$$

Foi possível reescrever a equação do movimento, conforme apresentado na Equação 3.15:

$$\frac{\partial P_s}{\partial z} = \frac{1}{k} \left(-\frac{T(\lambda^*)}{\lambda^*} \right) v_s + \varepsilon_s (\rho_s - \rho_f) g \quad (3.15)$$

Para o sistema em repouso, $v_f = v_s = 0$, temos a expressão para o cálculo da pressão nos sólidos, como apresentada em Damasceno (1992) (Equação 3.16).

$$P_s = (\rho_s - \rho_f) g \int_0^L \varepsilon_s(z) dz \quad (3.16)$$

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

Para a determinação da permeabilidade do sedimento, por sua vez, as considerações $v_f = v_s = 0$ não puderam ser feitas. Para tanto, foram necessárias

expressões para a relação entre tensão cisalhante característica e taxa de deformação (viscosidade efetiva), assim como para a velocidade de sedimentação dos sólidos.

Laruccia (1990), ao trabalhar com fluidos não newtonianos, propôs equações para a determinação da viscosidade efetiva. Essas equações foram utilizadas no desenvolvimento desta tese. São elas (Equações 3.17 e 3.18):

$$\tau(\lambda^*) = \frac{Dg(\rho_s - \rho_f)\theta(\phi)}{18\Omega(\phi)} \quad (3.17)$$

$$\lambda^* = v_t \frac{\theta(\phi)}{D} \quad (3.18)$$

sendo D o diâmetro da partícula, g a gravidade local, v_t a velocidade terminal da partícula, e $\theta(\phi)$ e $\Omega(\phi)$ funções da esfericidade (Equações 3.19 e 3.20), válidas para $0,5 < \phi < 1$

$$\theta(\phi) = -3,45\phi^2 + 5,25\phi - 1,41 \quad (3.19)$$

$$\Omega(\phi) = 1,65 - 0,65\phi \quad (3.20)$$

Laruccia (1990) também propôs uma expressão para a determinação teórica da velocidade de sedimentação do sólido em fluido não newtoniano (Equação 3.21).

$$\frac{\varepsilon_s v_s}{v_t} = (1 - \varepsilon_s)^{(4,693 Re_{gen}^{-0,111})} \quad (3.21)$$

em que Re_{gen} representa o número de Reynolds generalizado, isto é, obtido ao considerar o fluido não newtoniano (pseudoplástico ou dilatante).

A expressão para a determinação do número de Reynolds generalizado, conforme apresentada em Equação 3.22, também foi proposta por Laruccia (1990) e considera a forma da partícula.

$$Re_{gen} = \frac{\rho_f v_t^2 \theta(\phi)}{\tau(\lambda^*)} \quad (3.22)$$

No entanto, para a utilização da equação velocidade de sedimentação dos sólidos (Equação 3.21), foi necessária a determinação da velocidade terminal das partículas no fluido.

Para tanto, calculou-se a velocidade de sedimentação das partículas para uma concentração volumétrica de sólidos definida em cada fluido. O procedimento adotado foi: verificou-se o tempo necessário, nas diferentes posições monitoradas, para que a suspensão apresentasse a concentração estipulada. A partir desses resultados, calculou-se a variação da posição com o tempo para uma concentração volumétrica de sólidos definida. O procedimento para obtenção dos resultados para esta avaliação está ilustrado na Figura 3.10.

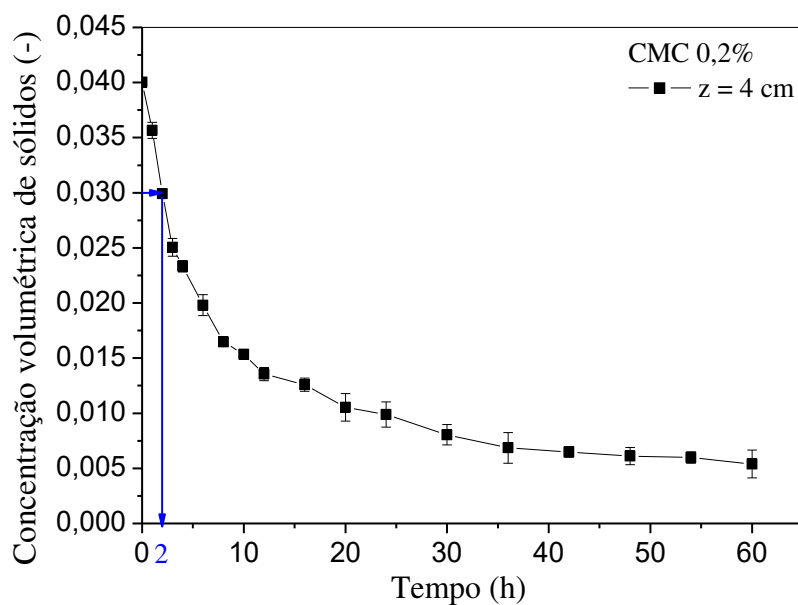


Figura 3.10 - Ilustração da obtenção dos valores de posição e tempo para uma concentração fixa (Fonte: elaborada pela autora).

A Figura 3.10 apresentou a forma de obtenção de um dos valores usados no cálculo da velocidade de sedimentação dos sólidos. Por exemplo, para calcular a velocidade quando a suspensão CMC 0,2% apresentasse $\varepsilon_s = 3\%$, utilizou-se como um dos pontos experimentais: $z = 4$ cm, $t = 2$ h. O mesmo procedimento foi realizado para as outras posições monitoradas.

Por fim, a expressão para o cálculo da permeabilidade do meio poroso foi obtida pela substituição das Equações 3.17 a 3.21 na Equação 3.15, como apresentado na Equação 3.23.

$$K = \frac{\left[- \left(\frac{D^2 g (\rho_s - \rho_f)}{18 \Omega(\phi)} \right) \frac{(1 - \varepsilon_s)^{(4,693 Re_{gen}^{-0,111})}}{\varepsilon_s} \right]}{\left[\frac{\partial P_s}{\partial z} - \varepsilon_s (\rho_s - \rho_f) g \right]} \quad (3.23)$$

Neste capítulo foram apresentados os materiais, as metodologias e os equipamentos utilizados para a realização deste estudo.

Capítulo 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados e as discussões deste trabalho. Com a intenção de tornar a leitura mais dinâmica, optou-se por apresentar primeiro todos os resultados e discussões referentes à avaliação do viscosificante carboximetil celulose e, em seguida, os relacionados ao adensante hematita.

4.1. Resultados e discussões referentes ao viscosificante CMC

Fluidos aquosos viscosificados com o polímero carboximetil celulose foram avaliados reologicamente e após adição de 4% v/v de carbonato de cálcio, foram monitorados pela Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG) durante o processo de sedimentação gravitacional em batelada. Após a sedimentação, resultados de concentração volumétrica de sólidos obtidos também pela TARG permitiram a determinação de equações constitutivas para pressão nos sólidos e o cálculo da permeabilidade do sedimento.

4.1.1. Reologia

As análises reológicas foram limitadas às soluções aquosas de CMC em razão da baixa capacidade dos fluidos, principalmente os menos viscosificados, em manter em suspensão as partículas de carbonato de cálcio.

4.1.1.1. Análises reológicas em diferentes tempos de hidratação da solução de CMC

Com a finalidade de garantir que o polímero utilizado para viscosificar o fluido estivesse hidratado, foram analisados os resultados reológicos de diferentes soluções de CMC em diferentes tempos de hidratação (0, 24, 48 e 72 h). Os resultados encontrados foram obtidos em estado estacionário com a utilização do *spindle* SC4-34 no viscosímetro Brookfield.

As curvas de escoamento para as soluções aquosas de CMC estão apresentadas nas Figuras 4.1 a 4.5.

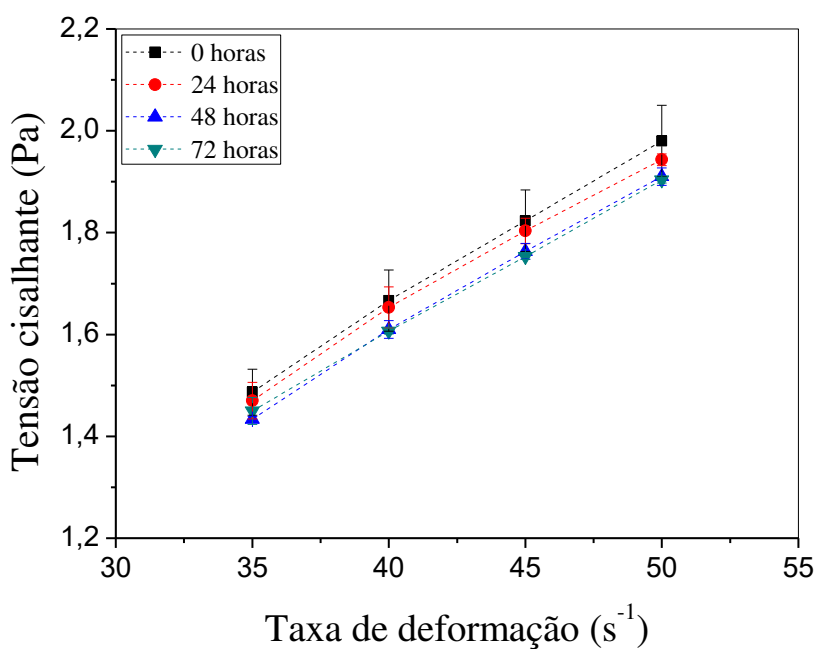


Figura 4.1 - Curvas de escoamento da solução de CMC 0,2% em diferentes tempos de hidratação.

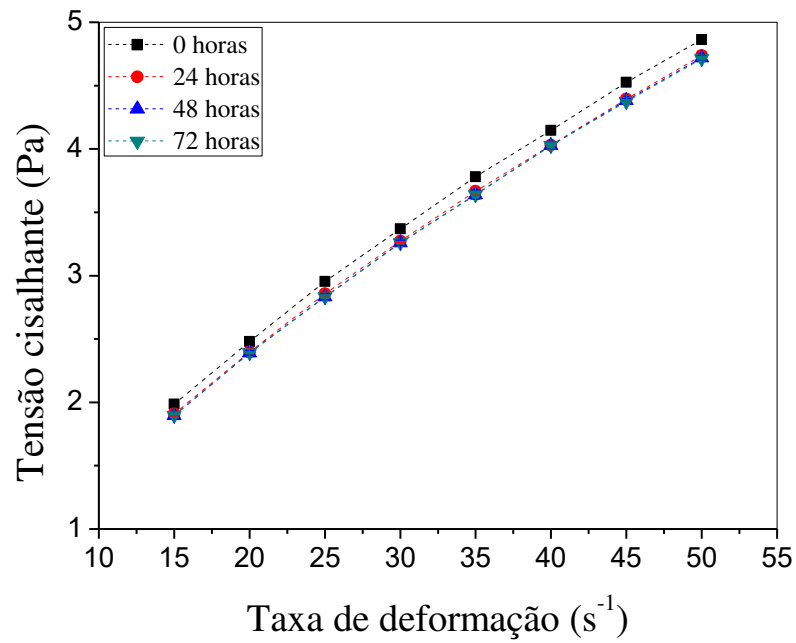


Figura 4.2 - Curvas de escoamento da solução de CMC 0,4% em diferentes tempos de hidratação.

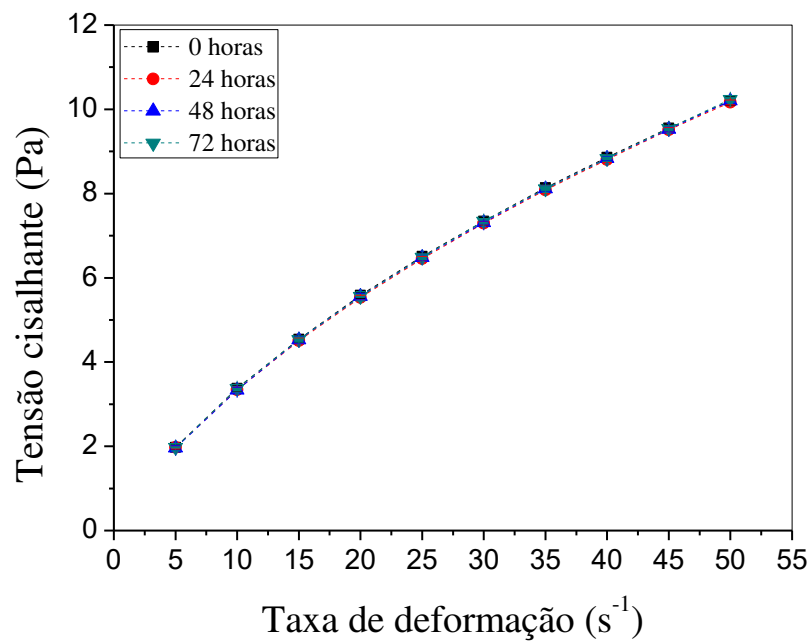


Figura 4.3 - Curvas de escoamento da solução de CMC 0,6% em diferentes tempos de hidratação.

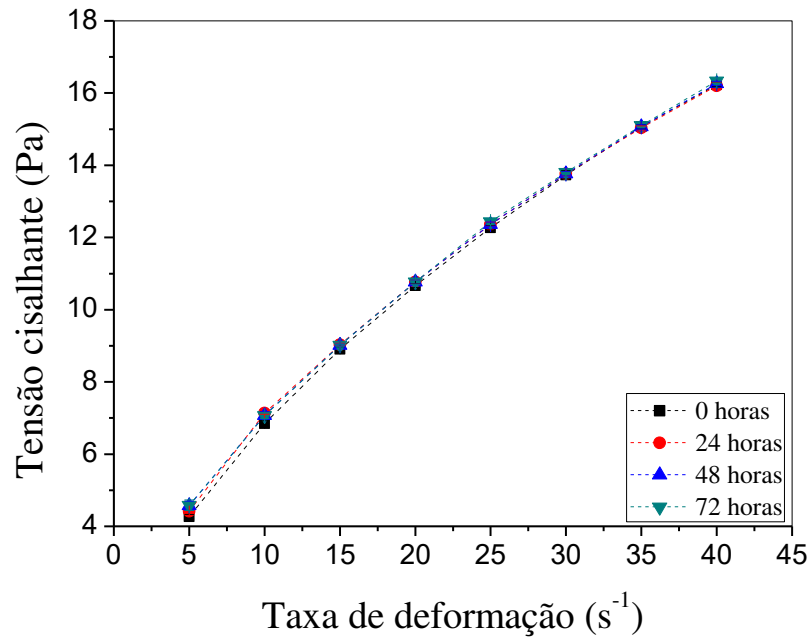


Figura 4.4 - Curvas de escoamento da solução de CMC 0,8% em diferentes tempos de hidratação.

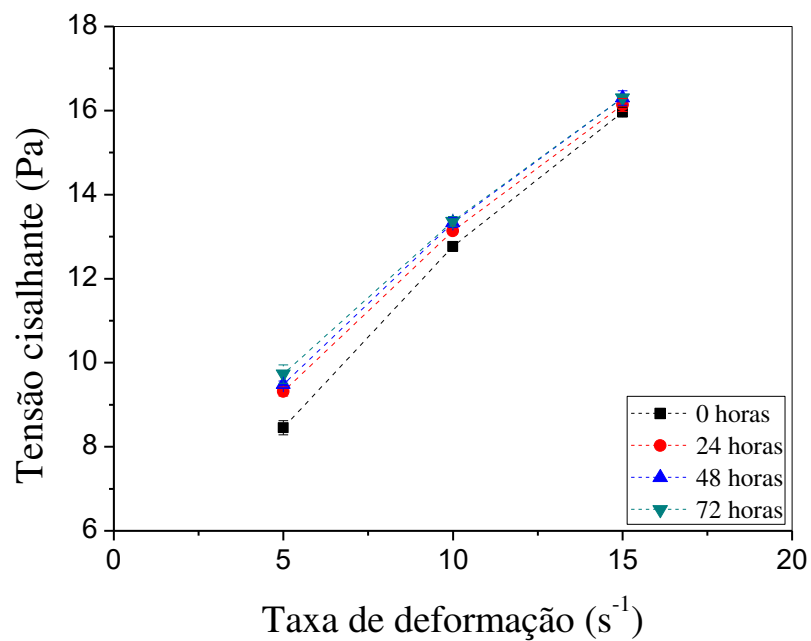


Figura 4.5 - Curvas de escoamento da solução de CMC 1,0% em diferentes tempos de hidratação.

As taxas constantes de deformação (5 a 50 s^{-1}) aplicadas em cada solução foram limitadas pelo *spindle*. Além disso, segundo o manual do viscosímetro Brookfield, o equipamento retorna respostas precisas somente quando o torque está entre 10 e 100%. Assim, a caracterização reológica da solução de CMC 0,2% (Figura 4.1) só foi possível para taxas próximas ao limite superior de deformação do *spindle* utilizado (56 s^{-1}) e, portanto, somente foram obtidos resultados para as taxas de deformação pré-definidas entre 35 e 50 s^{-1} . Por sua vez, a solução de CMC 0,4% (Figura 4.2), em razão do aumento do viscosificante, pôde ser avaliada em um intervalo de deformação maior (de 15 até 50 s^{-1}).

Em relação às respostas reológicas obtidas na solução CMC 0,6% (Figura 4.3), o viscosímetro apresentou boa precisão para todas as taxas de deformação selecionadas (5 até 50 s^{-1}), desta forma, para esta solução e este tipo de análise, obteve-se o maior número de pontos experimentais.

Já as soluções com maiores concentrações de viscosificante, CMC 0,8% (Figura 4.4) e CMC 1,0% (Figura 4.5), com a utilização do *spindle* SC4-34, só puderam ser avaliadas nas deformações pré-definidas de 5 até 40 s^{-1} e 5 até 15 s^{-1} , respectivamente. Desta forma, a quantidade de pontos experimentais obtida para a solução CMC 1,0% foi determinante para a escolha do ajuste reológico de *Power law* (bi-paramétrico).

Outro fato que também contribuiu na definição da expressão para ajustar os resultados obtidos foi que, segundo Magalhaes *et al.* (2016), o ajuste que melhor representou os resultados reológicos foi o mesmo utilizado nesta pesquisa, o de *Power law*. Além disso, para Melo *et al.* (2013) as soluções de CMC não apresentaram resistência inicial ao escoamento devido às fracas forças entre partículas e também entre moléculas, indicando também que o ajuste reológico bi-paramétrico utilizado foi adequado para o ajuste aos resultados experimentais. Por fim, Dolz *et al.* (2007) apresentaram que a tensão inicial de cisalhamento foi pequena e praticamente independente da concentração do polímero CMC.

Assim, os resultados encontrados para cada tempo de hidratação e em cada solução foram ajustados por *Power law* e os índices de consistência e de comportamento, assim como o coeficiente de determinação, estão apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Parâmetros e coeficientes de determinação do ajuste reológico de *Power law* para as soluções aquosas de CMC em diferentes tempos de hidratação.

CMC (%)	<i>Power law</i>	Tempo (horas)			
		0	24	48	72
0,2	$m (Pa s^n)$	0,0876	0,0946	0,0842	0,0970
	$n (-)$	0,7973	0,7736	0,7986	0,7608
	r^2	0,9991	0,9960	0,9984	0,9999
0,4	$m (Pa s^n)$	0,2747	0,2589	0,2546	0,2566
	$n (-)$	0,736	0,7441	0,7477	0,7453
	r^2	0,9996	0,9996	0,9997	0,9996
0,6	$m (Pa s^n)$	0,7152	0,7027	0,7032	0,7088
	$n (-)$	0,6820	0,6853	0,6859	0,6843
	r^2	0,9990	0,9993	0,9991	0,9993
0,8	$m (Pa s^n)$	1,6167	1,7477	1,7550	1,7458
	$n (-)$	0,6277	0,6056	0,6048	0,6072
	r^2	0,9994	0,9993	0,9998	0,9998
1,0	$m (Pa s^n)$	3,3637	4,1571	4,2850	4,5421
	$n (-)$	0,5762	0,5004	0,4933	0,4710
	r^2	0,9996	0,9999	0,9999	0,9997

A avaliação da Figura 4.1 e dos índices de comportamento da solução CMC 0,2% apresentados na Tabela 4.1 permitiu verificar que o polímero CMC, mesmo em baixa concentração, conferiu à solução comportamento não newtoniano pseudoplástico ($n < 1$), como mencionado por Skale (2015).

Ainda avaliando a solução CMC 0,2%, observou-se que o polímero também foi responsável pelo aumento da resistência ao escoamento quando comparado com a água pura em temperatura de 25°C (0,00091 Pa.s em Bird *et al.* (2002)).

Ao avaliar as respostas reológicas nas menores deformações aplicadas (Figuras 4.1 a 4.5), percebeu-se um maior desvio de medidas nas menores deformações, principalmente evidenciado nos experimentos com o CMC 1,0%. Este comportamento também está relacionado com o viscosímetro utilizado, pois ele foi desenvolvimento

para trabalhar em taxas de deformação intermediárias. Assim, os maiores desvios nos índices, tanto de consistência quanto de comportamento para todos os tempos analisados de uma mesma solução, foi observado na solução mais viscosificada.

Apesar deste comportamento, todas as soluções aquosas viscosificadas apresentaram características de fluido não newtoniano pseudoplástico, representados pelo índice de comportamento de *Power law* inferior a 1, assim como em Magalhaes *et al.* (2016), Melo *et al.* (2013) e Cancela *et al.* (2005).

Para a avaliação do tempo de hidratação do polímero nas soluções foram realizados testes estatísticos para amostras pequenas (t-Student). Nestes testes foram avaliados os valores de p dos índices de consistência e de comportamento das 3 repetições de testes reológicos de cada solução e cada tempo de hidratação. Para tanto, os valores de p foram avaliados segundo o nível de significância de 5% e as hipóteses adotadas foram de igualdade estatística (hipótese nula) e de desigualdade estatística (hipótese alternativa) entre os índices avaliados.

Os resultados das análises estatísticas de t-Student estão apresentados na Tabela 4.2. Os índices utilizados nesta análise encontram-se no apêndice B.

Ao analisar a Tabela 4.2 verificou-se que a hipótese nula foi rejeitada para todas as comparações de tempo com os resultados de 0 h de hidratação das soluções CMC 0,4%, 0,8% e 1,0%, pois o valor de p foi menor do que 5%. No entanto, para as demais horas analisadas, a hipótese nula não pôde ser rejeitada, significando que não houve alterações reológicas, segundo a avaliação estatística de t-Student, entre os tempos 24 e 72 horas.

Os autores Melo *et al.* (2013), ao compararem o tempo de hidratação do polímero CMC, mostraram que as curvas de escoamento e de viscosidade para os diferentes tempos de hidratação (de 0 a 72 horas) se sobrepuseram, indicando que o polímero foi solubilizado totalmente durante o preparo das soluções. Para esses autores, o CMC solubiliza-se bem em água em razão dos íons sódio nele presentes que provocam a solvatação.

Tabela 4.2 - Valor p do teste t-Student para as comparações entre os índices de consistência e entre os índices de comportamento nos diferentes tempos de hidratação.

CMC (%)	<i>Power law</i>	Tempo (horas)	Tempo (horas)		
			24	48	72
0,2	$m (Pa s^n)$	0	0,9443	0,0606	0,3996
		24	-	0,7370	0,5893
		48	-	-	0,2815
	$n (-)$	0	0,9571	0,8580	0,2771
		24	-	0,9233	0,4683
		48	-	-	0,2604
0,4	$m (Pa s^n)$	0	0,0053	0,0040	0,0025
		24	-	0,2328	0,3715
		48	-	-	0,5165
	$n (-)$	0	0,0302	0,0089	0,0073
		24	-	0,2630	0,6267
		48	-	-	0,3329
0,6%	$m (Pa s^n)$	0	0,5322	0,6292	0,8084
		24	-	0,9776	0,7976
		48	-	-	0,8421
	$n (-)$	0	0,5557	0,6121	0,5409
		24	-	0,9392	0,801
		48	-	-	0,8710
0,8%	$m (Pa s^n)$	0	0,0032	0,0067	0,0156
		24	-	0,7104	0,9571
		48	-	-	0,7853
	$n (-)$	0	0,0017	0,0048	0,0293
		24	-	0,8070	0,6184
		48	-	-	0,5744
1,0%	$m (Pa s^n)$	0	0,0023	0,0002	0,0019
		24	-	0,2443	0,0899
		48	-	-	0,1531
	$n (-)$	0	0,00304	0,0002	0,0014
		24	-	0,5120	0,1297
		48	-	-	0,1355

No entanto, nos trabalhos de Melo *et al.* (2013), que avaliaram o tempo de hidratação dos polímeros carboximetil celulose, e de Bicalho (2015), que avaliou o tempo de hidratação da goma xantana, não foram realizadas análises estatísticas para comparação dos resultados experimentais. Assim, foi considerado que a diferença entre os resultados de hidratação aqui apresentados foram evidenciados pela análise utilizada.

Por fim, esta análise apontou que em todas as soluções, após as primeiras 24 horas do preparo, os índices de consistência e de comportamento não foram diferentes, indicando que nesse tempo, a interação máxima do polímero com a solução já estava estabelecida. Portanto, para as demais análises reológicas e testes de sedimentação, foram utilizados os fluidos após 24 horas do preparo.

4.1.1.2. Comparações reológicas para soluções de diferentes concentrações de CMC

Após verificar que as soluções de concentrações iguais de carboximetil celulose apresentaram comportamento reológico estatisticamente igual após as primeiras 24 horas do preparo, utilizou-se os resultados referentes a esse tempo para comparar as curvas de escoamento e de viscosidade aparente das diferentes soluções (Figura 4.6 e 4.7) e fazer a Tabela 4.3.

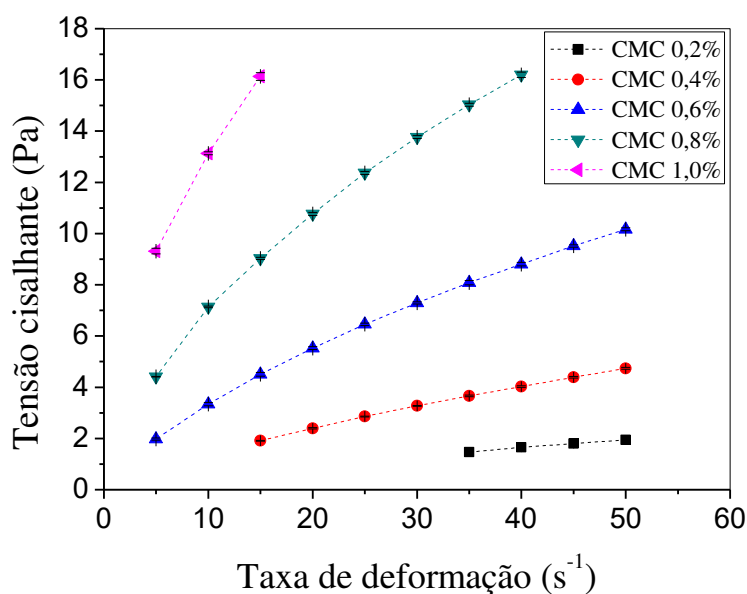


Figura 4.6 - Curva de escoamento para cada solução de CMC.

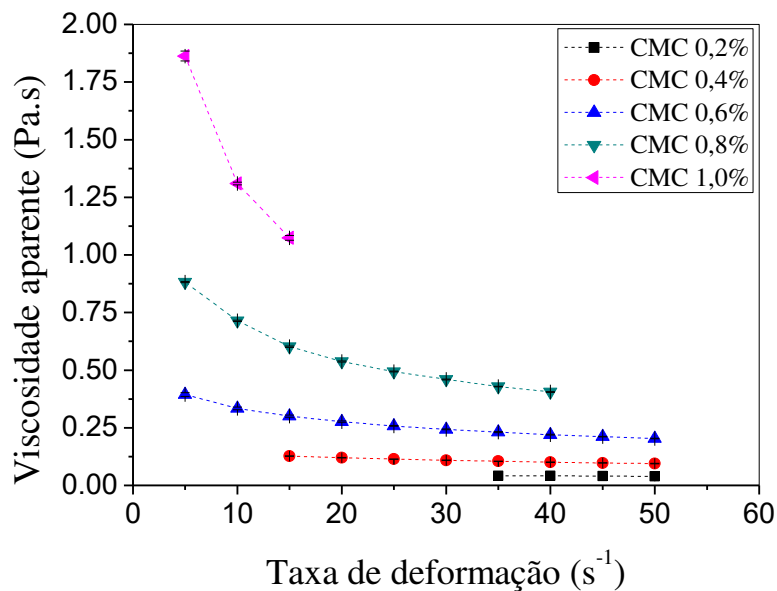


Figura 4.7 - Curva de viscosidade para cada solução de CMC.

Tabela 4.3 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de *Power law* para as diferentes soluções de CMC.

CMC (%)	m ($Pa\ s^n$)	n (-)	r^2
0,2	0,0946	0,7736	0,9960
0,4	0,2589	0,7441	0,9996
0,6	0,7027	0,6853	0,9992
0,8	1,7477	0,6056	0,9992
1,0	4,1571	0,5004	0,9999

Os parâmetros encontrados no ajuste dos resultados experimentais por *Power law* (Tabela 4.3) e as Figuras 4.6 e 4.7 permitiram avaliar, como o esperado, que o aumento da concentração do viscosificante CMC contribuiu com a pseudoplasticidade das suspensões (MAGALHAES *et al.*, 2016; MELO *et al.*, 2013). Este comportamento foi verificado pelo aumento da arqueadura da curva tanto nos reogramas quanto nas curvas de viscosidade aparente com o aumento da concentração de CMC, além do índice de comportamento que diminuiu com a adição do polímero na solução (CHHABRA e RICHARDSON, 2008; ABDELRAHIM e RAMASWAMY, 1995).

Além disso, foi observado que o aumento da concentração de CMC também favoreceu o espessamento das soluções (MAGALHAES *et al.*, 2016; MELO *et al.*, 2013; CANCELA *et al.*, 2005), representado pelo crescimento do índice de consistência (CHHABRA e RICHARDSON, 2008; CANCELA *et al.*, 2005; ABDELRAHIM e RAMASWAMY, 1995).

Segundo Diaz *et al.* (2004), a adição do CMC promove a estruturação das moléculas resultando no aumento da viscosidade do meio devido ao aumento da força de coesão intermolecular. Este, por sua vez, contribui para a formação de aglomerados nas soluções, resultando em uma maior resistência ao escoamento. No entanto, segundo Machado (2002), quando uma deformação é aplicada e aumentada, há a orientação das estruturas moleculares, favorecendo o afinamento reversível do fluido.

Na Figura 4.8 foram colocados os índices de consistência e os de comportamento para as soluções de CMC para fins de comparação.

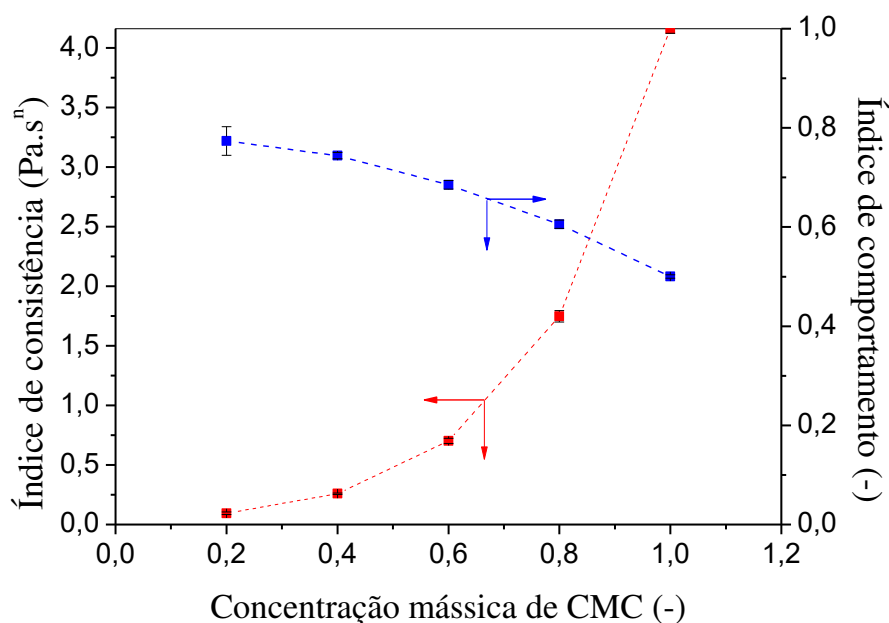


Figura 4.8 - Variação dos índices de consistência (m) e de comportamento (n) com a concentração de CMC.

Ao analisar a Figura 4.8, foi observado, assim como em Gomez-Díaz e Navara (2003), que o índice de consistência foi mais influenciado pela concentração do polímero do que o índice de comportamento.

Com a finalidade de relacionar os índices de comportamento e os índices de consistência aos valores de concentração de CMC, realizou-se um ajuste utilizando a Equação 4.1.

$$i = a + b(C_a)^d \quad (4.1)$$

sendo C_a a concentração do agente modificador de propriedades do fluido, para este caso, ele corresponde a concentração mássica do polímero, i o índice de comportamento ou o de consistência com seus respectivos parâmetros experimentais, a , b e d . Esses parâmetros e o coeficiente de determinação para cada ajuste estão dispostos na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste dos índices de *Power law* com a concentração de polímero.

	Ajuste com índice de comportamento (n) (-)	Ajuste com índice de consistência (m) ($Pa \cdot s^n$)
<i>a</i>	0,7886 (-)	0,1089 ($Pa \cdot s^n$)
<i>b</i>	-0,2881 (-)	4,0210 ($Pa \cdot s^n$)
<i>d</i>	2,0261 (-)	3,6810 (-)
r^2	0,9999	0,9972

Ao analisar os valores apresentados na Tabela 4.4, verificou-se que a expressão utilizada para cada ajuste dos índices de *Power law* em função da concentração de CMC, com seus respectivos parâmetros, foi adequada e não linear. O comportamento não linear dos índices de *Power law* com a concentração de viscosificante foi também observado em Cancela *et al.* (2005). Neste trabalho, os autores concluíram que o índice

de consistência aumenta não-linearmente com o aumento da concentração de CMC, enquanto que o índice de comportamento diminui da mesma forma.

O parâmetro a deveria ser relacionado com os valores dos índices de comportamento e de consistência da água, ou seja, n igual a 1 e m igual a 0,0009146 Pa.s. No entanto, devido aos baixos desvios encontrados nos experimentos reológicos quando aplicadas as taxas de deformações de 5 e 50 s⁻¹, acredita-se que exista uma relação entre os índices de *Power law* que altera os valores esperados para a situação de ausência do viscosificante CMC. Além disso, pontua-se que nas soluções estudadas foram adicionadas a mesma quantidade de g de CMC em mL de formaldeído.

Já o sinal do parâmetro b indicou a tendência de crescimento ou diminuição do índice com o aumento da concentração de CMC e, por fim, o parâmetro d indicou que o índice de consistência variou mais com a adição do viscosificante do que com o índice de comportamento.

4.1.1.3. Caracterização tixotrópica das soluções de CMC

Com o objetivo de avaliar a tixotropia nos fluidos, percebeu-se a necessidade de operar o viscosímetro nas mesmas taxas de deformação, de 10 a 40 s⁻¹, para as diferentes concentrações de CMC. Assim, foi utilizado o *spindle* SC4-18 para CMC 0,2% e 0,4%, o *spindle* SC4-34 mantido para as concentrações 0,6% e 0,8% e o *spindle* SC4-25 para CMC 1,0%.

As curvas de escoamento para o aumento e a diminuição gradual da deformação em cada solução estão apresentadas em conjunto na Figura 4.9.

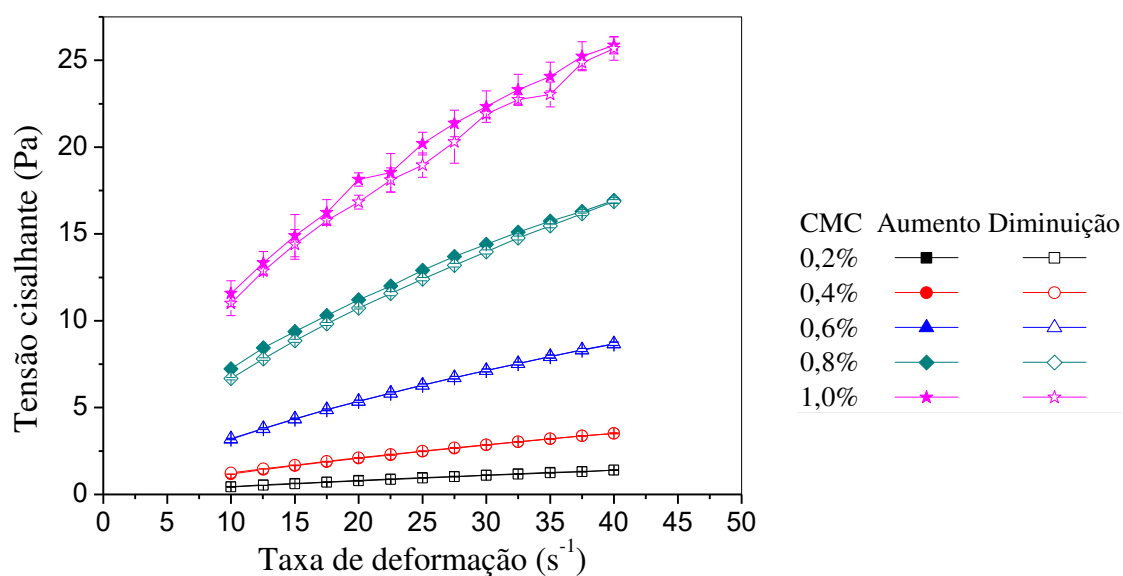


Figura 4.9 - Curvas das respostas reológicas referente ao aumento e diminuição da taxa de deformação.

As respostas obtidas com a realização deste experimento foram utilizadas para verificação da existência de uma área entre as curvas de aumento e de diminuição da deformação de cada solução. O cálculo desta área foi realizado pelo método numérico dos trapézios e os valores encontrados estão apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - Área da histerese para cada solução de CMC.

CMC (%)	Área de histerese (Pa/s)
0,2	0,700
0,4	-0,792
0,6	-0,125
0,8	12,579
1,0	20,622

Avaliando a Tabela 4.5 percebeu-se que para as concentrações iguais ou inferiores a 0,6%, a área de histerese está distribuída de forma aleatória em torno do valor zero, indicando que não houve diferença significativa entre os valores das duas

curvas para a mesma taxa de deformação. Este comportamento relaciona-se com pequenas variações nas respostas apresentadas pelo viscosímetro. Já para as concentrações de CMC 0,8 e 1,0% foi observada uma diferença maior entre as curvas de taxas crescente e decrescente, sendo a curva de aumento de deformação posicionada superiormente.

Assim, foi possível afirmar que o aumento da concentração do CMC, a partir da concentração 0,8%, foi responsável pelo comportamento tixotrópico das soluções.

O comportamento dependente do tempo de soluções aquosas com o aumento da concentração do CMC também foi observado por Abdelrahim e Ramaswamy (1995), Dolz *et al.* (2007) e Karatas e Arslan (2016).

4.1.2. Sedimentação

A sedimentação de carbonato de cálcio em fluidos aquosos de diferentes concentrações de polímero carboximetil celulose foi monitorada pela técnica de atenuação de raios gama nos tempos 0, 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 12, 16, 20, 24, 30, 36, 42, 48, 54 e 60 h após a homogeneização. Neste período, a vidraria com o fluido não foi retirada da unidade experimental.

A suspensão (500 mL) foi monitorada em 8 posições diferentes (0,5, 4, 8, 12, 16, 20 e 23 cm acima da base da vidraria) com o intuito de varrer toda a sua altura. Em cada posição e tempo monitorado foram captados 6 pulsos de intensidade de radiação não atenuada de 20 seg de duração cada. Estes resultados foram corrigidos pelo tempo de resolução do sistema (Equação 2.13) e transformados em concentração volumétrica de sólidos pela utilização da constante de calibração e pela Equação 2.15.

Ademais, para tornar possível a realização deste procedimento experimental à distância e em diferentes tempos de teste, foi realizada a automatização da plataforma elevatória que contém o sistema direcionamento/detecção de radiação, cujo código está apresentado no apêndice C, e utilizado o *software* Team Viewer.

4.1.2.1. Determinação da curva de calibração da TARG

Como apresentado na seção 2.4, a relação entre os pulsos de radiação captados pelo sistema de detecção (cristal cintilador e Digibase) e corrigidos pelo tempo de resolução do sistema são relacionados com as concentrações volumétricas de sólidos utilizando-se uma constante, chamada de β , conforme Equação 2.15.

A determinação da curva de calibração da TARG através da obtenção de β , como sugerido por Fagundes (2015), deu-se a partir de dois resultados experimentais em cada sistema suspensão de CMC e CaCO_3 . A Tabela 4.6 apresenta a média dos valores da constante experimental β .

Tabela 4.6 - Constante experimental β .

CMC	Média	Desvio
0,20 %	4,854	0,282
0,40 %	4,637	0,014
0,60 %	4,708	0,347
0,80 %	4,566	0,078
1,00 %	4,441	0,180
Geral	4,641	0,233

De forma complementar, foi determinada a constante β para o caso de uma suspensão de água e 4% v/v de carbonato de cálcio, ou seja, sem a adição do viscosificante CMC. Nesta situação, foi obtido o valor médio de $4,546 \pm 0,351$ para a constante e realizada uma análise para verificar a existência de diferença estatística entre a constante β obtida para cada sistema. Para tanto, assim como realizado com os parâmetros do ajuste reológico de *Power law* nas análises de hidratação das soluções de CMC, foi realizado um teste estatístico bicaudal para amostras pequenas (t-Student) e com o nível de significância (α) de 5%.

Para esta análise, foram formuladas as hipóteses:

- H_0 (hipótese nula): $\beta_{C_{x,CMC}} = \beta_{C_{y,CMC}}$

- H_1 (hipótese alternativa): $\beta_{C_{x,CMC}} \neq \beta_{C_{y,CMC}}$

em que $\beta_{C_{x,CMC}}$ e $\beta_{C_{y,CMC}}$ representam a constante de calibração da Equação de Lambert (Equação 2.15) obtida na concentração x de viscosificante e em uma concentração diferente da x , respectivamente.

Os valores utilizados para a análise estatística das constantes de calibração estão dispostos no apêndice D e os resultados encontrados neste tratamento estatístico (valor de p) estão apresentados na Tabela 4.7.

Tabela 4.7 - Valor p do teste t-Student para as constantes de calibração da equação de Lambert.

CMC (%)	0,2	0,4	0,6	0,8	1
0	0,3008	0,6748	0,5978	0,9239	0,6703
0,2	-	0,2544	0,6028	0,1643	0,0996
0,4	-	-	0,7396	0,1977	0,1335
0,6	-	-	-	0,5274	0,3017
0,8	-	-	-	-	0,3301

Por meio da Tabela 4.7, pôde-se afirmar que todas as análises estatísticas de t-Student apresentaram valor de p superior a 5%, assim, não foi possível rejeitar a hipótese nula, ou seja, as curvas de calibração da TARG obtidas nas suspensões com 4% v/v de CaCO_3 , não puderam ser consideradas diferentes.

Portanto, a concentração de carboximetil celulose e a de formaldeído não interferiram no valor da constante β e a variação na atenuação de raios gama deu-se, neste caso, exclusivamente, pela concentração volumétrica do carbonato de cálcio.

4.1.2.2. Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC

As comparações entre as distribuições de concentrações nas cinco suspensões aquosas de CMC e carbonato de cálcio estão apresentados nesta seção.

A Figura 4.10 apresenta as distribuições de concentrações para as suspensões de diferentes concentrações de viscosificante na posição de monitoramento 0,5 cm acima da base do tubo de testes.

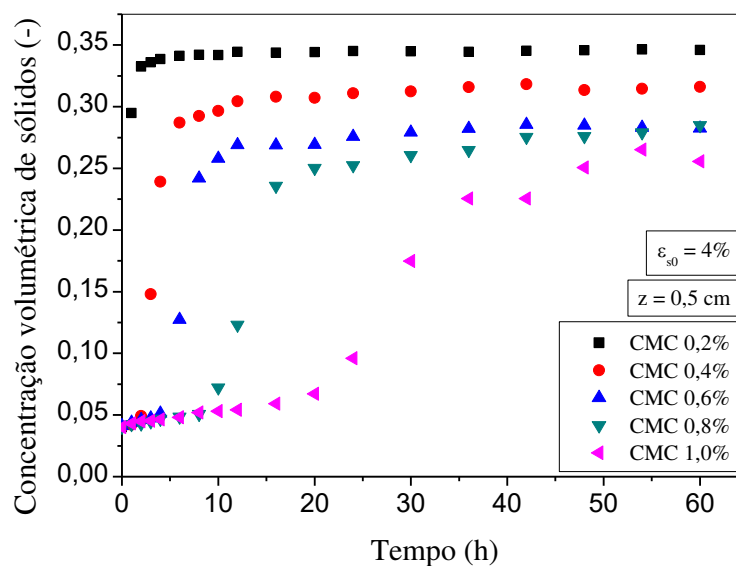


Figura 4.10 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 0,5 \text{ cm}$ acima da base.

Ao observar as distribuições de concentrações de carbonato de cálcio apresentados na Figura 4.10 foram reconhecidas 3 regiões clássicas da sedimentação:

- região de sedimentação livre;
- região de transição; e
- região de formação do sedimento.

Inicialmente todas as suspensões estavam com a concentração de sólidos igual a inicial (4%) e, portanto, como deveriam, todas as suspensões começaram o processo de separação com todas as partículas em sedimentação livre.

A região de sedimentação livre, na qual a concentração volumétrica de sólidos é igual a inicial e a velocidade de sedimentação das partículas é constante, teve maior duração nos fluidos mais concentrados de polímero. Este fato pôde ser relacionado com a consistência da suspensão, pois ao sedimentar, a partícula desloca o fluido abaixo dela e quanto maior a resistência à deformação, mais lento e difícil é o processo.

Já na região de transição, a concentração de sólidos estava entre a inicial da suspensão e a concentração máxima do sedimento. Esta região também apresentou maior duração nas suspensões com mais CMC, sendo ele o responsável por este acontecimento.

Embora a deposição dos sólidos tenha ocorrido em todos os casos, a tendência a estaticidade foi mais acentuada nas suspensões menos concentradas com relação ao CMC.

Além disso, foi notado que embora partindo da mesma concentração inicial de sólidos (4%), a concentração final do sedimento, após 2,5 dias de separação, foi diferente nas cinco suspensões estudadas. Para esta análise, ressaltou-se a existência de fluido entre as partículas mesmo na região de sedimento formado. Isto, pois as partículas não se encaixaram perfeitamente uma nas outras e, também, em razão do fluido exercer uma força dependente da viscosidade e contrária ao deslocamento, chamada de força de arraste.

Portanto, como as amostras de carbonato de cálcio foram retiradas de um mesmo lote e foi realizado o quarteamento antes de cada pesagem para posterior adição na solução, considerou-se que não havia diferença significativa de granulometria e de esfericidade entre as amostras adicionadas em cada suspensão e, assim, a diferença nos ensaios foi causada pela viscosidade.

Em relação às distribuições de concentrações, notou-se que elas foram gradualmente modificadas com o aumento da quantidade de polímero. Ao comparar os resultados aqui apresentados com os de Moreira (2014), foi observado que o aumento

do viscosificante contribuiu para a percepção do comportamento de aglomeração de partículas, como apresentado na Figura 4.11.

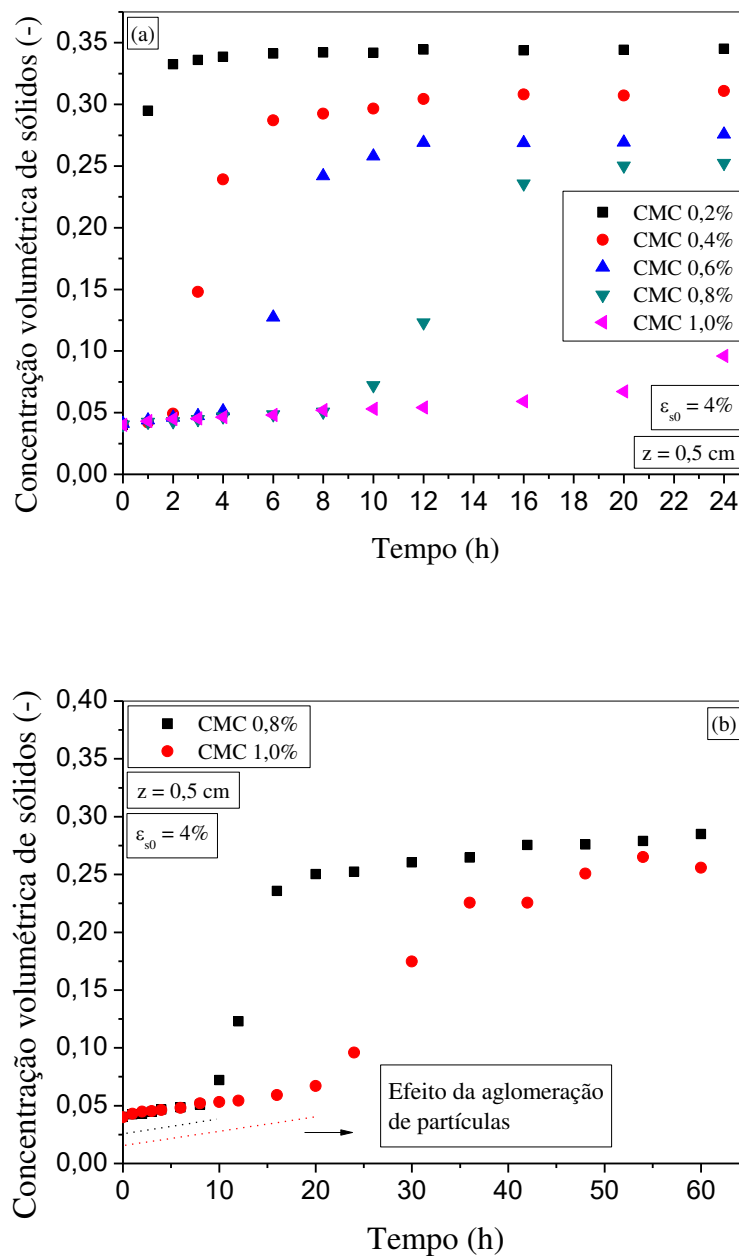


Figura 4.11 - Variação da concentração volumétrica de sólidos na posição $z = 0,5$ cm acima da base (a) em todas as concentrações de viscosificante e (b) somente nas suspensões CMC 0,8 e 1,0%.

Na Figura 4.11a foi possível verificar que a formação do sedimento aconteceu de forma acentuada nos fluidos menos pseudoplásticos e tixotrópicos. A sedimentação

na suspensão CMC 0,2% permitiu verificar que a curva de concentração volumétrica de sólidos apresentou a inclinação de aproximadamente 90°.

Para as demais suspensões, com o aumento da concentração de CMC, verificou-se que a inclinação da curva que representou a deposição dos sólidos de carbonato foi menos acentuada e apresentou mais de uma inclinação para as suspensões 0,8 e 1,0%. Estas diferentes inclinações nas curvas para as diferentes concentrações de CMC na posição de monitoramento 0,5 cm indicaram o aumento do efeito de aglomeração de partículas.

O efeito de aglomeração de partículas está relacionado com a polidispersão dos sólidos e com o comportamento não newtoniano do fluido. Como apresentado nos trabalhos de Allen e Uhlher (1989), Daugan *et al.* (2002a, 2002b e 2004), Gueslin *et al.* (2006) e em Moreira *et al.* (2017), as partículas maiores deformam com maior facilidade o fluido, formando um canal de viscosidade reduzida e contribuindo com a sedimentação das partículas ao redor. Já as partículas menores e que estavam mais distantes das maiores, sedimentam como se estivessem isoladas e, portanto, não são favorecidas pelos canais de menor resistência ao movimento.

Desta forma, as suspensões menos viscosificadas apresentaram sedimentação com distribuições mais parecidas com os encontrados em fluidos newtonianos, como apresentado nos trabalhos Damasceno (1992), Arouca (2007) e Moreira (2014) que estudaram sedimentação em fluidos newtonianos. Já as suspensões que apresentaram maior tixotropia, tiveram as distribuições de concentrações mais próximas dos encontrados na literatura para sedimentação em fluidos não newtonianos, como visto também em Moreira (2014).

Para avaliação das distribuições das concentrações nas curvas de transição da concentração de sólidos inicial para a região de líquido clarificado em cada suspensão são apresentadas as Figuras 4.12 a 4.17.

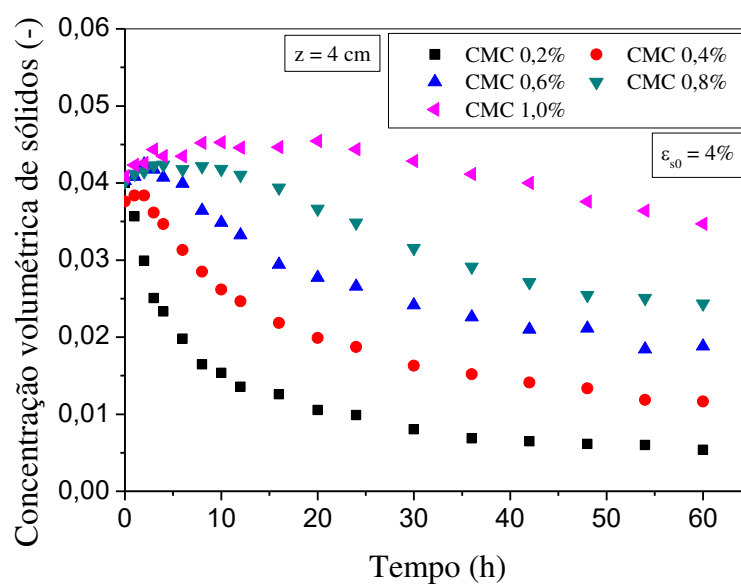


Figura 4.12 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 4$ cm acima da base.

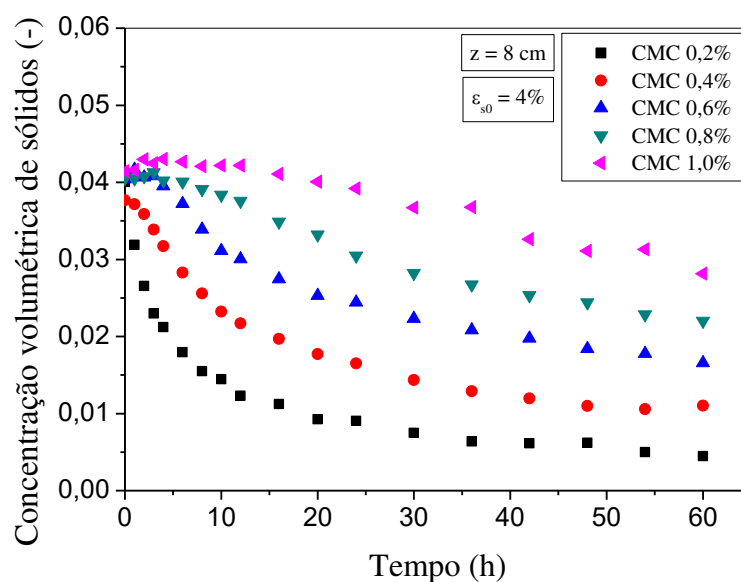


Figura 4.13 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 8$ cm acima da base.

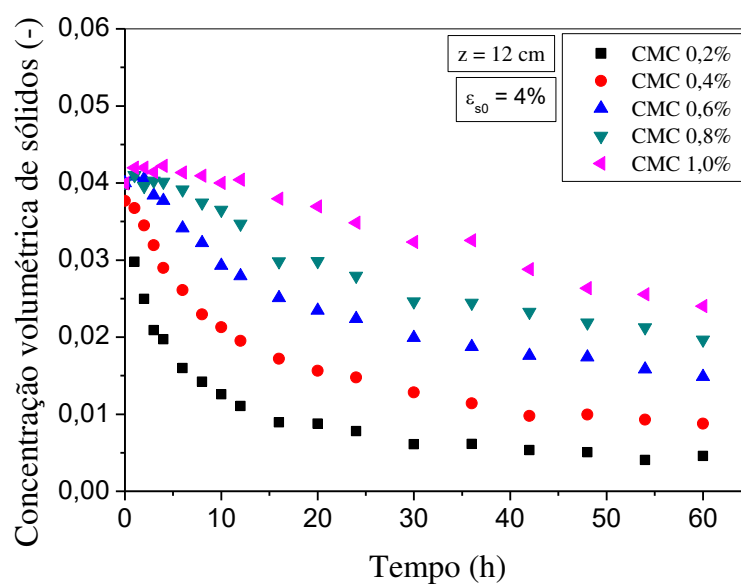


Figura 4.14 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 12 \text{ cm}$ acima da base.

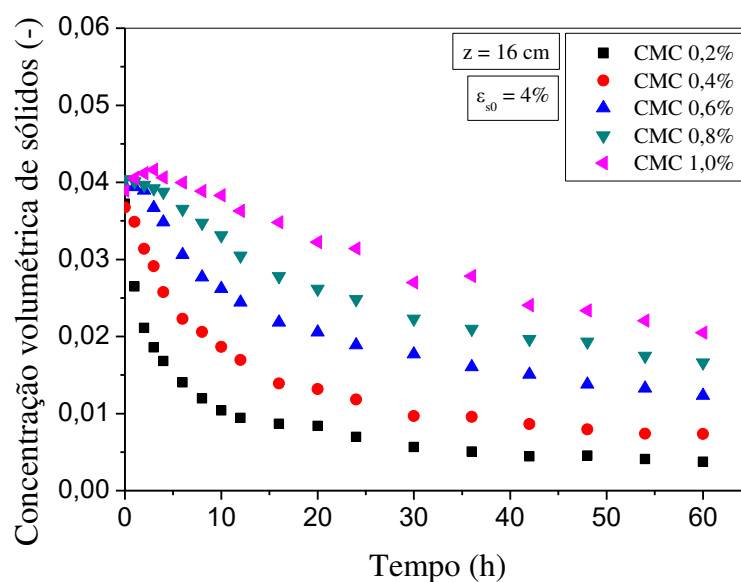


Figura 4.15 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 16 \text{ cm}$ acima da base.

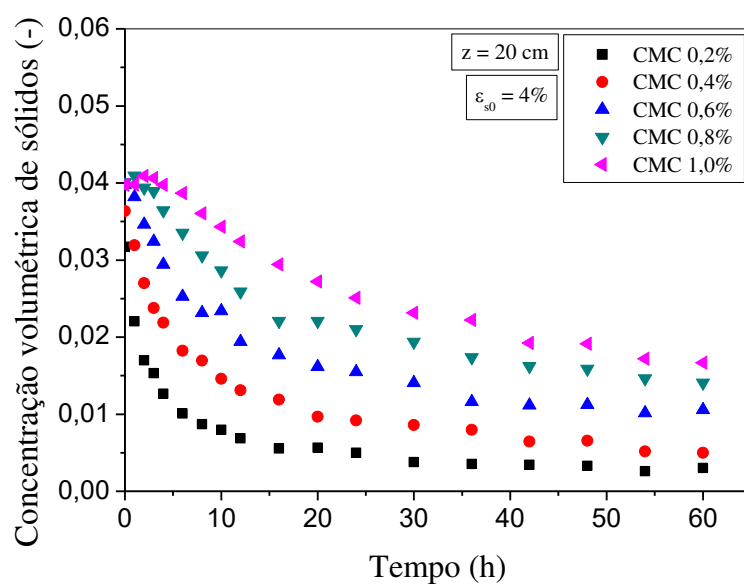


Figura 4.16 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 20 \text{ cm}$ acima da base.

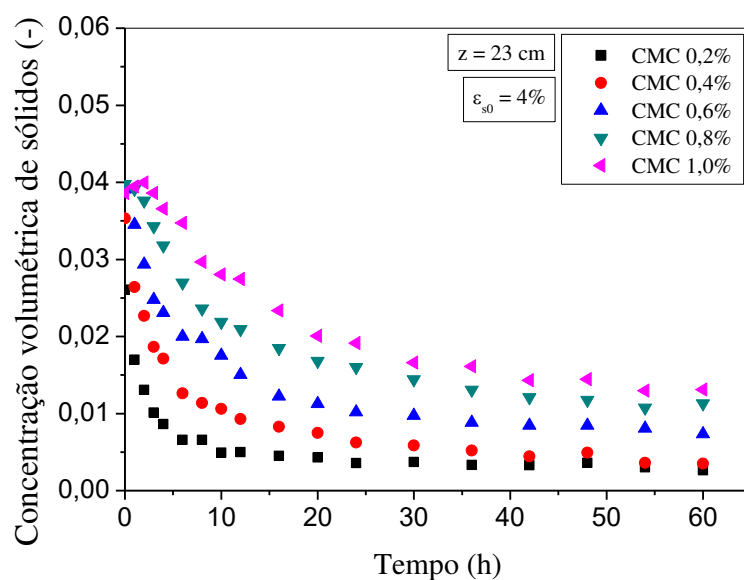


Figura 4.17 - Distribuições de concentrações de CaCO_3 em soluções aquosas com diferentes concentrações de CMC na posição $z = 23 \text{ cm}$ acima da base.

Por meio das Figuras 4.12 a 4.17 foi possível verificar que o líquido clarificado foi formado mais rapidamente nas suspensões menos viscosificadas, ou seja, a separação sólido-líquido foi dada mais rapidamente nestas suspensões.

Além disso, verificou-se que, mesmo após duas semanas de sedimentação, o fluido localizado nas posições superiores da vidraria de teste apresentava maior opacidade, conforme se observa na Figura 4.18.



(a) (b) (c) (d) (e)
Figura 4.18 - Vidraria de teste com suspensão CMC (a) 0,2, (b) 0,4, (c) 0,6, (d) 0,8 e (e) 1,0% após 2 semanas de sedimentação.

Desta forma, reforçou-se a ideia que mesmo após duas semanas de sedimentação, as partículas menores foram mantidas em suspensão nos fluidos mais concentrados. Além disso, avaliou-se o tempo necessário para que o fluido na posição $z = 0,5$ cm acima do recipiente de testes apresentasse a concentração volumétrica de sólidos de 5, 10, 15, 20, 25 e 30%, como apresentado na Tabela 4.8.

Assim, embora os resultados de concentração para o sedimento tenham sido observados somente na posição 0,5 cm acima da base (Tabela 4.8) em razão da altura desta região, eles foram obtidos após certo tempo de experimento e, portanto, foram relacionados com as diferentes taxas de sedimentação das partículas, assim como apresentado nos trabalhos de Fagundes *et al.* (2018) e de Santos *et al.* (2017 e 2018).

Tabela 4.8 - Tempo aproximado, em horas, para a verificação da concentração volumétrica de sólidos na posição 0,5 acima da base da vidraria para as suspensões de CMC e CaCO_3 .

ε_s (%)	CMC 0,2%	CMC 0,4%	CMC 0,6%	CMC 0,8%	CMC 1,0%
5	0,05	2,00	4,00	7,34	7,20
10	0,22	2,52	5,24	11,10	24,25
15	0,44	3,00	6,41	13,00	28,15
20	0,60	3,60	7,21	14,70	33,00
25	0,66	4,56	9,15	20,00	47,80
30	1,13	10,90	-	-	-

Desta forma, observou-se, em razão do tempo experimental necessário para a sedimentação do carbonato de cálcio (sólido utilizado como agente obturante em fluido de perfuração), que os fluidos formulados no LabSep com CMC e CaCO_3 foram simples e de baixa estabilidade comparando-os com fluidos utilizados nas perfurações de poços de petróleo. No entanto, mesmo assim, foi possível notar que o CMC contribuiu para a função de manter em suspensão as partículas quando o fluido não está sendo escoado.

4.1.3. Equações constitutivas

As suspensões de CMC e carbonato de cálcio foram deixadas em repouso durante o período de 2 semanas com o intuito da concentração volumétrica do sedimento apresentar tendência a estaticidade. Após este tempo, foram feitas novas medidas utilizando a TARG, mas em posições mais próximas uma das outras. Neste caso, o monitoramento da concentração de sólidos iniciou-se na posição $z = 0,5$ cm acima da base do recipiente e foi finalizado na primeira posição monitorada na região de líquido clarificado. Entre estas posições, foram realizados monitoramentos a cada 0,5 cm de altura do sedimento.

Os resultados experimentais também foram corrigidos pelo tempo de resolução do sistema (Equação 2.13) e por meio da curva de calibração, apresentada na seção 2.4, transformados em concentração volumétrica de sólidos.

Os valores de concentração volumétrica de carbonato de cálcio em função da posição do monitoramento estão apresentados em figuras diferentes (Figuras 4.19 a 4.23), pois, neste tempo, o sedimento apresentou concentração volumétrica de sólidos próxima para todos os casos em que foi avaliada a influência do polímero CMC.

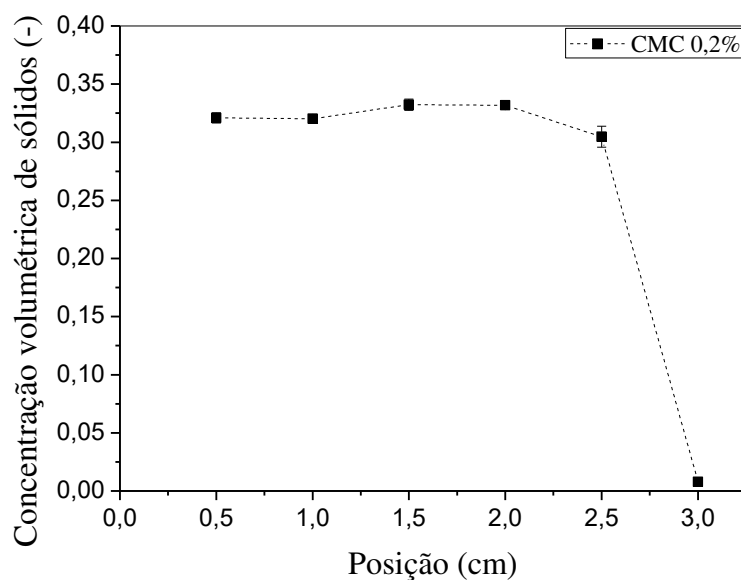


Figura 4.19 - Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,2%.

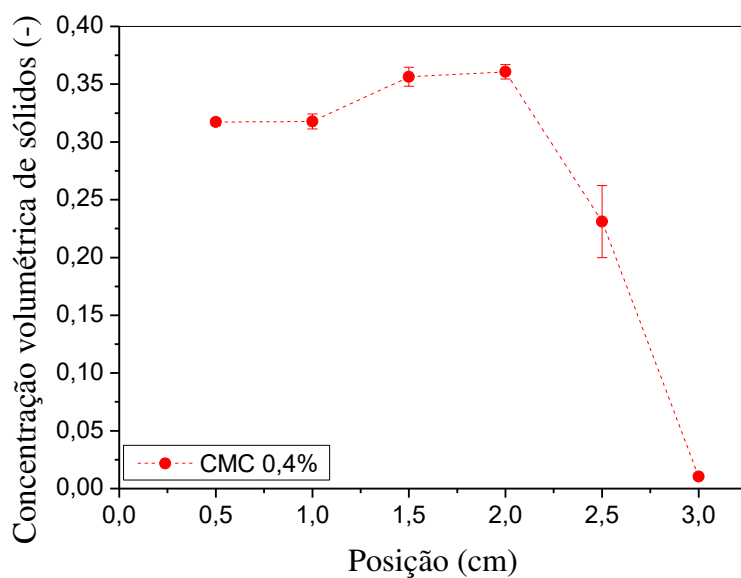


Figura 4.20 - Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,4%.

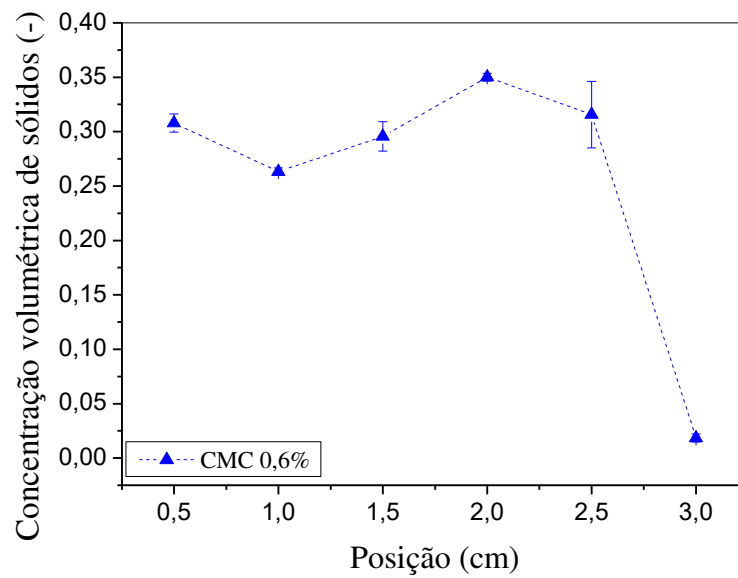


Figura 4.21 - Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,6%.

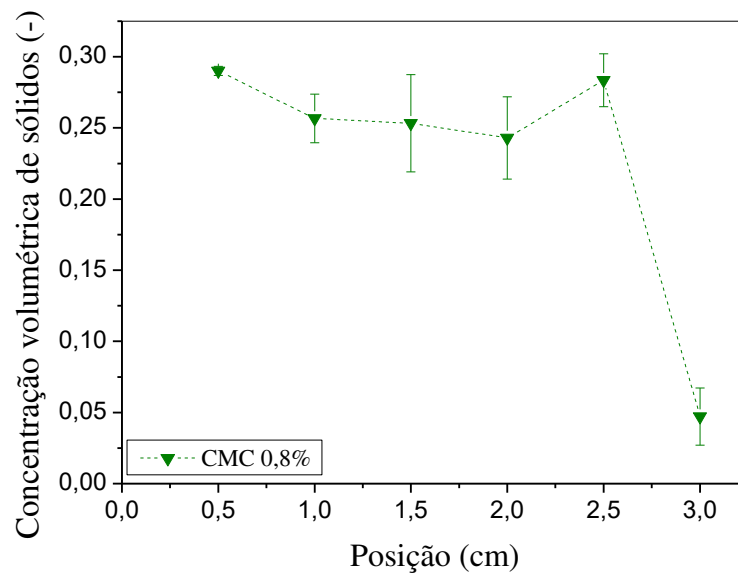


Figura 4.22 - Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 0,8%.

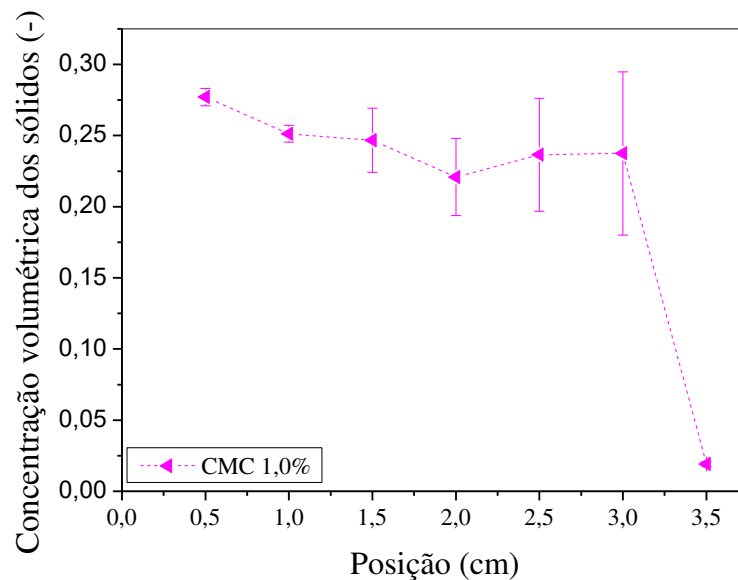


Figura 4.23 - Variação da concentração volumétrica de sólidos com a posição após 2 semanas de sedimentação no fluido CMC 1,0%.

Por meio das Figuras 4.19 a 4.23 foi observado que os desvios da concentração volumétrica das partículas no sedimento em cada posição de monitoramento foram maiores nos fluidos mais viscosificados. Esta diferença na acomodação das partículas de CaCO_3 pode ser ocasionada em razão da consistência, como apresentado na seção 4.1.1.2, e também da tixotropia (Tabela 4.5) apresentadas por estes fluidos. Desta forma, as partículas de CaCO_3 que conseguiram deslocar o fluido localizado em uma posição logo abaixo delas, acomodaram melhor.

4.1.3.1. Pressão nos sólidos

Para a obtenção de uma equação de pressão nos sólidos para cada sedimento foi utilizada a Equação 3.16, o método numérico de integração dos trapézios e as hipóteses apresentadas na seção 3.5. Além disso, utilizou-se o valor de gravidade local de $9,807 \text{ m/s}^2$, os valores de massa específica dos sólidos apresentados na seção 3.1.4 e as densidades dos fluidos, apresentados na Tabela 3.2.

Os valores obtidos de pressão nos sólidos calculados foram ajustados com a Equação 4.2:

$$P_s = \log_f \left(\frac{e - \varepsilon_s}{e} \right) \quad (4.2)$$

sendo e e f parâmetros experimentais relacionados com a concentração volumétrica de sólidos máxima no sedimento após 2 semanas de sedimentação. As Figuras 4.24 a 4.28 apresentam os valores experimentais e a curva de ajuste para cada sedimento.

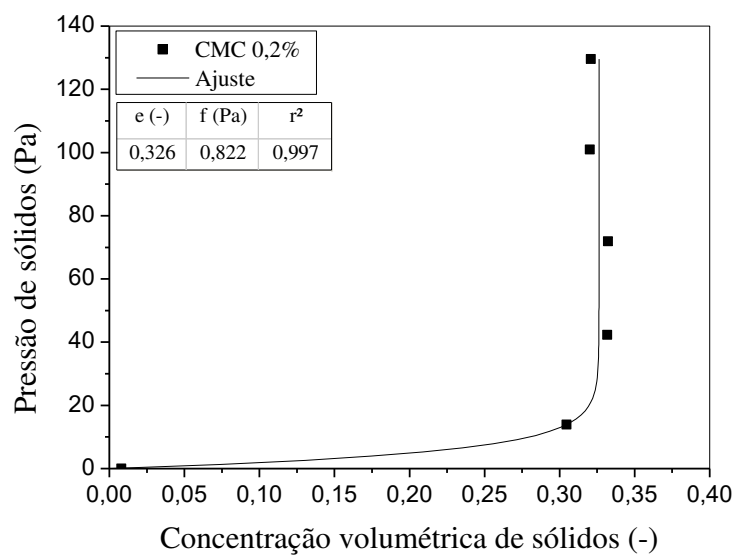


Figura 4.24 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento formado no fluido CMC 0,2%.

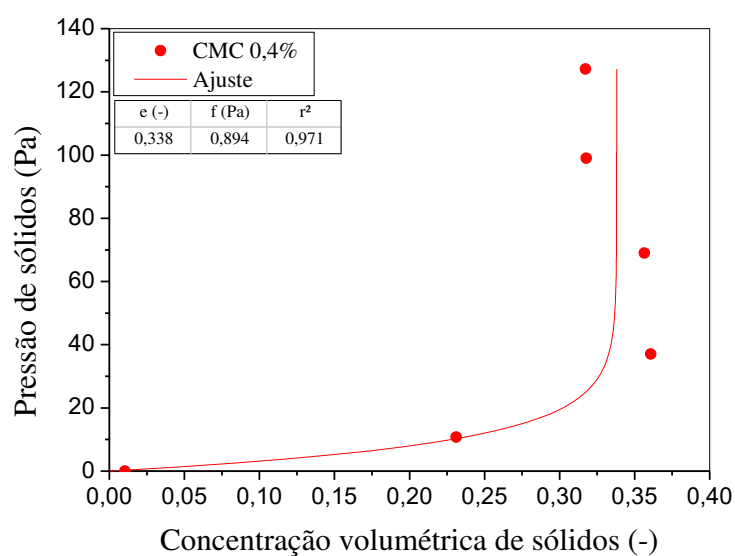


Figura 4.25 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento formado no fluido CMC 0,4%.

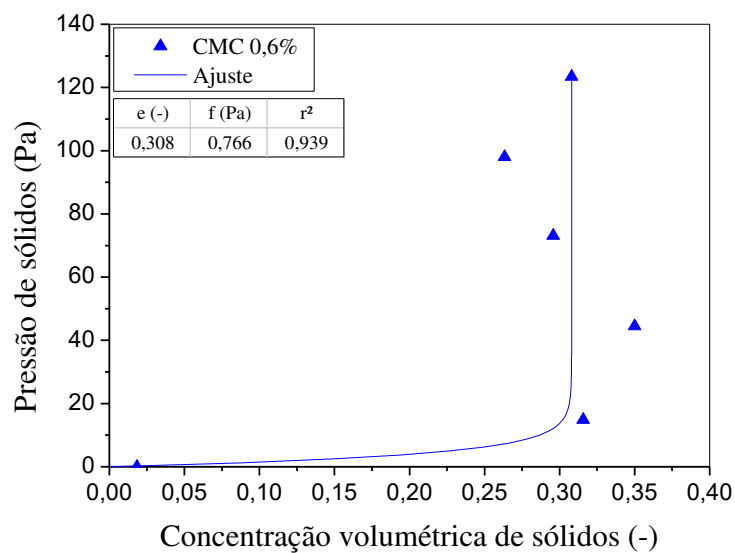


Figura 4.26 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento formado no fluido CMC 0,6%.

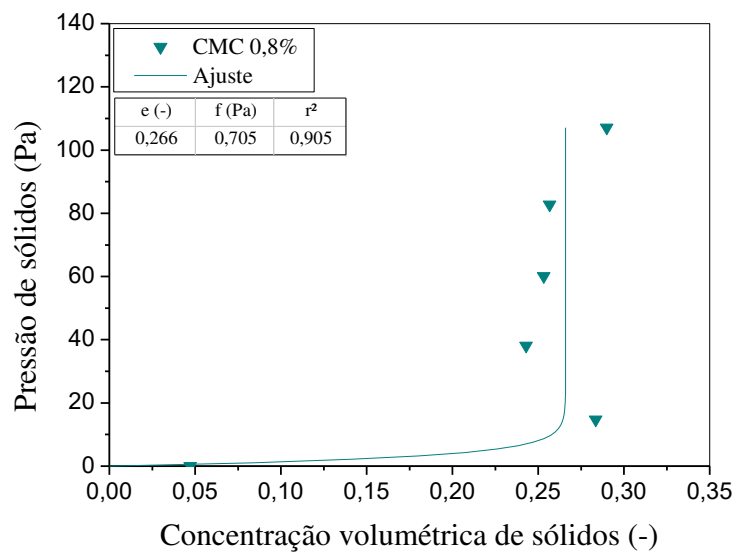


Figura 4.27 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento formado no fluido CMC 0,8%.

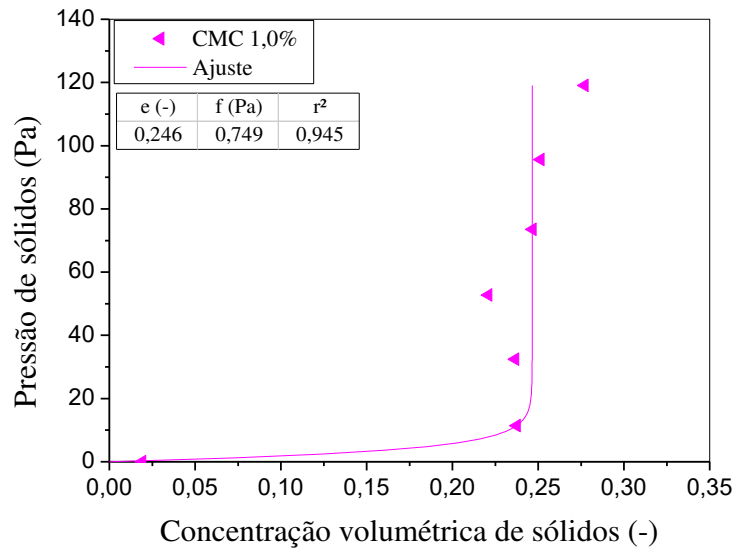


Figura 4.28 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos no sedimento formado no fluido CMC 1,0%.

Pela análise dos parâmetros experimentais apresentados nas Figuras 4.24 a 4.28, observou-se que os valores obtidos para o parâmetro e indicam a concentração volumétrica máxima de sólidos no sedimento. Por outro lado, o parâmetro f está relacionado com a passagem da região do sedimento para a região de líquido clarificado. Para este parâmetro, o sedimento formado a partir das suspensões menos viscosificadas apresentaram valores mais próximos de 1, indicando que o processo de separação nessas suspensões havia terminado.

Assim, ao analisar o sedimento que apresentou menos variações de concentração volumétrica de sólidos e também o parâmetro f mais próximo de 1, indicando que o processo de separação havia finalizado (Figura 4.24), verificou-se que o sedimento apresentou comportamento incompressível e que a equação utilizada no ajuste foi adequada.

Acredita-se que a incompressibilidade, em fluidos de perfuração, é um comportamento desejável, pois o fluido, ao ser confinado durante o processo de cimentação do poço e posteriormente aquecido devido à extração do petróleo, dilata. Diante deste fato, uma alternativa ao aumento de pressão no sistema em razão da extração do petróleo é a transmissão de pressão pelo sedimento naturalmente formado naquela região, para uma região exposta à formação rochosa que foi planejada para esta situação.

Assim, pelos resultados apresentados nesta seção, o aumento da viscosidade do fluido afetou a compressibilidade do sedimento, sendo o comportamento incompressível mais pronunciado em suspensões menos viscosas.

Este comportamento não foi o observado em Moreira (2014). O autor, ao trabalhar com a sedimentação de partículas de carbonato de cálcio de diâmetros característicos e fluido CMC 0,6% m/m semelhantes ao utilizado para a tese aqui apresentada, encontrou um sedimento de comportamento compressível. No entanto, ressalta-se que o monitoramento da sedimentação realizada pelo Moreira (2014) teve duração inferior (aproximadamente 1 hora). Assim, acredita-se que, caso o autor tivesse esperado um período maior para a obtenção dos resultados que foram utilizados na determinação da pressão nos sólidos, ele teria encontrado um sedimento de mesmo comportamento ao aqui apresentado.

Já a pressão nos sólidos, quando comparada nos sedimentos que apresentaram concentração volumétrica máxima de CaCO_3 próxima (CMC 0,2 e 0,4% e CMC 0,8 e 1,0%), não foi muito influenciada pelo aumento da concentração do viscosificante. Assim, como apresentado no Teorema 1 por D'Ávila (1976), a adoção da hipótese do tensor tensão total da equação do movimento para o componente sólido ser função exclusiva da concentração volumétrica de sólidos é indicada.

4.1.3.2. Permeabilidade do sedimento

Antes da obtenção da permeabilidade do sedimento foi necessária obter uma relação entre pressão nos sólidos e posição do monitoramento e também determinar a equação para o cálculo da velocidade de sedimentação dos sólidos.

Os resultados calculados para pressão nos sólidos (Equação 3.16) correspondentes às posições de monitoramento foram plotados nas Figuras 4.29 a 4.33 e ajustados pela Equação 4.3.

$$P_s = az^b \quad (4.3)$$

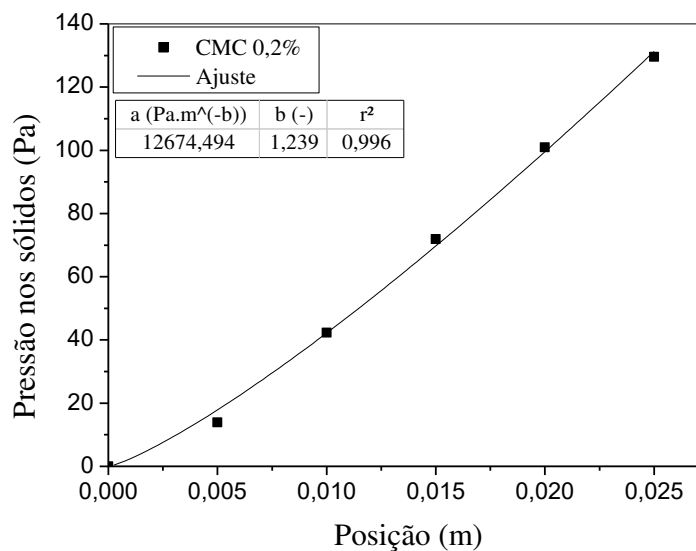


Figura 4.29 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,2%.

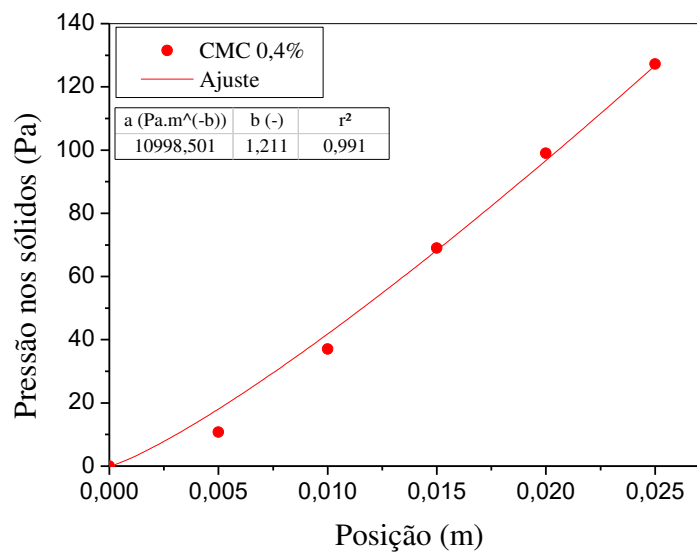


Figura 4.30 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,4%.

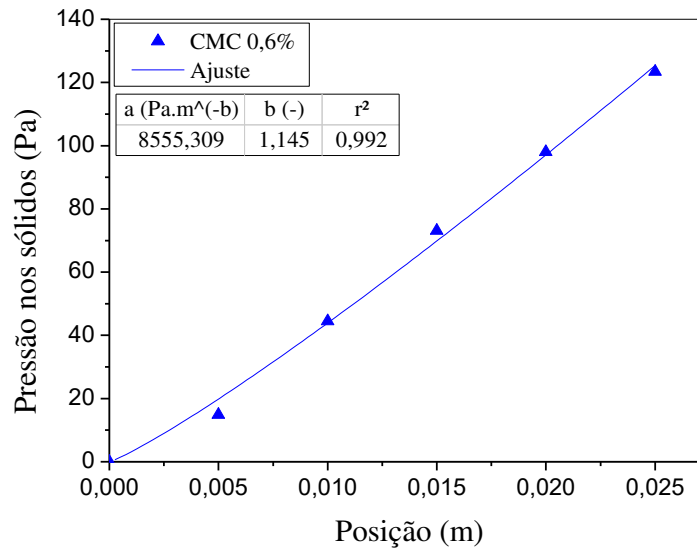


Figura 4.31 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,6%.

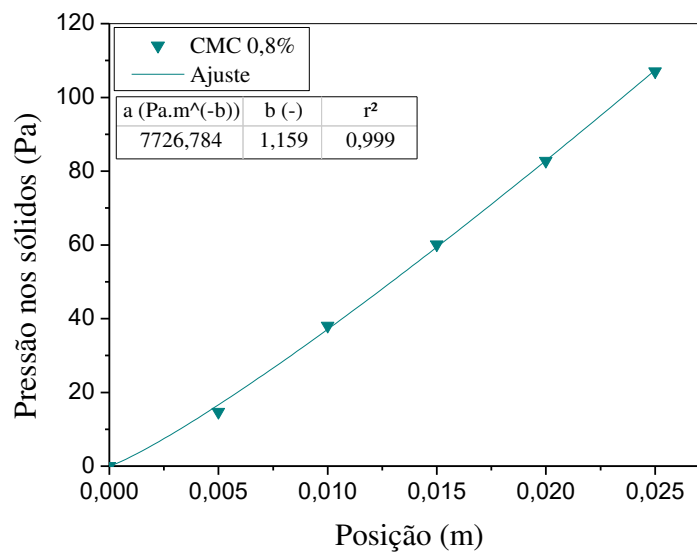


Figura 4.32 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 0,8%.

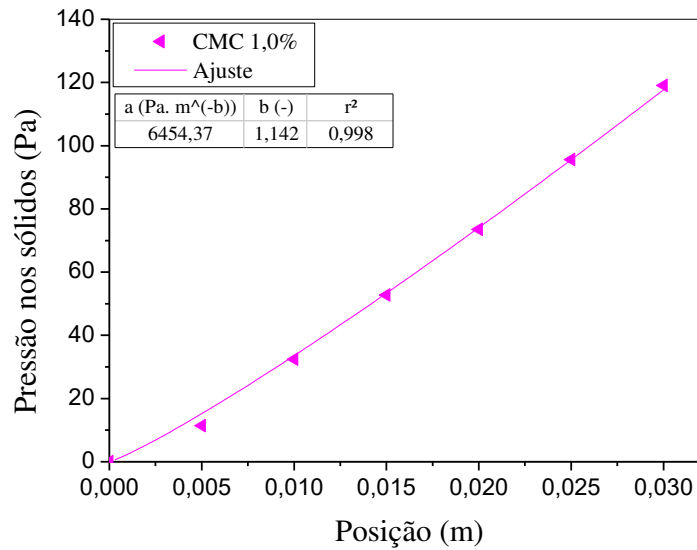


Figura 4.33 - Valores experimentais e curva de ajuste de pressão nos sólidos em função da posição do monitoramento no fluido CMC 1,0%.

Como observado pelos resultados experimentais e pelo parâmetro b da expressão de ajuste utilizada, o crescimento da pressão nos sólidos em relação à posição de monitoramento para este caso (baixa compressibilidade) não foi o esperado, pois não apresentou comportamento linear. Acredita-se que este fato foi consequência da quantidade de resultados experimentais e do tempo de sedimentação.

A partir desta análise, pontua-se que o parâmetro a deveria representar uma constante de proporcionalidade entre pressão nos sólidos e posição de realização do monitoramento para o sedimento avaliado. Diante disto, verifica-se que no instante igual a duas semanas de sedimentação, houve a diminuição deste parâmetro com o aumento da concentração de viscosificante.

Dando seguimento às determinações necessárias para o cálculo da permeabilidade do meio, fez-se necessário a determinação da velocidade de sedimentação dos sólidos em cada sistema.

A velocidade de sedimentação foi obtida por meio do ajuste linear dos pontos experimentais que relacionavam a posição de monitoramento do sedimento com o tempo de sedimentação para uma concentração volumétrica de sólidos fixa. Assim, estes resultados referem-se às alturas monitoradas durante as primeiras 60 horas de sedimentação de partículas. Esses resultados foram obtidos conforme procedimento apresentado na seção 3.5 e, para o estudo do leito de CaCO_3 formado em soluções de diferentes concentração de CMC, foi escolhida a concentração volumétrica de sólidos de 3%. A Figura 4.34 mostra os resultados experimentais obtidos após este procedimento, e o valor de velocidade de sedimentação de sólidos encontrado para cada suspensão está apresentado na Tabela 4.9.

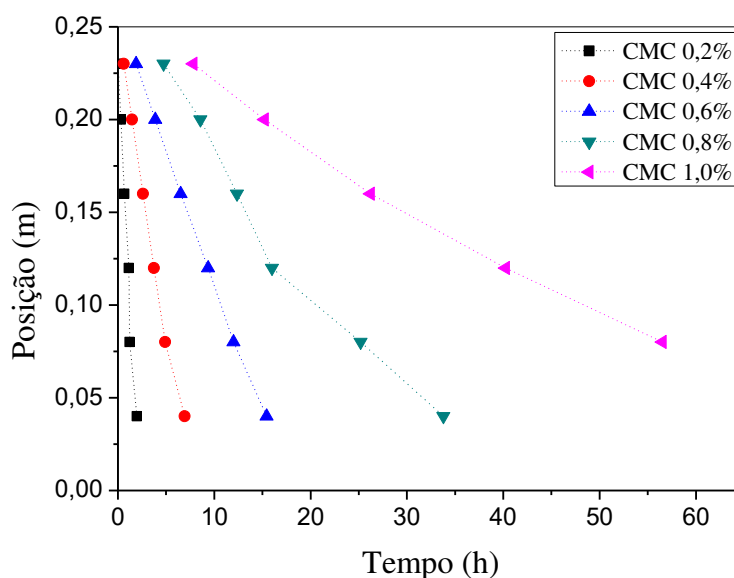


Figura 4.34 - Posição de monitoramento *versus* tempo de sedimentação dos sólidos quando $\varepsilon_s = 3\%$ em cada suspensão de CMC.

Tabela 4.9 - Velocidade de sedimentação dos sólidos em $\varepsilon_s = 3\%$ em cada suspensão de CMC.

CMC (%)	v_s (m/s)
0,2	0,099
0,4	0,035
0,6	0,015
0,8	0,010
1,0	0,003

A Figura 4.34 e a Tabela 4.9 mostram que a quantidade do polímero CMC adicionada em um fluido influenciou na velocidade de sedimentação das partículas, como observado por Laruccia (1990). Portanto, quanto maior a concentração de CMC, mais lenta é a separação gravitacional em batelada das partículas.

Estes valores foram utilizados para a determinação da equação que relaciona a velocidade de sedimentação com a concentração volumétrica de sólidos, proposta por Laruccia (1990) (Equação 3.21).

A esfericidade utilizada ($\phi = 0,6$) foi obtida do trabalho de Moreira (2017) para o carbonato de cálcio que possuía os diâmetros característicos (Tabela 3.3) semelhantes aos obtidos nos experimentos para esta tese. Já o diâmetro utilizado foi o de Sauter ($D_{3,2}$).

Assim, foi determinada a velocidade de queda da partícula para cada sistema, como apresentado na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 - Velocidade terminal de sedimentação em cada suspensão de CMC.

CMC (%)	v_t (m/s)
0,2	0,0034
0,4	0,0012
0,6	0,0005
0,8	0,0004
1,0	0,0001

Como apresentado por Laruccia (1990), a velocidade terminal de sedimentação, apresentada na Tabela 4.10, foi inferior a velocidade de um conjunto de partículas.

A permeabilidade do sedimento foi obtida com o valor de concentração volumétrica máxima de sólidos (parâmetro e da Equação 4.2), após 2 semanas de sedimentação. Para este cálculo e devido ao comportamento não linear da relação entre pressão nos sólidos e posição de monitoramento, foi escolhida uma altura intermediária de sedimento ($z = 15$ cm acima da base). Além disso, ressalta-se que a dependência reológica com o tempo não foi considerada na obtenção da permeabilidade. Os resultados encontrados estão apresentados na Figura 4.35.

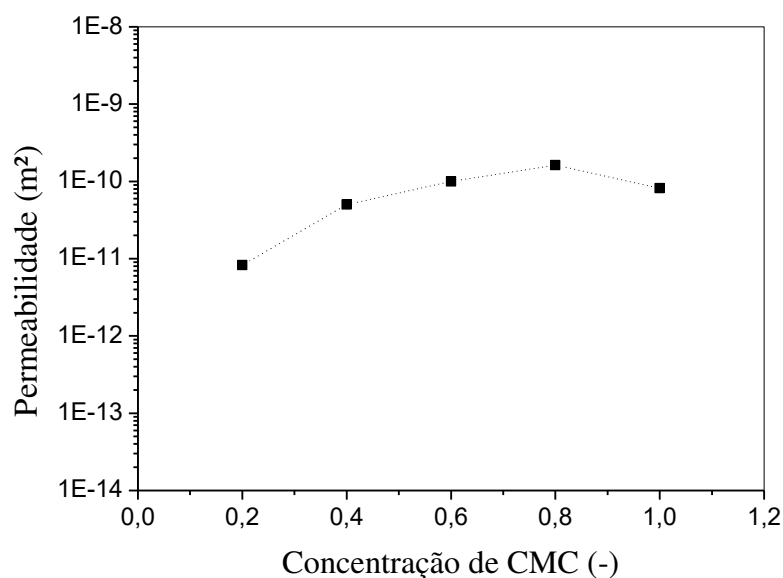


Figura 4.35 - Permeabilidade do leito após 2 semanas de sedimentação de CaCO_3 em fluidos de diferentes concentrações de CMC.

Os resultados encontrados para a permeabilidade do leito formado após duas semanas de sedimentação, em fluidos de diferentes concentrações de CMC, indicam o aumento da permeabilidade com o aumento do viscosificante. Esta afirmação pôde ser feita quando comparadas as permeabilidades obtidas no sedimento formado a partir dos fluidos CMC 0,2 e 0,4%, pois se acredita que o processo de separação sólido-líquido neles havia sido finalizado e eles apresentaram concentrações volumétricas máximas de sólidos no sedimento semelhantes.

Moreira (2014) também avaliou a permeabilidade do leito. No entanto, como mencionado na discussão sobre a pressão nos sólidos, o autor encontrou um sedimento compressível e, assim, obteve valores de permeabilidade em função da concentração de partículas. Além disso, ele não utilizou uma expressão para a velocidade de sedimentação em função da concentração volumétrica de sólidos e utilizou outro procedimento para a determinação da viscosidade do fluido CMC 0,6%. Diante do apresentado, não foi possível comparar os valores de permeabilidade, embora utilizado o mesmo sólido e suspensão.

4.2. Resultados e discussões referentes ao adensante hematita

Fluidos aquosos poliméricos adensados com hematita foram avaliados reologicamente e monitorados pela TARG durante a sedimentação. Em seguida, foram determinadas equações constitutivas para pressões nos sólidos e calculada a permeabilidade de cada sedimento. Como mencionado na seção 3.2.1, com os sólidos obtidos pelas análises de retorta, foi calculada, utilizando as Equações 3.2 e 3.3, a concentração volumétrica de sólidos em cada fluido, sendo o H1 o fluido que possuía o menor adensamento (12,7%), seguido dos fluidos H2 e H3 (16,9 e 24,6%), respectivamente, e o H4, que apresentava maior adensamento, com 31%.

Os resultados relativos ao estudo de fluidos aquosos poliméricos adensados com hematita apresentados nesta tese foram submetidos na revista *Journal of Petroleum Science and Engineering* com o título: “*Gravitational solid-liquid separation of water-based drilling fluids weighted with hematite through the gamma-ray attenuation technique*” e publicados em maio de 2019 (Doi: 10.1016/j.petrol.2019.05.054).

4.2.1. Reologia

Os fluidos adensados com hematita não foram avaliados quanto ao tempo de hidratação, pois eles foram preparados no CENPES (Centro de Pesquisa da Petrobras) e enviados para estudo no LabSep. Desta forma, os experimentos reológicos com as suspensões de hematita foram conduzidos para avaliar consistência, pseudoplasticidade e dependência com o tempo.

4.2.1.1. Comparações reológicas para soluções de diferentes concentrações de hematita

Com a finalidade de comparar o comportamento reológico de suspensões de diferentes concentrações de adensante hematita, as amostras foram submetidas às etapas de pré-cisalhamento seguidas de deformação constante repetidas vezes. Após o estabelecimento do estado estacionário foram obtidos os resultados experimentais e

preparadas as curvas de viscosidade aparente e de escoamento (Figuras 4.36 e 4.37) e realizado os ajustes por *Power law* (Tabela 4.11).

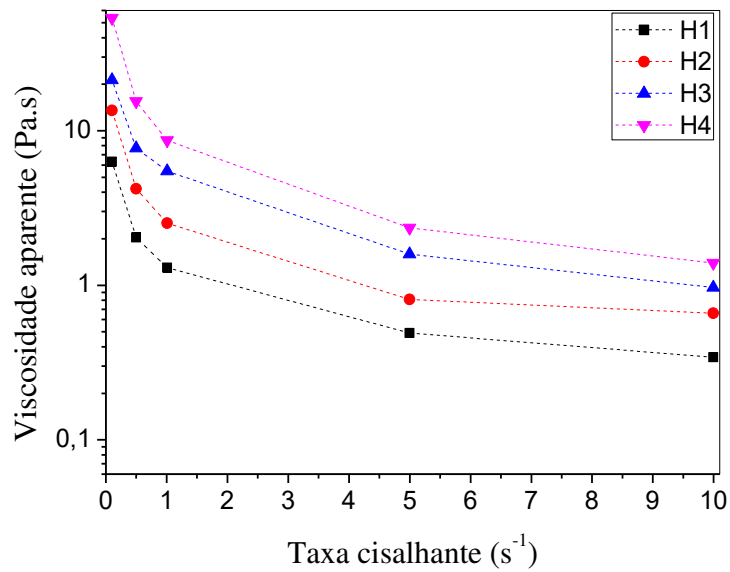


Figura 4.36 - Curva de viscosidade para cada fluido adensado com hematita.

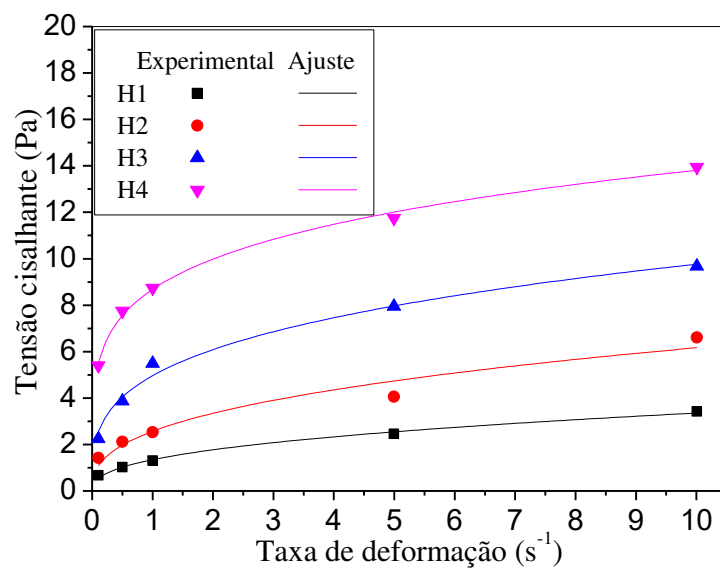


Figura 4.37 - Reograma e ajuste por *Power law* para cada fluido adensado com hematita.

Tabela 4.11 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de *Power law* para as curvas reológicas dos fluidos adensados com hematita.

Fluido	$m (Pa.s^n)$	$n (-)$	r^2
H1	1,344	0,397	0,993
H2	2,569	0,380	0,938
H3	4,964	0,294	0,984
H4	8,683	0,202	0,996

Ao analisar as Figuras 4.26 e 4.37 e a Tabela 4.11 foi possível confirmar o comportamento pseudoplástico das suspensões, pois os valores em estado estacionário da viscosidade aparente diminuíram com o aumento da deformação nas amostras, as curvas reológicas de tensão cisalhante em função da deformação apresentaram arqueadura para baixo e os índices de comportamento (n) estavam compreendidos entre 0 e 1 (CHHABRA e RICHARDSON, 2008; MACHADO, 2002).

Quando comparadas as curvas reológicas de cada suspensão, foi verificado que fluidos mais adensados apresentaram maior resistência ao escoamento (confirmado pelos maiores índices de consistência, m) e maior pseudoplasticidade em razão dos menores valores obtidos para os índices de comportamento (CHHABRA e RICHARDSON, 2008; MACHADO, 2002; SANTOS *et al.*, 2018).

Assim, pôde-se afirmar que, embora existam outros componentes na formulação dos fluidos que contribuíram para o comportamento reológico aqui apresentado, o adensamento com a hematita foi responsável por evidenciá-lo. Este comportamento também foi verificado por Magalhães *et al.* (2016) em soluções aquosas poliméricas de goma xantana e também de carboximetil celulose adensadas com barita.

Os índices de comportamento e de consistência dos fluidos adensados com diferentes quantidades de hematita foram ajustados pela Equação 4.1 e estão apresentados na Tabela 4.12. Neste caso, C_a corresponde a concentração volumétrica de sólidos na suspensão.

Tabela 4.12 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste dos índices de *Power law* com a concentração de hematita.

	Ajuste com índice de comportamento (n) (-)	Ajuste com índice de consistência (m) ($Pa \cdot s^n$)
a	0,426 (-)	0,637 ($Pa \cdot s^n$)
b	-3,824 (-)	156,426 ($Pa \cdot s^n$)
d	2,417 (-)	2,539 (-)
r²	0,993	0,992

Assim como apresentado para as soluções de diferentes concentrações de viscosificantes, as expressões para o ajuste dos índices de *Power law* obtidos para as suspensões aquosas poliméricas que continham diferentes quantidades de hematita na formulação foram adequadas e não linear. De forma semelhante ao encontrado na análise do CMC, o índice de consistência aumentou, enquanto que o índice de comportamento diminuiu de forma não-linear com a concentração de sólidos nas suspensões de hematita.

4.2.1.2. Caracterização tixotrópica das suspensões com hematita

A dependência com o tempo, também definida como tixotropia, foi avaliada pela resposta quando submetida uma baixa taxa constante de deformação (1 s^{-1}) após diferentes tempos de repouso (10 segundos, 10 minutos e 30 minutos), como disposto na Figura 4.38.

A partir da observação da Figura 4.38 foi possível, mais uma vez, confirmar que o adensamento contribuiu para o aumento da tensão cisalhante quando submetido a uma mesma taxa de deformação, após o mesmo tempo de repouso.

Além disso, ao comparar as respostas nos diferentes tempos de repouso para cada fluido, foi visto que quanto maior o repouso, maior a resistência ao escoamento no início da deformação e que após algum tempo, as três curvas do mesmo fluido atingiram o mesmo valor, o que indicou que a quebra e a formação das estruturas gelificadas no

fluido alcançaram o equilíbrio. Conforme Chhabra e Richardson (2008), este comportamento está relacionado com a tixotropia das suspensões.

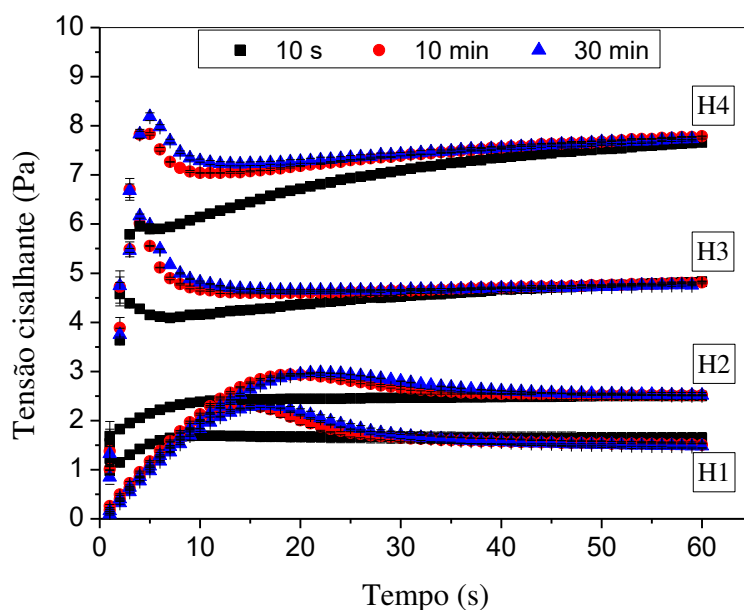


Figura 4.38 - Resposta reológica ao cisalhamento constante após diferentes tempos de repouso.

4.2.2. Sedimentação

O monitoramento da sedimentação gravitacional em batelada, simulando paradas operacionais em poços de petróleo de perfuração, foi realizado por meio da mesma técnica utilizada no monitoramento das suspensões de CMC e CaCO_3 . Este método não destrutivo foi utilizado no monitoramento das suspensões adensadas com hematita por um longo período (50 dias).

4.2.2.1. Determinação da curva de calibração

Para determinar β , utilizou-se a contagem de pulsos quando a suspensão foi homogeneizada, o que correspondeu à concentração volumétrica inicial de sólidos, e a

contagem de pulsos na região com concentração de líquido clarificado. Os resultados são mostrados na Tabela 4.13.

Tabela 4.13 - Constante de calibração nas suspensões adensadas com hematita.

	H1	H2	H3	H4
$\beta(-)$	1,190	8,216	10,021	11,101

Os resultados apresentados na Tabela 4.13 permitiram afirmar que a concentração de hematita, diferentemente do observado com o viscosificante CMC, influenciou a atenuação dos feixes de amerício e, portanto, foram obtidos valores diferentes para cada fluido estudado.

Os resultados influenciaram de forma mais acentuada a variação da concentração de sólidos quando pequenas diferenças de intensidade de radiação foram obtidas pelo sistema de detecção, sendo o fluido H1 o mais afetado.

4.2.2.2. Distribuições de concentrações em suspensões aquosas poliméricas adensadas com hematita

A sedimentação de partículas em fluidos complexos adensados com hematita foi avaliada pela TARG e as distribuições obtidas estão apresentadas nas Figuras 4.38 a 4.40.

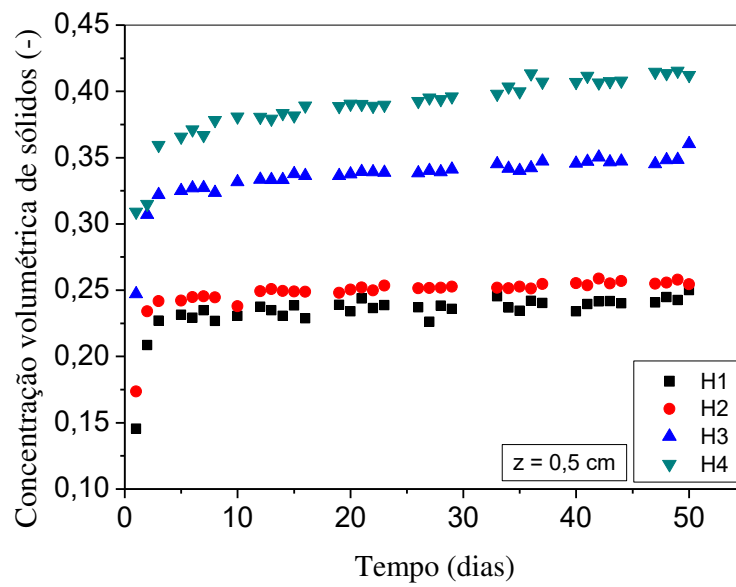


Figura 4.38 - Distribuições de concentrações em suspensões adensadas com hematita na posição $z=0,5$ cm acima da base.

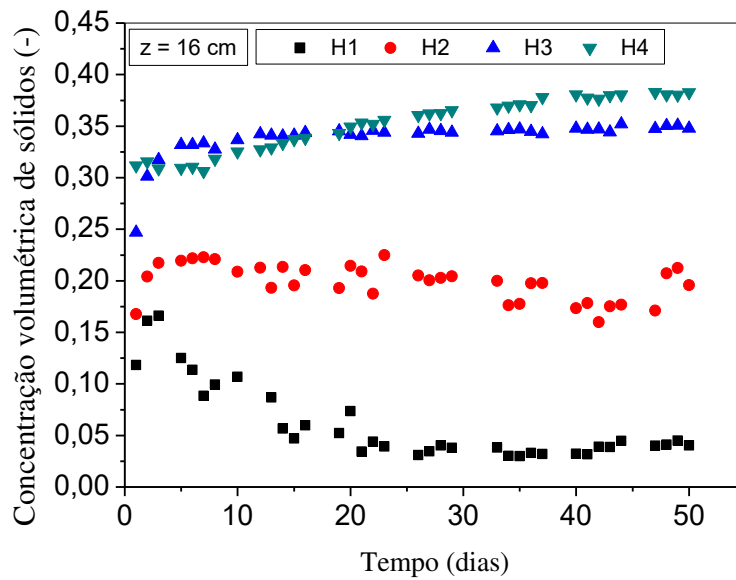


Figura 4.39 - Distribuições de concentrações em suspensões adensadas com hematita na posição $z=16$ cm acima da base.

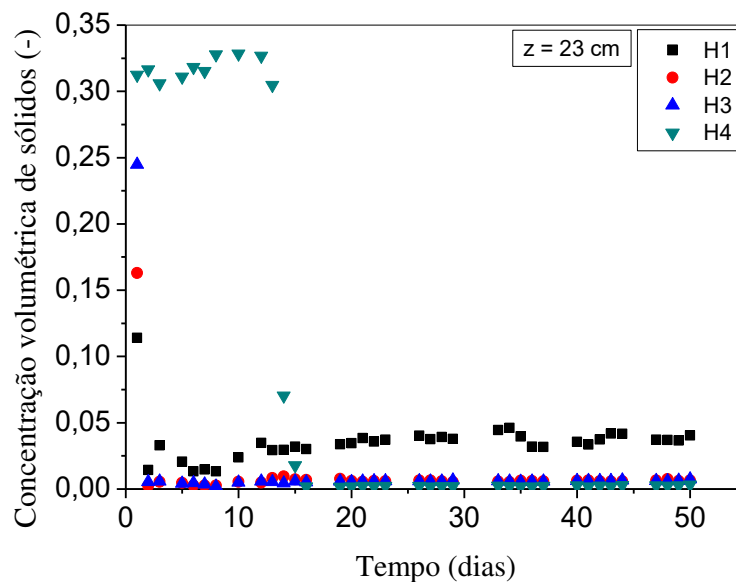


Figura 4.40 - Distribuições de concentrações em suspensões adensadas com hematita na posição $z=23$ cm acima da base.

As Figuras 4.38 a 4.40 mostraram o processo clássico de sedimentação definido por Kynch (1952):

- região de sedimentação livre;
- região de formação de sedimentos;
- região do sedimento; e
- região de líquido clarificado.

Todos os fluidos iniciaram o processo de sedimentação na região de sedimentação livre, e o fluido mais pesado (H4) apresentou essa região por mais tempo.

A região de formação de sedimentos foi menor nos fluidos menos pesados (H1, H2 e H3). Assim, observou-se uma tendência à estaticidade do sedimento e uma maior região de líquido clarificado, ou seja, a separação sólido-líquido foi mais rápida que em H4.

Para algumas posições monitoradas, a concentração volumétrica de sólidos aumentou para posteriormente tender a zero ($z = 16$ cm para H1 e $z = 23$ cm para H4).

Esse fato ocorreu no estudo de Fagundes *et al.* (2018) também, o que, de acordo com a teoria de Kynch (1952), está relacionado ao aumento da região intermediária antes que a concentração de sólidos tendesse a zero.

Ao comparar as regiões de líquido clarificado das suspensões (Figura 4.40) foi verificado em H1 que os valores de concentração no fluido foram diferentes de zero. Este fato pôde ser relacionado à diferença entre a intensidade máxima e mínima da radiação em cada sistema, que resultou em menores valores de β . Portanto, qualquer variação na intensidade da radiação causou uma grande variação na concentração de sólidos.

Além disso, ao analisar as Figuras 4.38 a 4.40, verificou-se que a separação sólido-líquido nos fluidos H1, H2 e H3 ocorreu diferentemente daquela em H4, na qual a concentração de sólidos aumentou mais gradualmente, como observado em Fagundes *et al.* (2018). Como o fluido H4 continha a maior concentração de hematita, sua taxa de sedimentação diminuiu em razão do efeito de concentração de sólidos, pois os sólidos ao sedimentarem, empurraram o líquido das posições mais baixas e como resposta, o líquido foi forçado a se mover para cima, desacelerando a sedimentação. Este efeito é mais pronunciado em sistemas mais concentrados e também foi observado nos estudos de Daugan *et al.* (2004) e Moreira *et al.* (2017).

Embora as características pseudoplásticas das suspensões tenham sido atestadas por experimentos reológicos, as partículas ao sedimentarem, aplicaram uma baixa deformação no fluido; por essa razão, essas suspensões se comportaram como fluidos newtonianos (CHHABRA e RICHARDSON, 2008). Além disso, as distribuições de concentrações apresentadas nesta seção foram semelhantes aos encontrados nos fluidos newtonianos por Moreira *et al.* (2017), também observado por Santos *et al.* (2018) e Fagundes *et al.* (2018) em fluidos não newtonianos.

Ainda avaliando o período de sedimentação, não foi possível verificar se os canais de sedimentação e os aglomerados de partículas se formaram devido à alta concentração de sólidos e coloração dos fluidos.

Assim, as Figuras 4.38 a 4.40 mostraram que o aumento na quantidade de hematita em suspensões aquosas poliméricas contribuiu para elevar a estabilidade em relação à sedimentação gravitacional em batelada de partículas.

4.2.3. Pressão nos sólidos

Após monitorar a concentração volumétrica de sólidos por 50 dias, foram obtidas informações sobre o sedimento.

As posições avaliadas pela TARG foram de $z = 0,5$ cm acima da base do recipiente de testes até a primeira medição de fluido na região de líquido clarificado. Estas novas posições de análise foram definidas com o intuito de melhor avaliar o sedimento, como mostra a Figura 4.41.

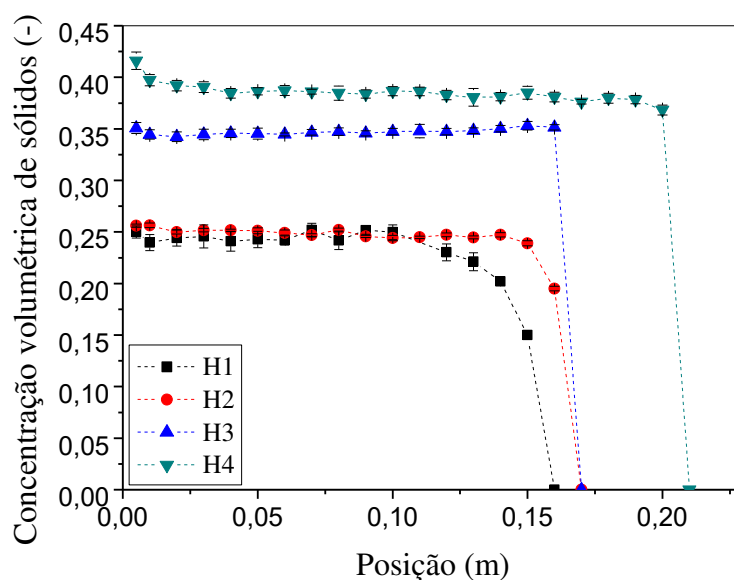


Figura 4.41 - Distribuição da concentração de sedimentos no dia 50.

A concentração volumétrica de sólidos em função da posição foi numericamente integrada pelo método dos trapézios para calcular a pressão nos sólidos (Equação 3.16). Os valores foram ajustados na Equação 4.2, como mostrado na Figura 4.42 e na Tabela 4.14.

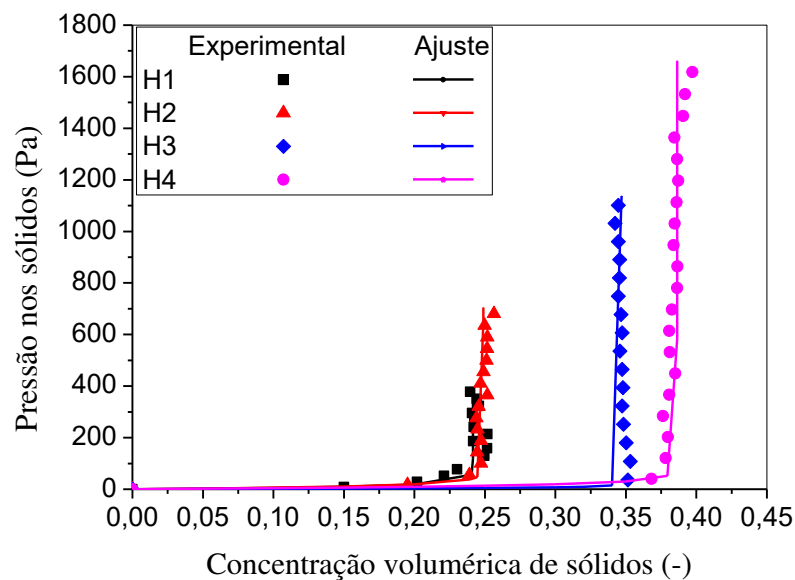


Figura 4.42 - Pressão em função da concentração volumétrica de sólidos no dia 50.

Tabela 4.14 - Parâmetros de ajuste e coeficiente de determinação de pressão em sólidos.

Fluido	e (-)	f (Pa)	r^2
H1	0,241	0,900	0,922
H2	0,249	0,917	0,994
H3	0,347	0,766	0,998
H4	0,385	0,924	0,997

O sedimento formado em cada suspensão mostrou pouca compressibilidade, uma vez que todo o sedimento apresentou aproximadamente um valor constante de concentração volumétrica de sólidos.

O aumento de hematita resultou em um sedimento com maior concentração e altura. Entretanto, as suspensões H1 e H2 apresentaram sedimentos com quase a mesma concentração; a altura do sedimento H2 foi maior que a do H1, pois o H2 apresentou maior concentração inicial de sólidos e, conseqüentemente, a pressão nos sólidos também foi maior.

Ao ajustar a pressão nos sólidos como uma função da concentração volumétrica, o parâmetro e correspondia a concentração máxima de sólidos, e o parâmetro f foi mais influenciado pela diferença de concentração de sólidos entre a

região de sedimento e de líquido clarificado. Para o fluido H3, o parâmetro f apresentou o mais diferente dos quatro valores devido ao desvio de concentração volumétrica de sólidos em relação ao encontrado no fundo do recipiente de teste.

Assim, apesar da pouca compressibilidade dos sedimentos, quanto maior a concentração volumétrica inicial de sólidos na suspensão, maior foi o valor de pressão nos sólidos. Além disso, o perfil da relação entre pressão e concentração volumétrica satisfaz a observação física de que a pressão sobre os sólidos é zero na ausência de sólidos.

Neste capítulo foram apresentados e discutidos os principais resultados relacionados ao efeito do viscosificante CMC e do adensante hematita no processo de sedimentação e na determinação das equações constitutivas pressão nos sólidos e no cálculo da permeabilidade do sedimento.

Capítulo 5

CONCLUSÕES

Conclusões do efeito do viscosificante carboximetil celulose:

- A hidratação do polímero CMC está diretamente relacionada com o preparo das soluções. Elas foram analisadas pelo teste t-Student e não apresentaram diferenças estatísticas entre os parâmetros de *Power law* para os tempos de hidratação de 24 a 72 h para o nível de significância de 5%.
- O aumento da concentração do viscosificante carboximetil celulose, além de aumentar a consistência da solução, conferiu ao fluido comportamento pseudoplástico e tixotrópico. O aumento da consistência e da pseudoplasticidade foram confirmados por meio do ajuste de *Power law*, ou seja, m aumentou e $n < 1$ diminuiu com o aumento da concentração de CMC. Já o comportamento dependente do tempo foi avaliado por meio da área da histerese. Por esta avaliação, verificou-se que somente as soluções estudadas de CMC 0,8 e 1,0% apresentaram tixotropia, sendo esta crescente com o aumento do polímero.
- Os índices de *Power law* para cada suspensão de CMC foram bem ajustados por uma equação cujo expoente variou entre 2 e 4 (Equação 4.1).
- A constante de calibração beta (Equação 2.15) não foi influenciada pelo aumento das partículas poliméricas de carboximetil celulose, visto que este parâmetro não apresentou diferença estatística pelo teste t-Student para as suspensões de CMC 0,2 a 1,0% com 4% v/v de CaCO_3 e também para a suspensão formulada somente com água e mesma quantidade e tipo de sólido.
- O aumento do polímero CMC influenciou a sedimentação das partículas de carbonato de cálcio. Em fluidos mais viscosificados (CMC 0,8 e 1,0%), as distribuições de concentrações de sólidos mostraram que houve aglomeração de partículas, como apresentado na Figura 4.11. Ademais, como apresentado na Tabela 4.8, o carbonato de cálcio sedimentou mais rápido nos fluidos menos

viscosificados. Assim, para a concentração de carbonato na posição $z = 0,5$ cm acima da base do recipiente de teste passar de 4% (ε_{50}) para 25%, foram necessárias, para o fluido CMC 1,0% mais do que 45 h de sedimentação, enquanto que, no fluido menos viscosificado (CMC 0,2%) necessitou-se de aproximadamente 1 h.

- A compressibilidade do sedimento e, portanto, a pressão nos sólidos obtida após duas semanas de sedimentação foram influenciadas pela acomodação final das partículas. Este, por sua vez, foi diretamente influenciado pelo comportamento não newtoniano das suspensões. Ou seja, a suspensão menos viscosificada (CMC 0,2%), por apresentar uma velocidade de sedimentação das partículas maior do que a velocidade nas outras suspensões, formou um sedimento cujas concentrações volumétricas de sólidos pouco variou com a posição do monitoramento, indicando que o sedimento estava próximo da acomodação final. Desta forma, a escolha do ajuste (logarítmico) para pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos foi definida pelo comportamento do sedimento formado no fluido CMC 0,2%.
- A incorporação do comportamento reológico dos fluidos na obtenção da permeabilidade, por meio da viscosidade efetiva e do número de Reynolds generalizado, demonstrou-se importante, pois mesmo que a separação total sólido-líquido não tenha ocorrido, os sedimentos obtidos a partir da sedimentação em suspensões mais viscosas apresentaram maior permeabilidade.

Conclusões do efeito do adensante hematita:

- A variação da concentração de hematita afetou o comportamento reológico das suspensões, e as mais pesadas mostraram maior viscosidade, pseudoplasticidade e dependência com o tempo. O aumento da viscosidade e da pseudoplasticidade foi avaliado pelo ajuste de tensão cisalhante em função da taxa de deformação aplicada por *Power law*. Os valores de consistência aumentaram, enquanto que o de comportamento, sendo necessariamente menores do que 1, diminuíram com o aumento da concentração da hematita. O ajuste de cada tipo de índice com a

concentração volumétrica de sólidos (Equação 4.1) indicou comportamento não-linear por meio do expoente d acima de 2 para ambos os casos. A tixotropia das suspensões foi avaliada pela aplicação de uma pequena taxa de deformação após diferentes tempos de repouso. Neste caso, verificou-se que as suspensões mais adensadas (H3 e H4, com 24,6 e 31% de sólidos) após tempos maiores de repouso (10 e 30 min) necessitaram de também maiores tempos de aplicação de deformação constante para apresentarem viscosidade aparente em estado estacionário.

- O adensamento da hematita afetou o comportamento reológico e o peso das suspensões; como consequência, afetou o perfil de sedimentação. O fluido com maior densidade (H4) apresentou maior estabilidade na manutenção das partículas em suspensão, assim como apresentado na distribuição de concentração volumétrica de sólidos em $z = 23$ cm, na qual, próximo ao dia 15 de monitoramento, houve uma grande variação da concentração de sólidos (de 31% para próximo de zero), enquanto os demais fluidos (H1, H2 e H3) apresentaram as maiores variações na concentração volumétrica de sólidos nos dias iniciais de monitoramento (Figura 4.39, entre os dias 0 e 5 dias).
- A pressão sobre os sólidos dos fluidos adensados com hematita foi obtida quando os sedimentos já apresentavam uma tendência à estaticidade. Assim, apesar de o H4 apresentar maior estabilidade para manter as partículas em suspensão, seu sedimento, monitorado após 50 dias do início do processo, apresentou maior pressão ($P_s \cong 1600$ Pa), confirmando que a pressão sobre os sólidos é influenciada pela concentração de sólidos das suspensões.

Sugestões para trabalhos futuros:

1. Avaliar a transmissibilidade de pressão do sedimento de CaCO_3 após diferentes tempos de sedimentação;
2. Avaliação da transmissibilidade de pressão em sedimentos de diferentes compressibilidades; e
3. Validar a metodologia proposta para o cálculo da permeabilidade do leito.

O presente capítulo apresentou as principais conclusões referentes ao efeito do viscosificante carboximetil celulose e do adensante hematita na reologia e na sedimentação dos sólidos. Nele, também foram apresentadas sugestões para trabalhos futuros.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abbasova, N., Yüksel, Z., Abbasov, E., Gülbiçim, H., Tufan, M.Ç. Investigation of gamma-ray attenuation parameters of some materials used in dental applications. *Results in Physics*, vol. 12, p 2202-2005, 2019. Doi:10.1016/j.rinp.2019.02.068
- Abdelrahim, K.A., Ramaswamy, H.S. High temperature/pressure rheology carboxymethyl cellulose (CMC). *Food Research International*, vol. 28, p. 285-290, 1995. Doi: 10.1016/0963-9969(94)00045-A
- Adorján, L.A. A theory of sediment compression. 11TH INTERNATIONAL MINERAL CONGRESS, 1975,
- Abdou, M.I., Al-Sabagh, A.M., Ahmed, H. E., Fadl, A.M. Impact of barite and ilmenite mixture on enhancing the drilling mud weight. *Egyptian Journal of Petroleum*, vol. 27, p.955-967, 2018. Doi: 10.1016/j.ejpe.2018.02.004
- Allen, E., Uhlherr, P.H.T. Nonhomogeneous sedimentation in viscoelastic fluids. *Journal of Rheology*, vol. 22, p. 627-638, 1989. Doi: 10.1122/1.550030
- Amoco, Drilling Fluid Manual, Amoco Production Company, 2010.
- Arkell Consulting. Petróleo e Sociedade. (acessado em 02/04/2019). <https://arkellconsulting.wordpress.com/2010/10/06/petroleo-e-sociedade/>, 2010.
- Arinaitwe, E., Pawlik, M. Dilute solution properties of carboxymethyl celluloses of various molecular weights and degrees of substitution. *Carbohydrate Polymers*, vol. 99, p.423-431, 2014. Doi: 10.1016/j.carbpol.2013.08.030
- 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., Damasceno, J.J.R. The use of high energies radiations to characterize solid-liquid systems. *Materials Science Forum*, v. 498-499, p. 49–54, 2005a. Doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.498-499.49
- 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,
- Arouca, F.O. Uma Contribuição ao Estudo da Sedimentação Gravitacional em Batelada, Tese (Doutorado), Uberlândia, UFU, 2007.
- ASME. Drilling Fluids Processing: Handbook, Elsevier, Amsterdam, 2005.
- Bicalho, I. C. Estudo experimental e de simulação por CFD de escoamentos em seções anulares com excentricidade variável e obstrução parcial da coluna. Tese (Doutorado), Uberlândia, UFU, 2015.
- Bird, R.B., Stewart, W.E., Lightfoot, E.N. Transport Phenomena, 2ª ed. Wiley, New York, 2002.
- 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. Doi: 10.1122/1.550895
- Caenn, R., Chillingar G.V. Drilling fluids: State of the art. Journal of Petroleum Science and Engineering, vol. 14, p. 221–230, 1996. Doi:10.1016/0920-4105(95)00051-8.
- Caenn, R., Darley, H.C.H., George, R.G. Composition and Properties of Drilling and Completion Fluids, 7ª ed, Gulf Professional Publishing, 748 p., 2017.
- Cancela, M.A., Álvarez, E., Maceiras, R. Effects of temperature and concentration on carboxymethylcellulose with sucrose rheology , Journal of Food Engineering, vol. 71, p. 419-424, 2005. Doi: 10.1016/j.jfoodeng.2004.10.043
- Cardoso, L.C. Petróleo: do poço ao posto. 2ª ed., Quality Mark , 192 p., Rio de Janeiro, 2005.
- Chhabra, R.P. Richardson, J.F. Non-newtonian flow and applied rheology, 2ª ed, 2008.
- Coe, H.S., Clevenger, G.H. Methods of determining the capacities of slime-settling tanks. Transactions of the American Institute of Mining Engineers, vol. 55, p. 356-384, 1916.

- Concha, F., Bustos, M.C. Modification of the kynch theory of sedimentation. *AIChE Journal*, p. 312–315, 1987. Doi: 10.1002/aic.690330219
- Comings, E.W. Thickening calcium carbonate slurries. *Ind. Eng. Chem.* vol. 32, p. 663–667, 1940. Doi: 10.1021/ie50365a016
- Damasceno, J.J.R. Uma Contribuição Ao Estudo Do Espessamento Contínuo. Tese (Doutorado). Rio de Janeiro, UFRJ, 1992.
- Daugan, S., Talini, L., Herzhaft, B., Allain, C. Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids, Part1, Two-particle aggregation, *The European Physical Journal E*, vol. 7, p. 73-81, 2002a. Doi: 10.1140/epje/i200101116
- Daugan, S., Talini, L., Herzhaft, B., Allain, C. Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids, Part2, Three particle aggregation, *The European Physical Journal E*, vol. 9, p. 55-62, 2002b. Doi: 10.1140/epje/i2002-10054-8
- 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. Doi: 10.2516/ogst:2004007
- 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*, 1977.
- Diaz, P.S., Vendruscolo, C.T., Vendruscolo, J.L.S. Reologia de Xantana: uma Revisão sobre a Influência de Eletrólitos na Viscosidade de Soluções Aquosas de Gomas Xantan. *Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas, Londrina*, vol. 25, p. 15-28, 2004. Doi: 10.5433/1679-0375.2004v25n1p15
- Dolz, M., Jiménez, J., Hernández, M. J., Delegido, J., Casanovas, A. Flow and thixotropy of non-contaminating oil drilling fluids formulated with bentonite and sodium carboxymethyl cellulose. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 57, p. 294–302, 2007. Doi: 10.1016/j.petrol.2006.10.008
- Fagundes, F.M. Estudo da Estabilidade da Suspensão Constituinte do Fluido Br-Mul/Petrobras, Dissertação (Mestrado), Uberlândia, 2015.

- Fagundes, F.M., Santos, N. B.C., Damasceno, J. J. R., Arouca, F.O. Study on the stability of a shear-thinning suspension used in oil well drilling. *Oil & Gas Science and Technology*, vol.73, p. 1-6, 2018. Doi:10.2516/ogst/2018007
- Fagundes, F.M., Santos, N. B.C., Martins A.L., Damasceno, J. J. R., Arouca, F.O. Gravitational solid-liquid separation of water-based drilling fluids weighted with hematite through the gamma-ray attenuation technique. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol.180, p.406–412, 2019. Doi: 10.1016/j.petrol.2019.05.054
- França, S.C.A., Massarani, G., Biscaia-Jr, E.C. Sobre a simulação da sedimentação em batelada: Lec. XXVII Congresso Brasileiro De Sistemas Particulados, 1999.
- Gardner, R.P., Ely- Jr, R.L., *Radioisotope Measurement Applications in Engineering*, Reinhold, New York, 1967.
- Gomez-Diaz, D., Navaza, J.M. Rheology of aqueous solutions of food additives: Effect of concentration, temperature and blending. *Journal of Food Engineering*. vol. 56, p. 387–392, 2003. Doi:10.1016/S0260-8774(02)00211-X
- 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. Doi: 10.1103/PhysRevE.74.042501
- Jafarinejad, S. *Petroleum Waste Treatment and Pollution Control*. 1^a ed., Butterworth-Heinemann, 378 p., 2016. Doi: 10.1016/B978-0-12-809243-9.00001-8
- Jiang, G., Peng, S., Li, X., Yang, L., Soares, J.B.P., Li, G. Preparation of amphoteric starch-based flocculants by reactive extrusion for removing useless solids from water-based drilling fluids, *Colloids and Surfaces A*, vol. 558, p. 343–350, 2018. Doi: 10.1016/j.colsurfa.2018.08.077
- Karatas, M., Arslan, M. Flow behaviours of cellulose and carboxymethyl cellulose from grapefruit peel. *Food Hydrocolloids*, vol. 58, p. 235-245, 2016. Doi: 10.1016/j.foodhyd.2016.02.035
- Koksal, O. K., Apaydin, G., Tozar, A., Karahan, İ. H., & Cengiz, E. (2019). Assessment of the Mass Attenuation Parameters with using Gamma-Rays for Manganese Substituted Nano Hydroxyapatite. *Radiation Physics and Chemistry*, vol. 159, p 76-80, 2019. Doi:10.1016/j.radphyschem.2019.02.040

Kynch, G.J. A theory of sedimentation, Trans. Amer. Soc., p. 166–176, 1952. Doi: 10.1039/tf9524800166

Laruccia, M. B. Velocidade de Sedimentação em Fluidos Não-Newtonianos: Efeito da Forma e da Concentração de Partículas. Tese (Doutorado), Campinas, 143 p., 1990.

Machado, J.C.V. Reologia e escoamento de fluidos. Ênfase da indústria do petróleo. Editora Interciência, 258 p., 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 Técnica 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 concentrações 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,
- Magalhães, S.C., Calçada, L.A., Scheid, C.M., Almeida, H., Waldmann, A.T.A. Improving drilling performance with continuous online measurements of electrical stability and conductivity in oil based drilling fluids, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 146, p.369–379, 2016. Doi: 10.1016/j.petrol.2016.05.045
- Melo, K.C., Dantas, T.N.C., Barros Neto, E.L. Influência da temperatura na reologia de fluidos de perfuração preparados com carboximetil celulose, goma xantana e bentonita. *HOLOS*. vol. 5, 2013. Doi: 10.15628/holos.2013.1631
- Moreira, B. A. Estudo da sedimentação em suspensões de fluido com características reológicas pseudoplásticas, Tese (Doutorado), Uberlândia, UFU, 2014.
- Moreira, B. A., Arouca, F.O., Damasceno, J.J.R. Analysis of suspension sedimentation in fluids with rheological, *Powder Technology*, vol. 308, p. 290–297, 2017. Doi: 10.1016/j.powtec.2016.12.034
- Peçanha, R.P. *Sistemas Particulados: Operações Unitárias Envolvendo Partículas e Fluidos*, Elsevier, 1 ed., Rio de Janeiro, 424 p., 2014.
- Pereira, F.A.R. Escoamento laminar de líquidos Não-Newtonianos em seções anulares: Estudos de CFD e abordagem experimental, Tese (Doutorado), Uberlândia, UFU, 2006.
- Pereira, B.H.A., Marques, N.N., Lima, B.L.B., Villetti, M. A., Balaban, R.C. Study of the thermos associative process in carboxymethylcellulose derivatives, *Journal of Molecular Liquids*, vol. 272 , p. 1041-1047 , 2018. Doi:10.1016/j.molliq.2018.10.126
- Petrobras. Manual de fluidos. 1ª ed. Rio de Janeiro, 2011.
- Petrobras S.A., site: <https://www.presalpetroleo.gov.br/ppsa/o-pre-sal/caracteristicas>, acessado em 06/07/19 às 17:19h.
- Pré-sal Petróleo S.A., site: <https://presal.hotsitespetrobras.com.br/tecnologias-pioneiras/#1>, acessado em 06/07/19 às 17:19h.
- Pires, L.F. Soil analysis using nuclear techniques: A literature review of the gamma ray attenuation method. *Soil and Tillage Research*, v.184, p.216–234, 2018. Doi:10.1016/j.still.2018.07.015

- Quercia, G., Belisario, R., Rengifo, R. Reduction of erosion rate by particle size distribution (*PSD*) modification of hematite as weighting agent for oil based drilling fluids, *Wear*, vol. 266, p. 1229–1236, 2009. Doi: doi:10.1016/j.wear.2009.01.050
- Reed, J. S. *Principles of Ceramics Processing*, 2^a ed, John Wiley & Sons, 1995.
- Ribeiro, J.M, Eler, F. M., Martins, A.L., Scheid, C.M., Calçada, L.A., Meleiro, L.A.C. Simplified Model Applied to the Barite Sag and Fluid Flow in Drilling Muds: Simulation and Experimental Results. *Oil & Gas Science and Technology*, vol. 72, p. 1-11, 2017. Doi: 10.2516/ogst/2017016
- Ruiz, M.I. Estudo da Sedimentação em Batelada com o Auxílio da Técnica de Atenuação de Raios Gama, Dissertação (Mestrado), Uberlândia, UFU, 2000,
- Santos, N.B.C Estabilidade De Suspensões Pseudoplásticas Utilizadas Na Perfuração De Poços De Petróleo, Dissertação (Mestrado), Uberlândia, 2017.
- Santos, N. B.C., Fagundes, F.M., Arouca, F. O., Damasceno, J.J.R. Sedimentation of solids in drilling fluids used in oil well drilling operations, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 162, p. 137-142, 2018. Doi: 10.1016/j.petrol.2017.12.026
- Santos, N.B.C., Fagundes, F.M., Martins, A.L., Damasceno, J.J.R., Arouca, F.O. Stability of oil well olefin drilling fluids: solid–liquid sedimentation and rheological characterization. *Particulate Science and Technology*, p. 1-7, 2019. Doi: 10.1080/02726351.2018.1529007
- Silva, G.M., Rocha, R.F.P, Costa, M.P.M., Ferreira, I.L.M, Delpech, M.C. Evaluation of viscosmetric properties of carboxymethylcellulose and gelan, *Journal of Molecular Liquids*, vol. 268, p. 201-205, 2018. DOI: 10.1016/j.molliq.2018.07.062.
- Silva Telles, A., Massarani, G. Escoamento de fluidos não-newtonianos em sistemas particulados. *Revista brasileira de física*, vol. 9, p.535-550,1979.
- Shaw, D.S. Introdução à química dos colóides e de superfícies, Tradução: Juergen Heirinch Maar, Edgard Blucher, Editora da Universidade de São Paulo, 1975.
- Sochi, T. Flow of non-newtonian fluids in porous media, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, vol. 48, p. 2437-2767, 2010. Doi: 10.1002/polb.22144

- Skalle, P. Pressure Control During Drilling. 4^a ed. Noruega. Ventus Publishing. 2015.
- Thomas, J.E. Fundamentos de engenharia de petróleo, Interciência, Rio de Janeiro, 2001.
- Williams, R.A., Xie, C.G., Bragg R., Amarasinghe, W.P.K. Experimental Techniques for Monitoring Sedimentation in Optically Opaque Suspensions. Colloids and Surfaces, vol. 43, p. 1-32, 1990. Doi: 10.1016/0166-6622(90)80001-K

APÊNDICE A

No apêndice A são apresentadas, de forma separada, as distribuições cumulativas de tamanho das partículas que constituíam os fluidos H1, H2, H3 e H4.

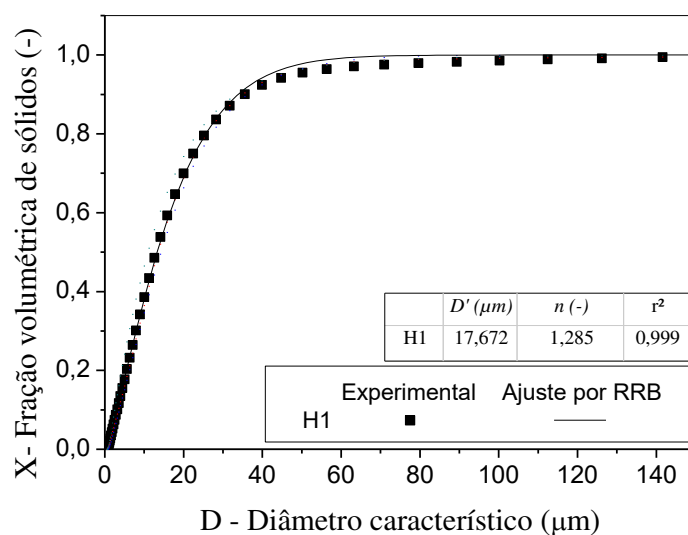


Figura A.1 - Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H1.

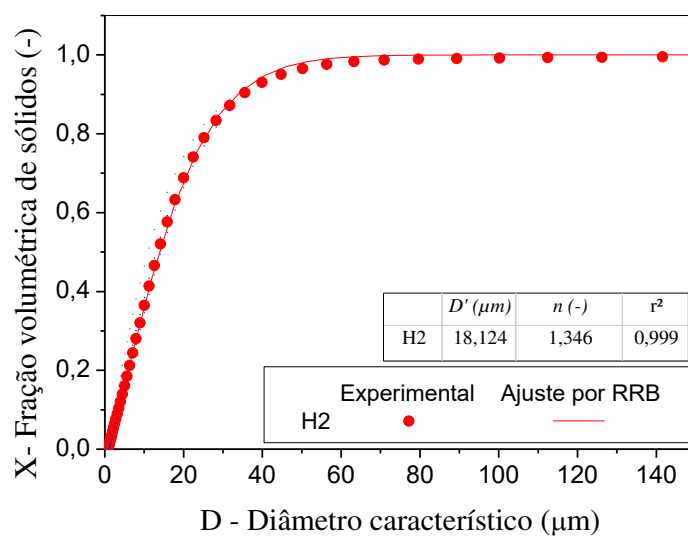


Figura A.2 - Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H2.

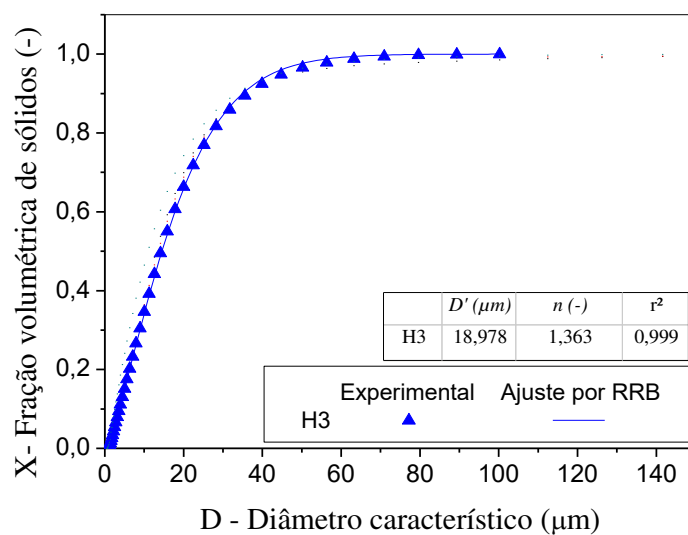


Figura A.3 - Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H3.

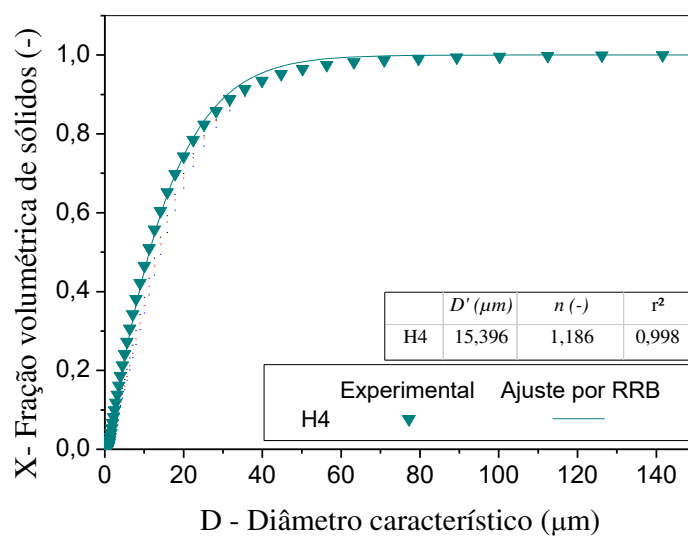


Figura A.4 - Distribuição de tamanhos das partículas e ajuste RRB para os sólidos do fluido H4.

APÊNDICE B

Neste apêndice são apresentados os índices de consistência e de comportamento para as 3 repetições de cada solução de CMC em cada tempo de hidratação.

Tabela B.1 – Índices do ajuste reológico de *Power law* para as 3 repetições de cada solução de CMC em cada tempo de hidratação.

CMC 0,2%		0 horas	24 horas	48 horas	72 horas
$m (Pa \cdot s^n)$	R1	0,08772	0,11224	0,08168	0,12032
	R2	0,08722	0,07984	0,08601	0,08601
	R3	0,08808	0,07361	0,08499	0,08808
$n (-)$	R1	0,80581	0,73188	0,80916	0,70441
	R2	0,79868	0,81606	0,79146	0,79146
	R3	0,78672	0,83765	0,79503	0,78672
r^2	R1	0,99628	0,97602	0,99607	0,9966
	R2	0,99935	0,99202	0,9993	0,9993
	R3	0,99931	0,99763	0,99841	0,99931
CMC 0,4%		0 horas	24 horas	48 horas	72 horas
$m (Pa \cdot s^n)$	R1	0,27482	0,2607	0,25772	0,2591
	R2	0,27863	0,25536	0,24961	0,25649
	R3	0,27072	0,26056	0,25638	0,25425
$n (-)$	R1	0,73516	0,7406	0,74573	0,74338
	R2	0,73356	0,7474	0,75157	0,74541
	R3	0,73881	0,74426	0,74575	0,74698
r^2	R1	0,99934	0,99898	0,99948	0,99947
	R2	0,99949	0,99963	0,9996	0,99958
	R3	0,99969	0,99968	0,9994	0,99935
CMC 0,6%		0 horas	24 horas	48 horas	72 horas
$m (Pa \cdot s^n)$	R1	0,74082	0,72697	0,73918	0,74645
	R2	0,71107	0,69522	0,69239	0,70143
	R3	0,69414	0,68609	0,67869	0,67953
$n (-)$	R1	0,67527	0,67784	0,67379	0,67237
	R2	0,68323	0,68841	0,68978	0,69647
	R3	0,68758	0,68992	0,69438	0,69425
r^2	R1	0,99891	0,99912	0,99886	0,99931
	R2	0,999	0,99912	0,99893	0,99876
	R3	0,99874	0,99909	0,999	0,99915

CMC 0,8%		0 horas	24 horas	48 horas	72 horas
<i>m (Pa. sⁿ)</i>	R1	1,5781	1,73881	1,79119	1,79648
	R2	1,6284	1,75825	1,734	1,72416
	R3	1,64386	1,74617	1,74068	1,71816
<i>n (–)</i>	R1	0,63318	0,60568	0,59899	0,59841
	R2	0,62598	0,604	0,60751	0,61512
	R3	0,62388	0,60709	0,60789	0,61159
r²	R1	0,99941	0,99915	0,99977	0,99972
	R2	0,99904	0,99899	0,99935	0,99955
	R3	0,99944	0,99922	0,99968	0,99964
CMC1,0%		0 horas	24 horas	48 horas	72 horas
<i>m (Pa. sⁿ)</i>	R1	3,24893	4,34012	4,30604	4,83874
	R2	3,35641	4,04569	4,28635	4,41325
	R3	3,48803	4,0914	4,26265	4,38298
<i>n (–)</i>	R1	0,58783	0,48125	0,49361	0,44771
	R2	0,57528	0,51433	0,49538	0,48158
	R3	0,56561	0,50576	0,49078	0,48424
r²	R1	0,99836	0,99972	0,99996	0,99936
	R2	0,99933	0,99994	0,9999	0,99921
	R3	0,99943	0,99999	1	0,99941

APÊNDICE C

Neste apêndice é apresentado o código desenvolvido no *software* livre Arduino 1.8.5 para a automatização da plataforma elevatória da unidade experimental de atenuação de raios gama (TARG). Para tanto, foram utilizados um módulo relé de 4 canais com tensão de 5 V de corrente contínua e um microcontrolador arduino UNO.

Código:

```
int rele1 = 7; /*Botão para escolher o quanto a plataforma irá subir*/

int rele2 = 8; /*Botão para escolher o quanto a plataforma irá descer*/

int rele3 = 9; /*Botão para iniciar o movimento da plataforma*/

void setup()

{

  pinMode(rele1, OUTPUT);

  pinMode(rele2, OUTPUT);

  pinMode(rele3, OUTPUT);

  Serial.begin(9600); //Enviar e receber dados em 9600 baud

}

void loop()

{

  Serial.println("#####");

  Serial.println("INSIRA O DESLOCAMENTO:");

  int x = 0; // variável para armazenar o movimento da plataforma

  int y = 0; // variável para iniciar o movimento da plataforma
```

```

Serial.println("Deslocamento de: (a=1mm, b=5mm, c=10mm, d=-1mm, e=-5mm, f=-
10mm, g=16mm, h=21mm, i=32mm, j=43mm, l=-16mm, m=-21mm, n=-32mm, o=-
43mm)");

do {

    x = Serial.read();

}

while
((x!='a')&&(x!='b')&&(x!='c')&&(x!='d')&&(x!='e')&&(x!='f')&&(x!='g')&&(x!='h')&
&(x!='i')&&(x!='j')&&(x!='l')&&(x!='m')&&(x!='n')&&(x!='o'));

    if (x == 'a'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(100); digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 1mm." );}

    else if (x == 'b'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(500); digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 5mm." );}

    else if (x == 'c'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(1000);digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 10mm." );}

    else if (x == 'd'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(100); digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println(" -1mm.");}

    else if (x == 'e'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(500); digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println(" -5mm.");}

    else if (x == 'f'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(1000);digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println(" -10mm.");}

    else if (x == 'g'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(1700);digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 16mm." );}

    else if (x == 'h'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(2200);digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 21mm." );}

```

```
else if (x == 'i'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(3400);digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 32mm." );}

else if (x == 'j'){digitalWrite(rele1, HIGH); delay(4600);digitalWrite(rele1,
LOW);Serial.println(" 43mm." );}

else if (x == 'l'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(1700);digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println("-16mm." );}

else if (x == 'm'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(2200);digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println("-21mm." );}

else if (x == 'n'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(3500);digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println("-32mm." );}

else if (x == 'o'){digitalWrite(rele2, HIGH); delay(4600);digitalWrite(rele2,
LOW);Serial.println("-43mm." );}

Serial.println("Confirma o deslocamento?(s ou n)");

do {

    y = Serial.read();

}

while ( (y != 's') && (y != 'n'));

if (y == 's'){digitalWrite(rele3, HIGH);delay(1000);digitalWrite(rele3,
LOW);Serial.println("START");}

}
```

APÊNDICE D

No apêndice D são apresentadas as constantes de calibração (β) da equação de Lambert para as 3 repetições de cada monitoramento de sedimentação pela aplicação da TARG.

Tabela D.1 – Constante de calibração (β) da equação de Lambert para as 3 repetições de cada monitoramento da sedimentação pela aplicação da TARG.

CMC (%)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1
R1	4,810	4,555	4,65	4,984	4,633	4,2857
R2	4,678	5,116	4,6381	4,319	4,4809	4,6382
R3	4,148	4,89	4,622	4,8212	4,585	4,3988