



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE
UBERLÂNDIA**



Faculdade de Engenharia Química
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**Hidrociclones aplicados à separação sólido-líquido de
suspensões contendo: areia, esferas ocas de vidro e fluido
não-newtoniano**

DANIEL GOMIDE ALVES

Uberlândia – MG

2019



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
Faculdade de Engenharia Química
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA



Hidrociclones aplicados à separação sólido-líquido de
suspensões contendo: areia, esferas ocas de vidro e fluido
não-newtoniano

Daniel Gomide Alves

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

Uberlândia – MG

2019

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

A474h
2019 Alves, Daniel Gomide, 1992-
 Hidrociclones aplicados à separação sólido-líquido de suspensões
 contendo [recurso eletrônico]: areia, esferas ocas de vidro e fluido não-
 newtoniano / Daniel Gomide Alves. - 2019.

 Orientador: Carlos Henrique Ataíde.
 Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química.
 Modo de acesso: Internet.
 Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.di.2019.52>
 Inclui bibliografia.
 Inclui ilustrações.

 1. Engenharia química. 2. Hidrociclone. 3. Poços de petróleo -
 Fluidos de perfuração. 4. Separação (Tecnologia). I. Ataíde, Carlos
 Henrique, 1956-, (Orient.). II. Universidade Federal de Uberlândia.
 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. III. Título.

CDU: 66.0

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA QUÍMICA, EM 26 de fevereiro de 2019.

BANCA EXAMINADORA

Prof^o. Dr. Carlos Henrique Ataíde
Orientador - PPGEQ/UFU

Prof^o. Dr Ricardo Corrêa de Santana
FEQUI/UFU

Prof^a. Dra Cássia Regina Cardoso
Departamento de Engenharia de Alimentos/ UFTM

Prof^a. Dra Isabele Cristina Bicalho
(DEG/ UFLA)

Agradecimentos

Aos meus pais, meus maiores exemplos, pelo carinho, apoio e por sempre investirem em minha educação.

Ao Thiti, Rapha e Ana Paula, por todos os conselhos, suporte e amizade.

A Carol que me acompanhou desde a graduação até o final dessa etapa. Obrigado pela paciência, companheirismo e amor.

Aos amigos de laboratório Davi, Fernando, Amanda, Jéssica, Anderson, Ana, Thais, Felipe, Vinícius, Giovanni, Letícia, José Alair, Joaquim Moroni, por sempre estarem dispostos a ajudar, muitas dificuldades da pesquisa foram superados com ajudas de vocês.

A minha família e meus amigos por sempre estarem ao meu lado.

A todos os professores da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia por todo conhecimento e ensinamentos durante esses anos. Em especial ao meu orientador Carlos Henrique Ataíde, obrigado pela dedicação, paciência, entusiasmo durante esses dois anos de trabalho juntos.

A Capes, Petrobras e 3M pelo suporte financeiro e de materiais para a realização da pesquisa.

A Deus por me permitir superar todos esses desafios ao longo desses dois anos.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	iii
LISTA DE TABELAS	v
LISTA DE SÍMBOLOS	vi
RESUMO	ix
ABSTRACT	x
CAPÍTULO 1- Introdução.....	1
CAPÍTULO 2- Revisão Bibliográfica	6
2.1- Fluido de perfuração	6
2.1.1- Reologia do fluido de perfuração	7
2.2- Perfuração com duplo gradiente (DG)	11
2.2.1- <i>Riserless</i>	14
2.2.2- Sistema <i>gas-lift</i>	15
2.2.3 Sistema com injeção de partículas sólidas leves	15
2.3- Novas propostas de perfuração utilizando microesferas ocas de vidro.....	18
2.4- Sistema de controle de sólidos	19
2.5- Hidrociclones	22
2.5.1- O escoamento em hidrociclones.....	25
2.5.2- Regimes de operação de hidrociclones	28
2.5.3- Variáveis de interesse e conceitos fundamentais	29
2.5.3.1- Concentração mássica	30
2.5.3.2- Vazões volumétricas	30
2.5.3.3 Eficiência total de separação	31
2.5.3.4- Razão de líquido.....	31
2.5.3.5- Eficiência total reduzida.....	32
2.5.3.6- Capacidade concentradora.....	32
2.5.3.7- Eficiência granulométrica, eficiência granulométrica reduzida, diâmetro de corte e diâmetro de corte reduzido	32
2.5.4- Estudos de mini-hidrociclones publicados na literatura.....	33
CAPÍTULO 3- Material e Métodos.....	36
3.1- Unidade experimental	36
3.2- Hidrociclones	37
3.3- Material particulado	38
3.3.1- Areia	38
3.3.2 Esferas ocas de vidro	39
3.4- Fluido pseudoplástico.....	41
3.5- Planejamento experimental para seleção do hidrociclone.....	43
3.6- Planejamento experimental para determinação de arraste de esferas	45
3.7- Procedimentos experimentais.....	47
3.7.1- Caracterização do material	47
3.7.1.1- Análises granulométricas	47
3.7.1.2- Determinação da densidade real dos materiais particulados.....	48
3.7.1.3- Análise morfológica das esferas.....	49
3.7.2- Procedimento adotados nos ensaios de hidrociclonagem	49
3.7.2.1- Seleção do hidrociclone	49
3.7.2.2- Determinação da ocorrência do arraste de esferas	51

3.7.3- Procedimento adotado para determinação das concentrações mássicas de esferas e areia nas correntes coletadas.....	52
CAPÍTULO 4- Resultados e Discussões	54
4.1- Resultados obtidos para seleção do hidrociclone	54
4.1.1- Verificação dos modelos propostos	59
4.1.2- Relação entre razão de líquido e eficiência total de separação de esferas para os experimentos de seleção do hidrociclone	62
4.1.3- Determinação da configuração do hidrociclone.....	63
4.2- Resultados obtidos para determinação do arraste de esferas.....	64
CAPÍTULO 5- Conclusões.....	69
5.1- Conclusões do estudo da seleção do hidrociclone	69
5.2- Conclusões do estudo da ocorrência do arraste de esferas.....	69
5.3- Sugestões para trabalhos futuros	70
CAPÍTULO 6- Referências Bibliográficas.....	71
APÊNDICE A- Distribuição granulométrica da areia utilizada.....	76
APÊNDICE B- Distribuição granulométrica das esferas utilizadas.....	77
APÊNDICE C- Resultados obtidos nos experimentos de seleção do hidrociclone	78
APÊNDICE D- Resultados obtidos nos experimentos de determinação do arraste de esferas	79
APÊNDICE E- Interface gráfica e diagrama de blocos do sistema de controle utilizado.....	80
APÊNDICE F- Análise gráfica dos resíduos.....	82
APÊNDICE G- Certificado de calibração do MasterSizer 2000.....	85

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1- Esquema da perfuração convencional marítima	2
Figura 1.2- Janela de Operação	3
Figura 2.1- Curvas de tensão de cisalhamento em função taxa de deformação para diferentes modelos reológicos	8
Figura 2.2 - Perfil de pressão no poço para perfuração tradicional e duplo gradiente	12
Figura 2.3- Número teórico de colunas de revestimento na perfuração com gradiente simples	13
Figura 2.4- Número teórico de colunas de revestimento na perfuração com duplo gradiente	13
Figura 2.5- Diferentes técnicas de perfuração com duplo gradiente	14
Figura 2.6- Sistema de perfuração com duplo gradiente utilizando esferas ocas desenvolvido por Maurer Technology Inc	16
Figura 2.7- Ilustração de uma microesfera de vidro oca	18
Figura 2.8- Esquema de uma planta de controle de sólidos brasileira	20
Figura 2.9- Faixas típicas de tamanho de partículas e equipamentos usuais no controle de sólidos na perfuração de poços de petróleo de gás	22
Figura 2.10- Escoamento e dimensões características de um hidrociclone	23
Figura 2.11- (a) Perfil de velocidades axiais em um hidrociclone; (b) Perfil de velocidades radiais em um hidrociclone	26
Figura 2.12- Perfil de velocidades tangenciais em um hidrociclone	27
Figura 2.13- Dinâmica das forças atuantes em um hidrociclone e a distribuição de velocidades dentro de um hidrociclone	28
Figura 2.14- Regimes de operação de hidrociclone	29
Figura 3.1- Unidade experimental	36
Figura 3.2- Esquema hidrociclones modulares	37
Figura 3.3- Análise granulométrica da areia	39
Figura 3.4- Manutenção das propriedades das esferas em função da pressão	39
Figura 3.5- Análise granulométrica das esferas HGS16K46	40
Figura 3.6- Imagem das esferas HGS19k46 obtida pela técnica de microscopia eletrônica de varredura	40
Figura 3.7- Distribuição granulométrica das esferas e da areia	41
Figura 3.8- Reograma da solução aquosa com 0,6 % (em massa) de goma xantana	42

Figura 3.9- Viscosidade dinâmica da solução em função da taxa de cisalhamento.	43
Figura 3.10- Densidade de diferentes fluidos utilizados na perfuração	46
Figura 3.11 –Procedimento para determinação das massas de areia e esferas da amostra.....	53
Figura 4.1- Superfícies de resposta para capacidade (W_a).....	56
Figura 4.2- Superfícies de respostas para razão de líquido (R_L)	58
Figura 4.3- Superfícies de respostas para eficiência total de separação de esferas	59
Figura 4.4- Valores preditos e observados para capacidade.....	60
Figura 4.5- Valores preditos e observados para razão de líquido.....	60
Figura 4.6- Valores preditos e observados eficiência total de separação de esferas	61
Figura 4.7- Eficiências de separação de área obtidas e os respectivos erros padrão	62
Figura 4.8- Eficiência total de separação de esferas em função da razão de líquido para os experimentos de seleção o hidrociclone	63
Figura 4.9- Capacidade para diferentes pressões e concentrações volumétricas da areia.....	65
Figura 4.10- Eficiência total de separação da areia para diferentes pressões e concentrações volumétricas de areia	66
Figura 4.11- Eficiência total de separação em função da razão de líquido para os experimentos de determinação do arraste de esferas	67
Figura 4.12- (a) regime spray (1% areia); (b) descarga combinada (5% areia); (c) regime corda (9% areia).....	68
Figura E.1- Interface gráfica do sistema de controle.....	80
Figura E2- Diagrama de blocos do sistema de controle	81
Figura F1- Resíduos em função dos valores preditos para capacidade	82
Figura F.2- Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para capacidade	82
Figura F.3- Resíduos em função dos valores preditos para eficiência de esferas	83
Figura F.4- Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para eficiência de esferas.....	83
Figura F.5- Resíduos em função dos valores preditos para razão de líquido	84
Figura F.6- Gráfico probabilidade normal dos resíduos para razão de líquido.	84
Figura G.1- Primeira pagina do certificado de calibração do MasterSizer 2000	85
Figura G.2- Segunda página do certificado de calibração do MasterSizer 2000	86

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1- Níveis dos fatores que compõem o planejamento de seleção do hidrociclone	43
Tabela 3.2- Planejamento fatorial 3^k	45
Tabela 3.3- Níveis dos fatores que compõem o planejamento para determinação do arraste de esferas para corrente de <i>underflow</i>	46
Tabela 3.4- Planejamento para determinação do arraste de esferas	47
Tabela 4.1- Configuração da geométrica do hidrociclone selecionado.....	63
Tabela A.1- Distribuição granulométrica da areia.....	76
Tabela B.1- Distribuição granulométrica das esferas ocas de vidro.....	77
Tabela C.1- Resultados obtidos no planejamento de seleção do hidrociclone.....	78
Tabela D.1- Resultados obtidos no planejamento de determinação do arraste de esferas	79

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolos latinos

C_c	Capacidade concentradora
$C_{v_{\text{areia}}}$	Concentração volumétrica de areia na alimentação
C_{w_a}	Concentração mássica de sólidos na alimentação
$C_{w_{a_{\text{areia}}}}$	Concentração mássica da areia na corrente de alimentação
$C_{w_{a_{\text{esfera}}}}$	Concentração mássica de esferas na corrente de alimentação
$C_{w_{o_{\text{esfera}}}}$	Concentração mássica de esferas na corrente de <i>overflow</i>
C_{w_u}	Concentração mássica de sólidos na corrente de <i>underflow</i>
$C_{w_{u_{\text{areia}}}}$	Concentração mássica da areia na corrente de <i>underflow</i>
d	Diâmetro da partícula
d'_{50}	Diâmetro de corte reduzido
d_{50}	Diâmetro de corte
D_c	Diâmetro da região cilíndrica
D_i	Diâmetro da alimentação
D_o	Diâmetro do <i>vortex finder</i>
D_u	Diâmetro de abertura do <i>underflow</i>
$\frac{dv}{dx}$	Gradiente de velocidade
$G(d)$	Eficiência granulométrica
$G'(d)$	Eficiência granulométrica reduzida
H	Altura total (poço + <i>riser</i>)
H_p	Altura do poço
H_r	Altura do <i>riser</i>
k	Índice de consistência da Equação 2.5
L	Comprimento total do hidrociclone
L_c	Comprimento da região cilíndrica do hidrociclone
L_v	Comprimento do <i>vortex finder</i>
n	Expoente da Equação 2.5

P	Pressão
Q_a	Vazão volumétrica da alimentação
Q_u	Vazão volumétrica da corrente de <i>underflow</i>
r	Raio do duto de escoamento
R_L	Razão de líquido
v	Velocidade do fluido
W_a	Vazão mássica da alimentação/ Capacidade do hidrociclone
W_o	Vazão mássica da corrente de <i>overflow</i>
W_{s_a}	Vazão mássica de sólidos na alimentação
W_{s_u}	Vazão mássica de sólidos na corrente de <i>underflow</i>
W_u	Vazão mássica da corrente de <i>underflow</i>
$X_{Cv_{areia}}$	Concentração volumétrica de areia na alimentação em sua forma codificada
X_{Du}	Diâmetro de abertura do <i>underflow</i> em sua forma codificada
X_{Lc}	Comprimento da região cilíndrica em sua forma codificada
X_P	Pressão em sua forma codificada
X_θ	Ângulo da região cônica em sua forma codificada
$\Delta X_a(d)$	Fração de sólidos com diâmetro d na corrente de alimentação
$\Delta X_u(d)$	Fração de sólidos com diâmetro d na corrente de <i>underflow</i>

Símbolos gregos

$\dot{\gamma}$	Taxa de deformação
η'	Eficiência total reduzida
η_{areia}	Eficiência total de separação da areia
$\eta_{esferas}$	Eficiência total de separação de esferas
θ	Ângulo da região cônica do hidrociclone
μ	Viscosidade
μ_a	Viscosidade aparente

μ_p	Viscosidade plástica
ρ_a	Densidade da mistura da alimentação
ρ_f	Densidade do fluido no método convencional
ρ_p	Densidade do poço
ρ_r	Densidade do fluido no <i>riser</i>
ρ_{liq}	Densidade do líquido
ρ_{sol}	Densidade do sólido
ρ_u	Densidade da mistura da corrente de <i>underflow</i>
τ	Tensão de cisalhamento
τ_0	Tensão limete de escoamento

RESUMO

Durante a perfuração de um poço de petróleo, o controle da pressão exercida pelo fluido que ocupa a região anular, formada entre a coluna de perfuração e a formação rochosa, é essencial para o sucesso da operação. Se a pressão exercida pelo fluido for menor que a pressão de poros, ocorrerá a indesejável invasão de fluidos aprisionados nesses poros para dentro do poço. Se por outro lado, a pressão exercida pelo fluido for muito alta, pode ocorrer à fratura da formação rochosa, ocasionando a penetração do fluido na formação rochosa, que em casos extremos pode levar ao colapso do poço. Na perfuração em águas profundas e ultraprofundas a dificuldade no controle da pressão no anular é ainda maior, uma vez, que muitas vezes essa faixa operacional é estreita. Para ajustar a pressão ou peso do fluido no espaço anular, tem-se muitas vezes, a necessidade de reduzir a densidade do fluido. Uma das maneiras de atingir esse objetivo é a injeção de partículas sólidas finas de baixa densidade ao fluido, sendo que esferas ocas de vidro são comumente utilizadas. A recuperação de grande parte dessas esferas, para posterior reuso, é primordial para garantir a viabilidade econômica desse procedimento. Mini-hidrociclones são equipamentos com grande potencialidade para essa aplicação por apresentarem elevada eficiência de separação, ocuparem pequeno espaço e poder processar grandes capacidades quando arrançados em baterias compactas. A proposta desse trabalho é estudar as variáveis geométricas diâmetro de *underflow*, comprimento da região cilíndrica e ângulo da região cônica em busca da seleção de uma geometria para um mini-hidrociclone com diâmetro da região cilíndrica de 30 mm, operando com um fluido pseudoplástico. Obtida a geometria foram então estudados os efeitos da pressão de entrada e da concentração volumétrica de areia nas respostas capacidade, razão de líquido, eficiência total de separação de areia e eficiência total de separação de esferas, sendo esta última resposta usada para avaliar se o arraste indesejado de esferas para corrente de *underflow* por parte da areia era significativo. A geometria selecionada apresentou alta eficiência total de separação de esferas (próximo de 80%) e de areia (94%). Os resultados do estudo do arraste de esfera demonstra que para concentrações volumétricas de areia na alimentação de 9% a eficiência total de separação de areia cai drasticamente para ordem de 68%, porém altas eficiências de separação de esferas continuam a ser atingidas, demonstrando que areia não é responsável pelo arraste significativo das esferas.

Palavras chave: Eficiência de separação, hidrociclone modular, planejamento de experimentos, fluido de perfuração, controle de densidade.

ABSTRACT

During oil well drilling, it is essential to control the pressure exerted by the fluid occupying the annular region, formed between the drill string and the sidewall of the well. If the pressure exerted by the fluid is lower than the pore pressure, there will be an undesirable invasion of fluid trapped in the pores into the well. On the other hand, if the pressure exerted by the fluid is very high, the fracture of the rock formation can occur, causing the penetration of the fluid in the rock formation, which in extreme cases can lead to the collapse of the well. The difficulty in controlling the annular pressure when drilling in deep water or ultra-deep water is even greater, since the operating window is usually narrow. In order to adjust the pressure, or weight of the drilling fluid, in the annular region, there is often a need to reduce the density of the fluid. One way to achieve this goal is to inject fine and low density particles into the fluid. Hollow glass spheres is being commonly used. The recovery of these spheres, for later reuse, is fundamental to ensure the economic viability of this method. Mini-hydrocyclones are equipment with great potential for this application because they have high separation efficiency, occupy small space and the capacity limitation can be overcome by installing compact batteries. Hence the purpose of this work is to study the geometric variables: underflow diameter, length of the cylindrical region and angle of the conical region in order to select an geometry for a mini-hydrocyclone ($D_c = 30$ mm) operating with a pseudoplastic fluid. In the geometry selected, the effects of inlet pressure and sand volumetric concentration on the capacity, liquid ratio, total sand separation efficiency and total spheres separation efficiency were evaluated to determine if spheres were undesirably dragged into the underflow by the sand. The geometry selected showed high efficiency of spheres separation (close to 80%) and sand (94%). Moreover the results demonstrate that for a high sand volumetric concentrations at feed (9%) the sand separation efficiency drops sharply to the order of 68% but high spheres separation efficiencies continue to be achieved, demonstrating that sand is not responsible for a significant drag of spheres to underflow current.

Keywords: Separation efficiency, modular hydrocyclone, experimental planning, drilling fluid, density control.

CAPÍTULO 1 - Introdução

O petróleo é o responsável por atender grande parte da demanda energética mundial, já os seus derivados exercem um papel fundamental nas indústrias farmacêuticas, químicas e de plásticos por exemplo. Outro fator relevante sobre essa riqueza é a grande influência na política e economia mundial que países onde esse recurso natural é encontrado em grande quantidade exercem. Com isso, o estudo em melhorias técnicas no processo de exploração e a descoberta de novas jazidas são dois assuntos de grande interesse para países e empresas responsáveis pela exploração desse recurso.

As primeiras descobertas e exploração de reservas de petróleo foram realizadas em terra (*onshore*). No entanto, a necessidade de atender à crescente demanda mundial por esse produto junto com um maior conhecimento em áreas como geologia e geofísica e o desenvolvimento de novas tecnologias, tornaram viável a descoberta e exploração de grandes reservatórios em ambientes marítimos (*offshore*), inicialmente em águas rasas, posteriormente em águas profundas e mais recentemente ultraprofundas como é o caso do pré-sal brasileiro (THOMAS, 2004).

Segundo o site da PETROBRAS a descoberta do pré-sal está entre as mais importantes das últimas décadas. A camada pré-sal é composta por grandes reservas de óleo leve de excelente qualidade e de alto valor comercial, colocando o Brasil em uma posição de destaque frente à crescente demanda mundial por petróleo e seus derivados. Ainda segundo o site da própria empresa a produção diária de petróleo do pré-sal subiu da média de 41 mil barris em 2010 para a faixa de mais de 1,5 milhão de barris em 2018. A empresa pontua também, que para a descoberta, perfuração e operação desses poços com segurança e eficiência, novas tecnologias foram desenvolvidas e continuam a se desenvolver em parcerias com fornecedores, universidades e centros de pesquisas.

Segundo Thomas (2004) a perfuração de um poço de petróleo é realizada por uma sonda. Na perfuração rotativa, as rochas são fragmentadas devido à rotação e o peso aplicado a uma broca situada na extremidade de uma coluna de perfuração. As rochas fragmentadas são continuamente retiradas por meio de um fluido de perfuração, sendo que o fluido é injetado por bombas no interior da coluna de perfuração e retorna à superfície através do espaço anular formado pelas paredes do poço e a coluna. No caso da perfuração marítima

convencional o fluido ainda passa no espaço anular de um grande tubo de perfuração denominado *riser*, que se estende da plataforma até o leito marinho.

Ainda segundo Thomas (2004), no processo de perfuração ao se atingir uma determinada profundidade, a coluna de perfuração é retirada e uma coluna de revestimento com um diâmetro inferior ao da broca anteriormente utilizada é descida e cimentada, com o objetivo de isolar as rochas atravessadas. Após a etapa de cimentação a coluna de perfuração é novamente descida no poço, porém, com uma broca na extremidade com diâmetro menor que a coluna de revestimento instalada. Um esquema da perfuração convencional em ambiente marinho é apresentado na Figura 1.1.

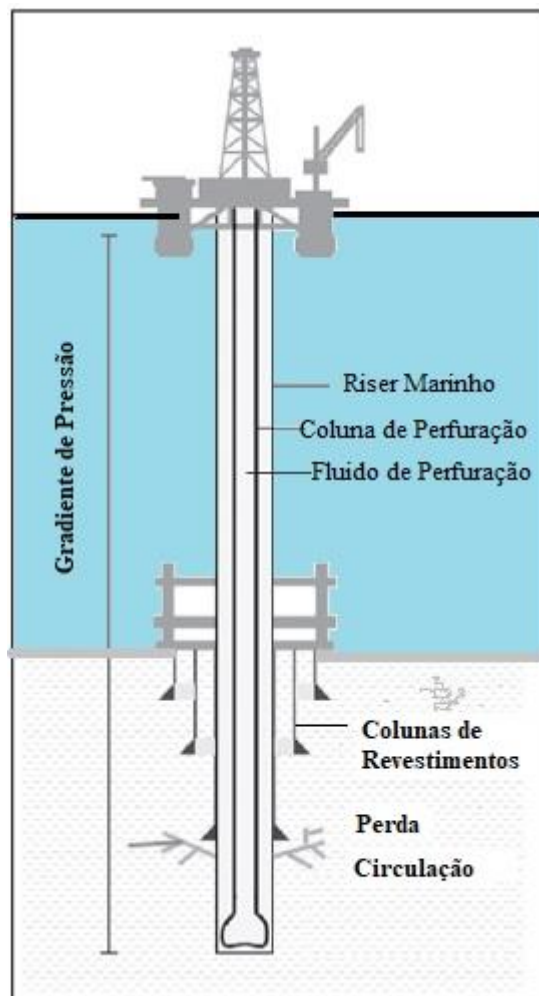


Figura 1.1-Esquema da perfuração convencional marítima. Adaptado de Rhem *et al.* (2008).

O controle da pressão na região anular entre a formação rochosa e a coluna é essencial para garantir a segurança e estabilidade do poço durante o processo de perfuração. É importante destacar que para uma operação segura a pressão exercida pelo fluido de perfuração na região anular deve ser suficientemente alta para que a pressão nos poros da

estrutura rochosa seja menor, evitando assim, a migração do fluido contido nesses poros para dentro do poço fenômeno conhecido como *kick*. No entanto, uma pressão excessivamente alta na região anular pode acarretar fraturas na formação rochosa resultando em perdas de circulação, fenômeno em que o fluido de perfuração penetra a estrutura rochosa e que em casos extremos pode levar ao colapso do poço. Assim, a pressão exercida pelo fluido na região anular deve estar preferencialmente entre esses dois limites que formam a chamada janela operacional como pode ser vista na Figura 1.2 (ROCHA; AZEVEDO, 2009).

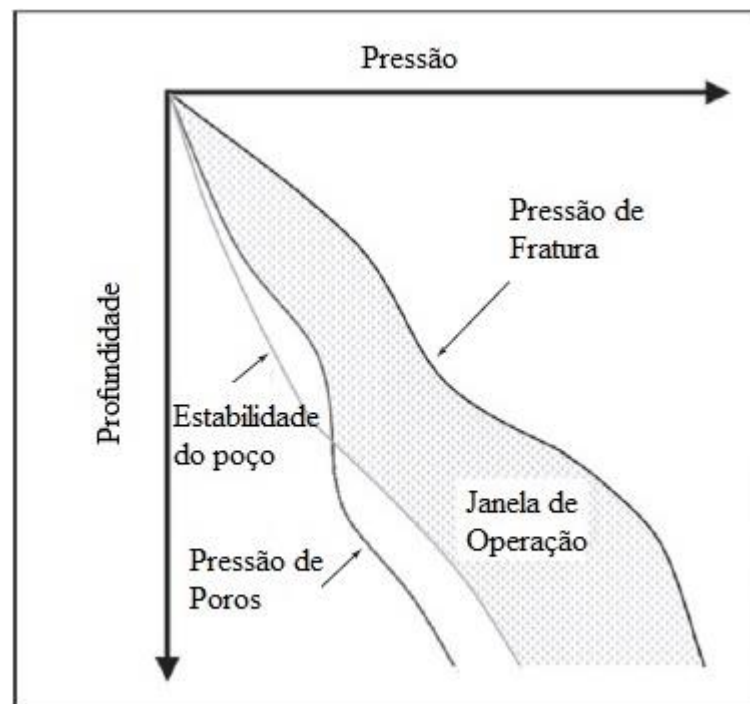


Figura 1.2- Janela de Operação. Adptado de Rhem *et al.* (2008).

A perfuração em águas profundas ou ultraprofundas é um processo muito mais complexo e caro se comparado à perfuração de poços *onshore* (exploração petrolífera em terra) e *offshore* de águas rasas. Uma das grandes dificuldades impostas durante a perfuração nesses ambientes é o fato da janela operacional ser muitas vezes estreita, sendo fundamental, portanto, um controle extremamente eficiente de pressão (PEKER, 2012).

Em operações *offshores* com grandes profundidades a perfuração utilizando o método convencional (*overbalanced drilling methods*) é difícil, uma vez, que o peso da lama no espaço anular do *riser* exerce uma pressão muito alta no fundo do poço, dificultando a manutenção da pressão dentro da faixa de segurança (AMARAL, 2008). Visando a superação desse problema, o desenvolvimento e aplicação de novos métodos alternativos se torna essencial para garantir o sucesso e a segurança no processo de perfuração. Destaca-se aqui,

dois métodos propostos o de perfuração com gerenciamento de pressão (*Managed Pressure Drilling* –MPD) e de perfuração sub-balanceada (*Underbalanced Drilling* – UBD).

Embora essas duas alternativas ofereçam o gerenciamento de pressão do poço durante a perfuração, elas se diferem tecnicamente em como esse objetivo é atingido. Enquanto a perfuração com gerenciamento de pressão (MPD) mantém a pressão de fundo do poço levemente acima ou igual à pressão de poros, buscando sempre operar dentro da janela operacional, a perfuração sub-balanceada (UBD) é planejada para garantir que a pressão no fundo do poço esteja sempre abaixo da pressão de poros, e por isso, induz o influxo de fluidos para dentro do poço, subsequentemente, para superfície (OSTROOT *et al.*, 2007).

A perfuração com gerenciamento de pressão (MPD) é definida pela IADC – *International Association of Drilling Contractors* – como: “ um processo adaptativo usado para controlar precisamente o perfil de pressão anular ao longo do poço”. O objetivo dessa técnica é determinar os limites de pressão do ambiente no fundo do poço, ou seja, delimitar a janela operacional e gerenciar a pressão exercida pelo fluido no anular do poço de acordo com o necessário para garantir uma operação segura (RHEM *et al.*, 2008).

Esse método compreende basicamente três técnicas, pressão constante de fundo de poço (*constant bottom-hole pressure* – CNHP), *pressurized mud-cap drilling* (PMCD) e duplo gradiente (*dual gradiente* – DG). Neste trabalho apenas a perfuração com duplo gradiente será abordada de forma mais detalhada.

A perfuração com duplo gradiente consiste na redução da densidade da lama presente no *riser* a valores próximos ao da densidade da água do mar, com isso, a lama apresenta dois gradientes de pressão hidrostática: um no *riser*, com valores bem próximos ao da água do mar e outro na região anular do poço (AMARAL, 2008). Uma das maneiras de se obter essa redução consiste de um sistema de injeção de partículas sólidas de baixa densidade no *riser*, sendo comumente empregada a injeção de esferas ocas.

A necessidade de novos equipamentos, que geralmente não estão presentes quando se realiza uma perfuração convencional, eleva o investimento necessário para uma perfuração utilizando essa técnica.

Assim, o desenvolvimento de esferas ocas que pudessem ser utilizadas em um processo convencional de perfuração, evitando um maior gasto com equipamentos necessários para execução do processo não convencional, tornou-se de grande interesse. Para isso ser possível, essas esferas devem possuir algumas características como, por exemplo: resistir a

altas pressões, temperaturas e ainda a altas taxas de cisalhamentos, uma vez que entram em contato direto com a broca, situação que não ocorre na perfuração em duplo gradiente.

A empresa 3M desenvolveu esferas que podem atender tais requisitos. Porém o sucesso de uma operação utilizando essas esferas não depende apenas de suas características, mas também de uma baixa perda dessas partículas nos equipamentos de separação utilizados no tratamento do cascalho, uma vez, que esfera e fluido serão injetados novamente no processo após um prévio tratamento. Se uma significativa parte é perdida nos equipamentos grandes quantidades de esferas deverão ser alimentadas ao processo para suprir essas perdas, tornando o processo inviável.

Diante disso, o objetivo do presente trabalho é estudar a aplicação de mini-hidrociclones na separação de microesferas ocas de vidro utilizadas na perfuração de poços de petróleo. Para isso, uma mistura composta por esferas, areia e um fluido viscoso, é submetida a um processo de hidrociclonagem, sendo que o resultado desejado para uma possível aplicação é que a maior parte dessas esferas saia na corrente de *overflow*, juntamente com o fluido, e a areia, que simula o cascalho, saia na corrente de *underflow* com o mínimo de esferas e fluido.

No presente trabalho buscou-se respostas para três perguntas primordiais, sendo elas:

- é possível obter uma alta recuperação de esferas utilizando mini-hidrociclones?
- O arraste de esferas por parte do cascalho (areia) é relevante?
- O arraste de esferas se torna um problema quando a solução é composta por uma alta concentração de areia?

CAPÍTULO 2 – Revisão Bibliográfica

A seção apresentada a seguir contém uma revisão, ou estado da arte, dos principais assuntos que se mostram relevantes para o entendimento e construção desse trabalho.

2.1- Fluido de perfuração

Fluidos de perfuração podem ser definidos como sendo uma mistura complexa de sólidos, líquidos, produtos químicos e, dependendo do caso, até gases. Quimicamente podem apresentar aspectos de suspensão, dispersão coloidal ou emulsão, a depender das características dos seus componentes (THOMAS, 2004).

Os diferentes fluidos de perfuração, também comumente chamados lamas de perfuração, podem ser classificados ainda a partir do seu constituinte principal, denominado fase dispersante, em: fluidos a base de água, óleo ou ar (CUNHA FILHO, 2012). A esses fluidos, ainda são incorporados aditivos que são responsáveis por controlar uma ou mais propriedades de interesse. Diante disso, segundo Caenn *et al.* (2011) todos os fluidos de perfuração são compostos por:

- fluido base: água, óleo ou ar;
- sólidos: ativos e inertes;
- aditivos para manter certas propriedades desejadas.

As propriedades mantidas pelos aditivos podem ser classificadas como controle de:

- peso da lama – densidade;
- viscosidade – espessamento, diluição, modificações na reologia;
- perda de fluido – filtrado, infiltração, perda de circulação;
- atividade química – alcalinidade, pH, lubrificação, emulsificação, etc.

A escolha de um fluido apropriado às condições de perfuração é de grande importância para o sucesso da operação de perfuração e para garantir uma operação rápida e segura (BLEIER, 1990). Segundo Canuto (2016) as principais funções de um fluido de perfuração são:

- remover e transportar os cascalhos gerados do poço;
- controlar as pressões da formação;

- manter os sólidos em suspensão, quando ocorrer paradas;
- manter a estabilidade do poço;
- minimizar os danos a formação produtora;
- limpar e resfriar a broca e lubrificar a coluna;
- transmitir potência hidráulica para equipamentos e a broca;
- facilitar a cimentação e complementação do poço;
- minimizar o impacto ambiental, *etc.*

2.1.1- Reologia do fluido de perfuração

A reologia é a parte da ciência que estuda o comportamento do escoamento e deformação de qualquer tipo de material sendo ele gás, sólido ou líquido (TATAR *et al.*, 2017). Apesar de estudar todos os tipos de materiais, obteve o seu maior desenvolvimento no estudo do comportamento de escoamento de suspensões em tubo e outros condutos (CAENN *et al.*, 2011). Segundo Mitchell (2007), o comportamento de um fluido durante o seu escoamento é governado pelo regime que se encontra, existindo basicamente dois tipos de regime, o fluxo laminar e o turbulento, sendo:

- 1- regime laminar: prevalece a baixas velocidades. O escoamento é ordenado e a relação pressão-velocidade é função das propriedades viscosas do fluido;
- 2- regime turbulento: prevalece a altas velocidades. O escoamento é desordenado sendo governado principalmente pelas propriedades inerciais do fluido escoando, sendo as equações de fluxo empíricas.

Ainda segundo Mitchell (2007), em regime laminar as equações que relacionam o comportamento de fluxo com as características do fluido, são baseadas em certos modelos reológicos. Um fluido pode ser caracterizado como sendo, por exemplo, um fluido newtoniano, pseudoplástico, plástico de Bingham, fluido de Herschel-Bulkey.

Os tipos de fluidos são geralmente representados em gráficos que relacionam a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação, também denominados reogramas, como pode ser visto na Figura 2.1.

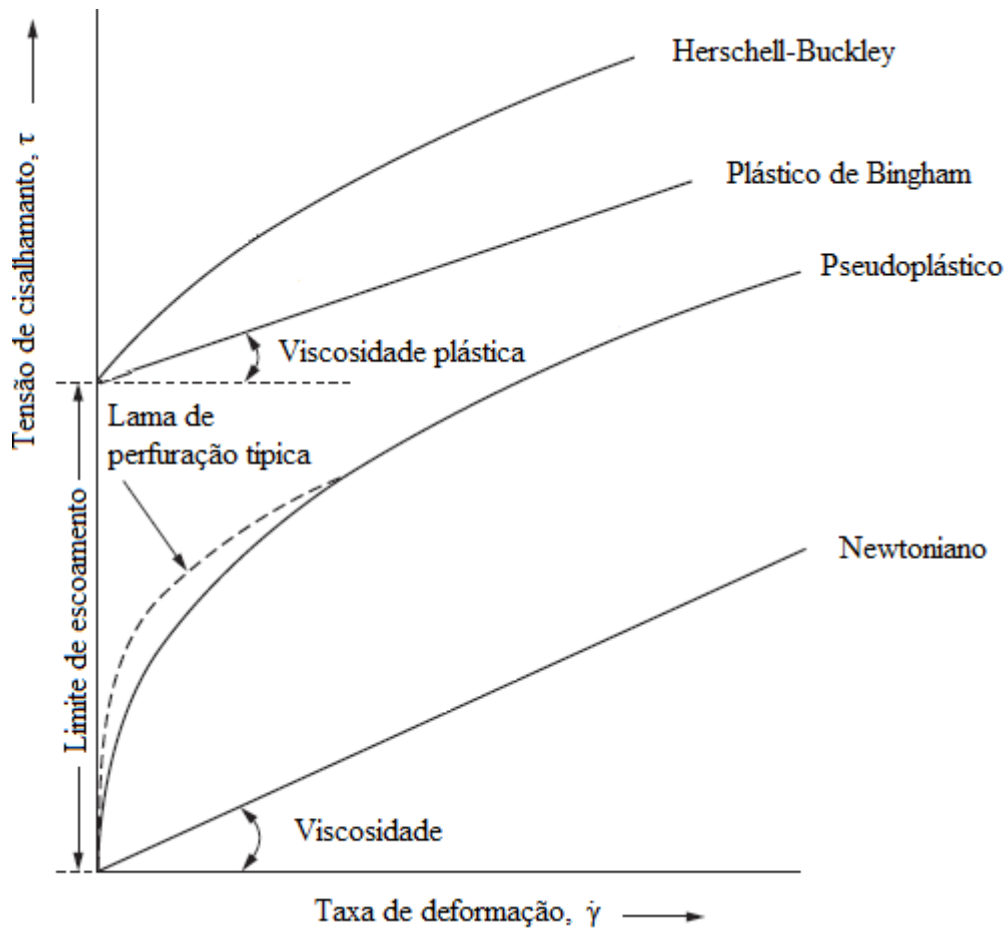


Figura 2.1-Curvas de tensão de cisalhamento em função taxa de deformação para diferentes modelos reológicos. Adaptado de: Caenn, (2001).

A tensão de cisalhamento representa a força por unidade de área de cisalhamento, sendo expressa em função do gradiente de velocidade conforme a Equação 2.1 para fluido newtoniano.

$$\tau = -\mu \frac{dv}{dx} \quad (2.1)$$

Em que μ é a viscosidade e $\frac{dv}{dx}$ é o gradiente de velocidade.

Na Equação 2.1 o sinal negativo deve-se ao fato do transporte de momento ocorrer no sentido contrário ao do gradiente de velocidade, ou seja, o transporte ocorre no sentido de maior para menor velocidade (MITCHELL, 2007).

O modulo do gradiente de velocidade é denominado taxa de deformação, sendo definido de acordo com a Equação 2.2:

$$\dot{\gamma} = \left[\frac{dv}{dx} \right] \quad (2.2)$$

com isso, a Equação 2.1 pode ser reescrita na forma da Equação 2.3, válida pra fluidos newtonianos.

$$\tau = -\mu\dot{\gamma} \quad (2.3)$$

A viscosidade é uma propriedade que representa a resistência de um fluido ao escoamento. Quando a viscosidade de um fluido é independente da taxa de deformação ($\dot{\gamma}$), o fluido é denominado newtoniano. Como apresentado na Figura 2.1 fluidos newtonianos apresentam um comportamento linear quando se plota tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação (MITCHELL, 2007). O símbolo, μ , sem nenhum subscripto é utilizado nesse trabalho para representar a viscosidade de um fluido Newtoniano.

A grande maioria dos fluidos utilizados nas operações de perfuração e cimentação de um poço apresenta comportamento de fluidos não newtonianos. Nesses fluidos a viscosidade é dependente da taxa de deformação, ou equivalentemente, da tensão de cisalhamento a que estão submetidos. De acordo com Mitchell (2007), fluidos não newtonianos podem ser divididos em três categorias gerais:

- 1- a viscosidade do fluido é independente do tempo;
- 2- a viscosidade do fluido é dependente do tempo, podendo ser tixotrópico ou reopético;
- 3- o fluido exibe algumas propriedades que são características de sólidos.

Todos os tipos de fluidos apresentados na Figura 2.1 são independentes do tempo. Fluidos denominados plásticos de Bingham, requerem uma tensão finita, τ_0 , denominada tensão limite de escoamento ou tensão crítica, para escoarem. Em uma tensão menor que τ_0 , o fluido se comporta como sólido e não escoam. Como apresentado na Figura 2.1 aplicada uma tensão maior que a tensão limite, esses fluidos apresentam um comportamento linear quando visualiza a relação entre tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. O modelo matemático é dado pela Equação 2.4.

$$\tau = \tau_0 + \mu_p\dot{\gamma} \quad (2.4)$$

Em que os parâmetros τ_0 e μ_p representam, respectivamente, a tensão limite de escoamento e a viscosidade plástica.

Fluidos pseudoplásticos ou dilatantes, por sua vez, não apresentam tensão crítica sendo, portanto, bem representados pela lei de potência ou equação de Ostwald de Waele, representado pela Equação 2.5.

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (2.5)$$

Em que k é o índice de consistência e n é o expoente, que para fluidos pseudoplásticos assume valores entre $0 < n < 1$ e para fluidos dilatantes $n > 1$.

Define-se viscosidade aparente, μ_a , pela Equação 2.6 como:

$$\mu_a = k\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2.6)$$

para fluido pseudoplásticos a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação, já para fluidos dilatantes, como $n > 1$, a viscosidade aparente aumenta com o aumento da taxa de deformação.

Outro modelo apresentado na Figura 2.1 e bastante utilizado para descrever o comportamento de fluidos utilizados na perfuração de poços é o modelo de Herschel-Bulkley. Fluidos que são descritos por esse modelo apresentam uma tensão crítica, em que aplicada uma tensão menor que a limite o fluido não escoar, e quando uma tensão maior que a limite é aplicada, seguem uma lei de potência. Esse modelo é representado pela Equação 2.7.

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad (2.7)$$

Onde τ_0 , k e n representam a tensão crítica, índice de consistência e o expoente da lei de potência, respectivamente.

Alguns fluidos de perfuração desenvolvem ainda uma estrutura gel reversível quando estão em repouso. Este estado semirrígido adquirido pelo fluido deve-se, principalmente, as interações elétricas formadas entre partículas dispersas no fluido (CAENN *et al.*, 2011).

A força gel de alguns fluidos, como aqueles compostos de água doce e argila, aumenta com o tempo após a agitação ser interrompida, fenômenos característicos de fluidos tixotrópicos. Se esses fluidos, após algum tempo de repouso, forem submetidos a uma taxa de cisalhamento constante, a estrutura gel será quebrada e sua viscosidade diminuirá com o tempo até se alcançar a viscosidade de equilíbrio. Com isso, um fluido tixotrópico apresenta a sua viscosidade efetiva dependente não apenas da taxa de deformação, mas também do tempo (CAENN *et al.*, 2011).

A força gel é medida utilizando-se um viscosímetro rotacional sendo o procedimento padrão apresentado na norma API RP13B-1. A força gel inicial é um parâmetro que mede a tensão necessária para colocar o fluido em movimento após um repouso de 10 s. A força gel final, por sua vez, é medida após um intervalo de repouso de 10 min. A diferença entre essas duas grandezas indica a capacidade do fluido de gelificar com o tempo. Medidas após 30 min e após 4 h de repouso também são comumente realizadas na indústria do petróleo (MITCHELL, 2007).

A força gel ideal de um fluido de perfuração deve ser apenas alta o suficiente para manter em suspensão a barita e o cascalho em uma eventual parada. Uma força gel excessivamente alta não é desejável, uma vez, que dificulta a separação na superfície do cascalho e dos gases presentes no fluido, e ainda, aumenta muito a pressão necessária para restabelecer a circulação após uma parada. A força gel, quando muito alta, pode ser reduzida com um agente anti-espessante, como a lignina solubilizada, ou aumentada, quando muito baixa, com adição de bentonita ou outro agente espessante (CAENN *et al.*, 2011).

2.2- Perfuração com duplo gradiente (DG)

As dificuldades técnicas e os altos custos envolvidos na exploração e perfuração de petróleo e gás em águas ultraprofundas limita a execução de muitos projetos nessa área. Em vista disso, o método de perfuração com duplo gradiente (DG) tem sido proposto para viabilizar uma operação mais simples, segura e econômica, aumentando assim, a exploração de recursos encontrados em grandes profundidades (STANISLAWEK e SMITH, 2006).

Na técnica de duplo gradiente a pressão dentro do poço é a soma de dois gradientes de pressão sendo, um exercido pela lama menos densa que se encontra entre o leito marinho e a superfície e o outro pela lama mais densa que se encontra dentro do poço. Um esquema ilustrativo da pressão de fundo de poço – *bottom-hole pressure* (BHP) – em função da densidade e profundidade é apresentado na Figura 2.2.

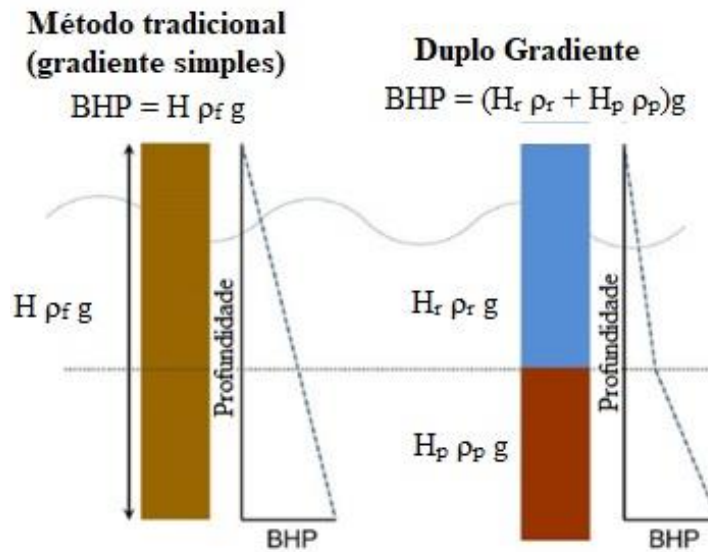


Figura 2.2- Perfil de pressão no poço para perfuração tradicional e duplo gradiente. Adaptado de Cohen *et al.* (2015).

Segundo Rhem *et al.* (2008) a implementação da perfuração com duplo gradiente fornece soluções para alguns graves problemas enfrentados na perfuração de um poço, sendo que as principais vantagens de sua aplicação são:

- diminuir o número total de colunas de revestimentos requeridas e consequentemente, minimizar a redução do diâmetro do poço;
- reduzir o tempo não produtivo (*nonproductive-time* – NPT) associado ao aprisionamento de tubos;
- evitar influxo de fluidos para dentro do poço (*kicks*);
- limitar a perda de circulação;
- aumentar a taxa de penetração;
- solucionar alguns problemas associados à perda de circulação em perfuração em águas profundas.

A redução do número total de colunas de revestimento necessárias na perfuração de um poço quando se emprega a técnica de duplo gradiente é de interesse comercial, uma vez que o revestimento é uma das etapas mais caras envolvidas em uma perfuração. Sua parcela no custo total pode atingir cerca de 15% a 20% em operações no mar e até 50% em terra (THOMAS, 2004).

O número e o comprimento das colunas de revestimentos são determinados em função das pressões de poros e de fratura previstas. Essas medidas indicam o risco de aprisionamento da coluna por diferença de pressão, ocorrência de *kicks*, desmoronamento das paredes de poço

ou a perda de fluido para a formação (THOMAS, 2004). A Figura 2.3 apresenta o gradiente de pressão e o número teórico de colunas de revestimento para alcançar uma profundidade objetivo. A Figura 2.4 apresenta o gradiente de pressão e o número teórico de colunas de revestimento quando se emprega a técnica de duplo gradiente.

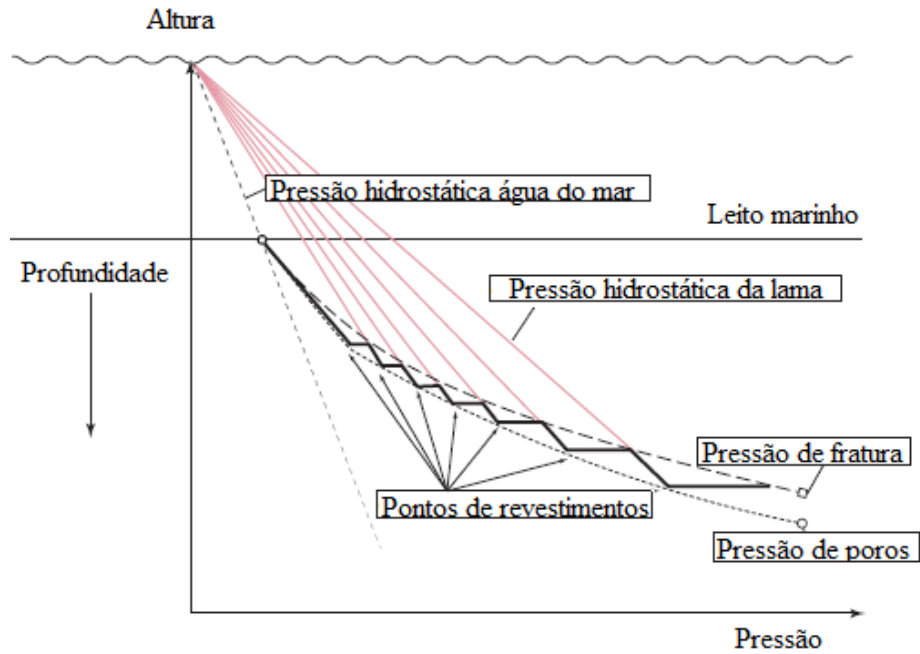


Figura 2.3- Número teórico de colunas de revestimento na perfuração com gradiente simples.

Adaptado de Fossum, (2013).

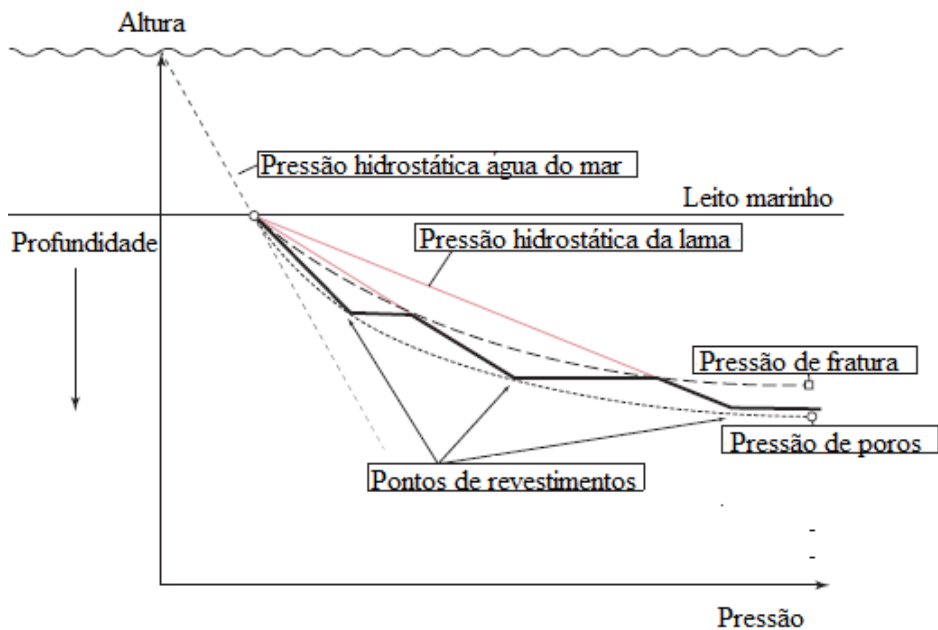


Figura 2.4- Número teórico de colunas de revestimento na perfuração com duplo gradiente. Adaptado de Fossum, (2013).

A redução da densidade da lama de perfuração para valores próximos a da água do mar pode ser feita utilizando-se três diferentes técnicas, sendo elas: a injeção de partículas sólidas de baixa densidade na base do *riser*, a injeção de gás também na base do *riser* – técnica denominada *gas-lift* – e o bombeamento da lama de perfuração, através de uma tubulação de menor diâmetro, para a superfície técnica conhecida como *riserless system* (COHEN e DESKINS, 2006). Um esquema dessas técnicas é apresentado na Figura 2.5.

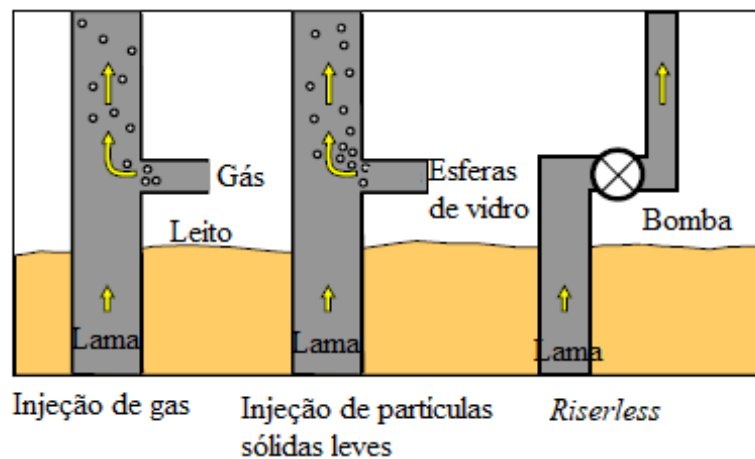


Figura 2.5- Diferentes técnicas de perfuração com duplo gradiente. Adaptado de Cohen; Deskins, (2006).

2.2.1 - *Riserless*

No sistema de perfuração *riserless*, como o próprio nome já indica, a necessidade de um *riser* é eliminada. Bombas tríplices, centrífugas, elétricas submersíveis ou de diafragmas localizadas no leito marinho são responsáveis pela elevação da lama de perfuração a superfície através de uma tubulação (MAURER *et al.*, 2001).

Segundo Cohen e Deskins (2006) pelo menos três grupos desenvolveram esse tipo de técnica de duplo gradiente sendo eles: *Shell E&P's Subsea Pumping System*, *Conoco-led Subsea Mudlift Drilling JIPs* e *Baker-Transocean's DeepVision System*. Todos eles são baseados na presença de um sistema de bombeamento no leito marinho, diferindo significativamente apenas nos projetos dos módulos submersos (COHEN e DESKINS, 2006).

Embora esse sistema proporcione uma maior flexibilidade na solução de algumas situações de perfuração, alguns fatores limitam a sua utilização, como os altos custos envolvidos na sua implementação e as dificuldades de operação e manutenção das bombas, que operam no fundo do mar (MAURERER *et al.*, 2001).

2.2.2 – Sistema *Gas-lift*

No sistema *gas-lift*, gás, geralmente nitrogênio, é injetado para dentro do *riser* a partir de sua base, reduzindo assim, a densidade da lama de perfuração que se encontra dentro do *riser*. A implementação dessa técnica apresenta alguns desafios como: o alto custo de compressores e do gás nitrogênio, que podem encarecer o custo de perfuração na ordem de \$20.000 – \$30.000 por dia, problemas com corrosão, o fato da compressibilidade do gás causar um gradiente de pressão não linear e a dificuldade na desgaseificação do fluido para sua posterior reinjeção para dentro do poço (COHEN e DESKINS, 2006; MEDLEY *et al.*, 1995).

2.2.3 – Sistema com injeção de partículas sólidas leves

Nesse sistema partículas sólidas de baixa densidade são injetadas para dentro do *riser* a partir de uma base, objetivando diminuir a densidade da lama que retorna por esse duto. É uma técnica muito similar ao sistema *gas-lift*, apresentando como vantagem o fator de não requerer grandes gastos com compressores e nitrogênio. Outra grande vantagem é o fato de gerar um gradiente de pressão linear, uma vez, que essas partículas são incompressíveis. O emprego de esferas ocas de diversos materiais como vidro, compósitos, plásticos entre outro tem sido investigados (MAURER *et al.*, 2001).

O uso de esferas ocas de vidro – *hollow glass spheres* (HGS) – na criação de uma lama de baixa densidade tem sido amplamente investigado, seja para aplicação na técnica de perfuração sub-balanceada (*Underbalanced Drilling* – UBD) ou para a de duplo gradiente. A principal vantagem do uso dessas esferas é o fato delas serem um aditivo inerte, ou seja, exerce a função de reduzir a densidade da lama de perfuração sem afetar outras propriedades da composição da lama. Outra grande vantagem é que a sua utilização não exige nenhum equipamento extra ou um maior treinamento dos operadores. Apesar dessas vantagens, o uso de esferas ocas de vidro em perfuração é ainda tratado como uma tecnologia recém-chegada, por isso, uma investigação extensiva sobre a sua utilização como agente redutor de densidade do fluido de perfuração ainda é necessária (HALKYARD *et al.*, 2014; ALBAHRANI *et al.*, 2017).

O primeiro grande estudo no desenvolvimento de uma técnica economicamente viável de duplo gradiente envolvendo o uso de esferas ocas como agentes redutores de densidade foi conduzido a partir de um projeto industrial conjunto – *joint industry-project* (JIP) – proposto pela empresa Maurer Technology Inc. Durante a primeira fase desse projeto uma grande

variedade de configurações foram estudadas pelos pesquisadores sendo a configuração selecionada a apresentada na Figura 2.6 (COHEN e DESKINS, 2006).

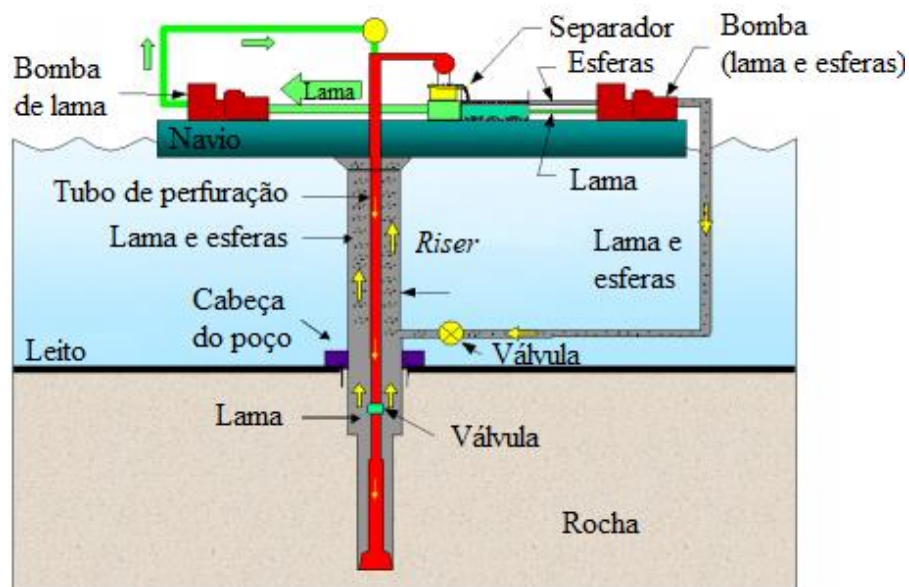


Figura 2.6- Sistema de perfuração com duplo gradiente utilizando esferas ocas desenvolvido por Maurer Technology Inc. Adaptado de Maurer *et al.* (2003).

Cohen e Deskin (2006), apontam que embora o conceito seja simples, essa tecnologia apresenta alguns desafios como:

- o desenvolvimento de esferas que suportem condições extremas;
- a determinação dos efeitos que essas esferas causam na reologia do fluido de perfuração, e com isso, determinar modelos de comportamento reológico;
- o desenvolvimento de bombas capazes de bombear fluido que contém essas esferas;
- o desenvolvimento de equipamentos capazes de entregar grandes quantidades dessas esferas no *riser* próximo ao assoalho marinho;
- o desenvolvimento do procedimento de controle de poços quando essas esferas são utilizadas;
- o desenvolvimento de métodos para separar essas esferas do fluido de maneira rápida e eficiente.

Nos últimos anos, métodos para superar esses desafios estão sendo estudados. Com objetivo de avaliar a degradação de esferas de compósitos da marca 3M de 2 e 3 mm, Maurer *et al.* (2003) realizaram um experimento em que esferas de vidro na concentração de 25% em volume e um fluido de perfuração a base de água foram continuamente circulados em um

poço teste. Após 8 h de funcionamento, não foi encontrado qualquer problema em bombas e outros equipamentos utilizados e nenhuma degradação nas esferas foi notada.

O efeito das esferas de vidro na reologia do fluido de perfuração foi objeto de estudo de Kutlu (2013). Segundo o autor, os resultados obtidos demonstraram que o comportamento reológico do fluido misturado com esferas não difere muito do comportamento do fluido de perfuração convencional. A mesma observação foi feita por Maurer *et al.* (2001) em que a maioria dos fluidos testados com esferas ocas de vidro apresentou o comportamento reológico parecido com o fluido padrão, ocorrendo apenas o aumento da viscosidade quando se aumentava a concentração de esferas ou cascalho na mistura. Os autores observaram também, que com altas concentrações de sólidos, seja cascalho ou esfera, algumas salmouras (CaCl_2 e CaBr_2) exibiram um comportamento reológico não usual.

Para a implementação desse sistema de duplo gradiente representado na Figura 2.6 necessariamente todas as esferas devem ser separadas da lama de perfuração quando essa lama retorna para o navio ou plataforma. Depois de separadas, essas esferas podem ser circuladas e injetadas na base do *riser* novamente, enquanto o fluido de perfuração sem a presença de esferas é circulado através da coluna de perfuração (COHEN e DESKINS, 2006). Com isso, essa separação é um objeto de estudo de grande interesse.

Os diâmetros de microesferas ocas de vidro comerciais variam de 8 a 125 microns. Peneiras vibratórias convencionais utilizadas no tratamento da lama de perfuração apresentam telas de 20 a 80 mesh (762 a 177 microns), ou seja, a separação efetiva não pode ser alcançada utilizando esse equipamento (HALKYARD *et al.*, 2014).

Devido a grande dificuldade na separação de microesferas ocas de vidro da lama de perfuração o desenvolvimento de esferas maiores, com diâmetros que variam de 2 a 3 mm, que possam ser facilmente separadas por peneiras vibratórias convencionais foi considerado no projeto industrial conjunto, proposto pela Maurer Technology Inc. Segundo a companhia isso garantiria uma separação de 100% das esferas e asseguraria a não circulação de nenhuma esfera para dentro da coluna de perfuração evitando assim, problemas no controle de poço (MAURER *et al.*, 2001).

De acordo com Maurer *et al.* (2001) testes demonstraram que hidrociclones convencionais podem separar efetivamente todas as esferas de vidro maiores da lama de perfuração, mas não nas altas vazões requeridas em operação *offshores* (800 a 1200 gpm). Nos testes os fragmentos de rochas mais pesados que as esferas eram coletados no *underflow* enquanto as esferas e a maior parte do fluido compunham a corrente de *overflow*.

A partir dos resultados de Maurer *et al.* (2001), visando à separação total das esferas desenvolvidas nas altas vazões requeridas em operação, um hidrociclone maior, de 12 in, foi testado em uma segunda fase do projeto. Nos testes dois diferentes fluidos, um a base de água e um a base de óleo sintético contendo cada 20% em volume de esferas e 3% em volume de cascalho foram utilizados. Eficiências de 100% foram alcançadas em todas as condições estudadas (MAURER *et al.*, 2003).

2.3 – Novas propostas de perfuração utilizando microesferas ocas de vidro

Como visto na seção anterior, a utilização da técnica de duplo gradiente requer a instalação de equipamentos que não estão presentes na perfuração convencional. Como grande parte do aparato de perfuração é alugado pelas empresas exploradoras, o custo com aluguel e manutenção de equipamentos é maior quando se utiliza esse método não convencional de perfuração.

A utilização de esferas ocas de vidro na perfuração convencional foi possível a partir do desenvolvimento de uma nova geração de esferas ocas. Segundo Arco *et al.* (2000) essas esferas são inerte, apresentam grande resistência a altas pressões e temperaturas, apresentando uma elevada pressão de colapso. A distribuição granulométrica dessas famílias de esferas varia de 8 a 125 micras, já a espessura da parede varia de 0,5 a 2 μm . Segundo Minhas *et al.* (2015) geralmente quanto menor a esfera e mais espessa a parede maior será a sua resistência. A Figura 2.7 apresenta uma ilustração de uma microesfera oca de vidro.

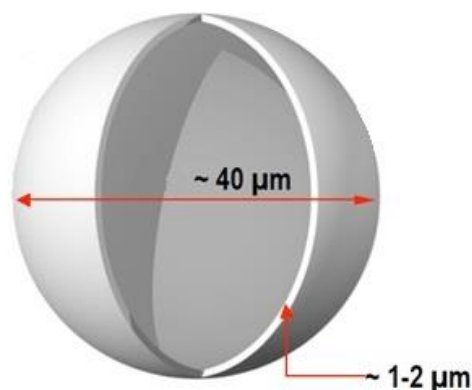


Figura 2.7- Ilustração de uma microesfera de vidro oca.

SOUZA *et al.* (2015) estudaram a resistência ao cisalhamento de uma família dessas novas microesferas desenvolvidas pela empresa 3M. O ensaio, realizado em escala piloto, consistiu no bombeamento em *loop*, durante 60 h, de uma solução de água industrial viscosificada com goma xantana contendo microesferas de vidro. O *loop* para circulação da

mistura possuía uma restrição que simulava uma broca e os parâmetros foram ajustados para obter um regime de escoamento semelhante à de um poço real. Durante todo o ensaio, a massa específica do fluido foi monitorada, uma vez que se ocorresse à quebra das microesferas um aumento nessa medida era esperado. Os autores observaram, entretanto, que o material apresentou grande resistência ao cisalhamento, já que não foi observada mudança na massa específica do fluido durante o ensaio.

Um estudo de campo em uma plataforma *offshore* localizada no Vietnã utilizando microesferas ocas HGS 5000, produzidas pela empresa 3M, foi conduzido por Ovcharenko e Devadass (2010). Algumas das conclusões dos autores foram:

- é esperado que o uso dessas microesferas no fluido de perfuração resolva os problemas de perda de circulação que ocorrem em um poço explorado pela JV Vietsovetro;
- todo o processo que envolve o preparo do fluido pode ser feito com equipamentos que já estão presentes na plataforma, sem requerer nenhuma modificação;
- não houve problemas técnicos na operação dos equipamentos durante o bombeamento da mistura contendo essas esferas pelo sistema de controle de sólidos. Além disso, a perda e a quebra de esferas ficaram dentro do nível aceitável;
- a recirculação de quase 100% das esferas é possível utilizando apenas os equipamentos disponíveis na plataforma usada para teste.

Outro estudo de caso que discute os resultados da utilização de esferas ocas de vidro na perfuração de um poço de petróleo na Venezuela é apresentado por Blanco *et al.* (2002). A perfuração utilizando esferas começou na profundidade de 8362' e continuou até se atingir a profundidade de 10265'. Segundo os autores não houve qualquer problema durante a perfuração. Além disso, a combinação das esferas de vidro com o fluido a base óleo se mostrou estável, apresentou boas características reológicas e boas propriedades de filtração.

2.4 – Sistema de controle de sólidos

A fase de tratamento ou condicionamento do fluido de perfuração consiste na aplicação sequencial de diferentes equipamentos de separação, que tem como objetivo recuperar o fluido de perfuração para sua reutilização. O desafio consiste em remover os sólidos provenientes da fragmentação da formação, minimizando as perdas de componentes valiosos como barita, bentonita e fluido (CAENN *et al.*, 2014; THOMAS, 2004).

Quando o controle de sólidos não é feito de maneira eficiente torna-se necessário diluir e adicionar produtos químicos para recuperar as propriedades desejadas do fluido. As vantagens de um controle de sólido eficaz são apresentadas por Caenn *et al.* (2004) como:

- 1- menor quantidade de aditivos e barita é requerida;
- 2- melhores propriedades reológicas são alcançadas devido a redução da viscosidade plástica;
- 3- a viscosidade plástica mais baixa facilita a remoção de gás aprisionado, assim, densidades de lamas mais baixas podem ser utilizadas de maneira segura;
- 4- o baixo teor de sólidos e a menor viscosidade contribuem para uma taxa de perfuração mais rápida;
- 5- menor risco de aprisionamento de tubos, devido à possibilidade de rebocos mais finos;
- 6- menor desgaste da broca.

Ainda segundo os autores, a escolha da configuração e dos equipamentos do sistema de controle de sólidos dependerá do tipo de fluido de perfuração utilizado, das formações que estão sendo perfuradas, dos equipamentos disponíveis e dos requisitos legais de descarte. A Figura 2.8 apresenta um esquema de uma planta brasileira de controle de sólidos para uma perfuração feita com fluido de base não aquosa.

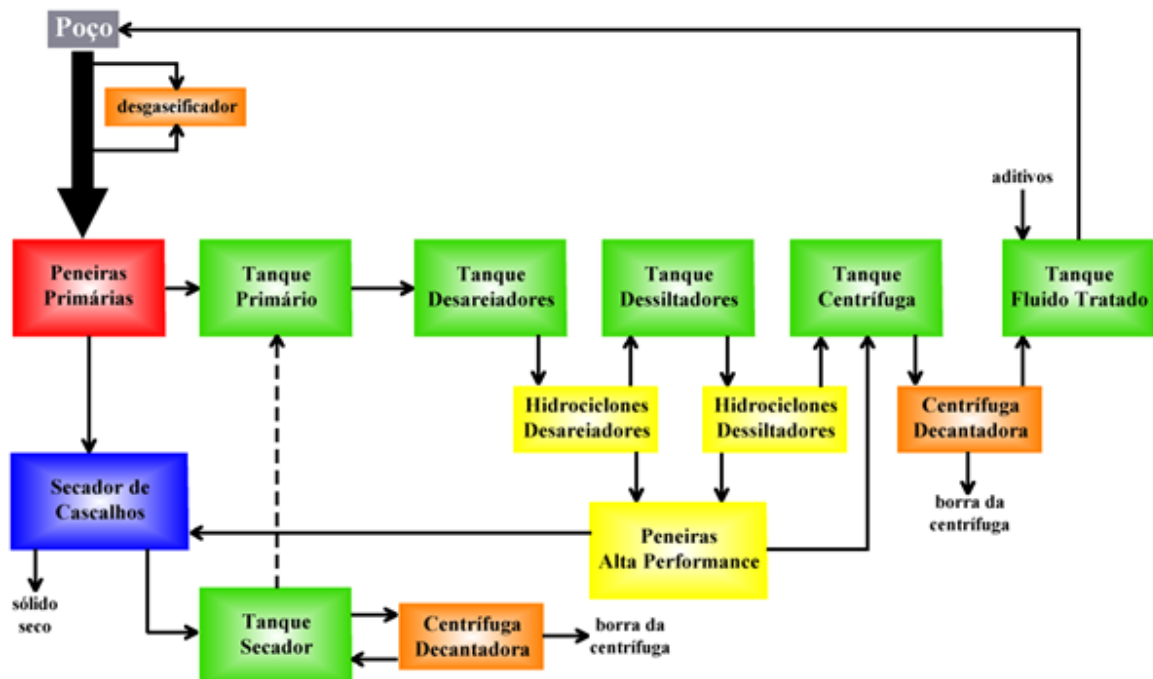


Figura 2.8- Esquema de uma planta de controle de sólidos brasileira. Petri. (2014).

Na planta esquematizada na Figura 2.8, o fluido e os fragmentos de rochas que retornam do poço passam primeiramente por um desgaseificador atmosférico, que apenas é utilizado quando o fluido encontra-se contaminado com gás (PETRI, 2017).

Após passar por esse equipamento, o fluxo é direcionado para as peneiras primárias. Nessa operação as partículas mais grossas são retidas pela tela da peneira vibratória e são encaminhadas para o secador de cascalho, enquanto o fluido e as partículas menores passam através da tela e seguem para próxima etapa de separação. Inicialmente, as peneiras primárias faziam o uso de telas de *mesh* maior que 30, sendo que os sólidos passantes eram compostos por partículas menores que 850 ou 540 μm . Com o avanço da tecnologia foi possível utilizar telas mais finas com por exemplo a de 200 *mesh* (PETRI, 2017; PANISSET, 2014).

O material passante pela peneira primária é levado para um tanque primário. O líquido transbordado desse tanque passa para o tanque que alimenta a bateria de hidrociclones desareiaadores. A bateria consiste de um conjunto de dois a quatro hidrociclones de 8'' a 20'' responsáveis por remover sólidos na faixa granulométrica da areia (THOMAS, 2004). As correntes do *underflow* dos hidrociclones são encaminhadas para uma peneira de alto desempenho, enquanto as correntes de *overflow* são enviadas para um tanque que alimentará a bateria de dessiltadores.

A bateria de dessiltadores consiste em um conjunto de 8 a 12 hidrociclones de 4'' a 5'' que são responsáveis pela remoção de partículas de dimensão equivalente ao do silte, sendo o diâmetro de corte na faixa de 15 a 20 μm . Assim como ocorre nos desareiaadores, as correntes de *underflow* são encaminhadas para as peneiras de alto desempenho enquanto as correntes de *overflow* são enviados ao tanque que alimentará a centrífuga decantadora. A associação desses dois tipos de hidrociclones com uma peneira para processar o *underflow* de ambos é denominada *mudcleaner*. Os sólidos retidos na peneira de alta performance são enviados o secador de cascalho enquanto o passante é enviado para o tanque de sucção da centrífuga decantadora (THOMAS, 2004; PANISSET, 2014; PETRI, 2017).

A centrífuga decantadora tem função de remover partículas com diâmetro de corte na faixa de 5 a 10 μm . Nesse equipamento as partículas maiores são encaminhadas para o *underflow* enquanto o fluido e os sólidos finos são encaminhados para o tanque de fluido tratado. Nesse tanque alguns aditivos podem ser adicionados com objetivo de recuperar alguma propriedade físico-química desejada do fluido, sendo esse fluido reinjetado para dentro da coluna de perfuração (PETRI, 2017).

Os sólidos retidos nas peneiras primárias e nas peneiras de alta performance são tratados pelo secador de cascalho. O fluido recuperado após esse tratamento é enviado ao tanque do secador. Esse líquido presente no tanque é tratado por uma centrífuga decantadora. A borra da centrífuga é misturada com o cascalho seco até se atingir os limites ambientais de

descarte. Já o líquido do tanque do secador retorna para o tanque primário (PETRI,2017; PANISSET, 2014).

Como visto cada equipamento é projetado para separar do fluido, partículas de um determinado tamanho de uma maneira econômica e eficiente. A Figura 2.9 ilustra as faixas de tamanho de partículas geradas durante a perfuração de um poço e os equipamentos responsáveis pelo controle de sólidos com suas respectivas faixa de operação.

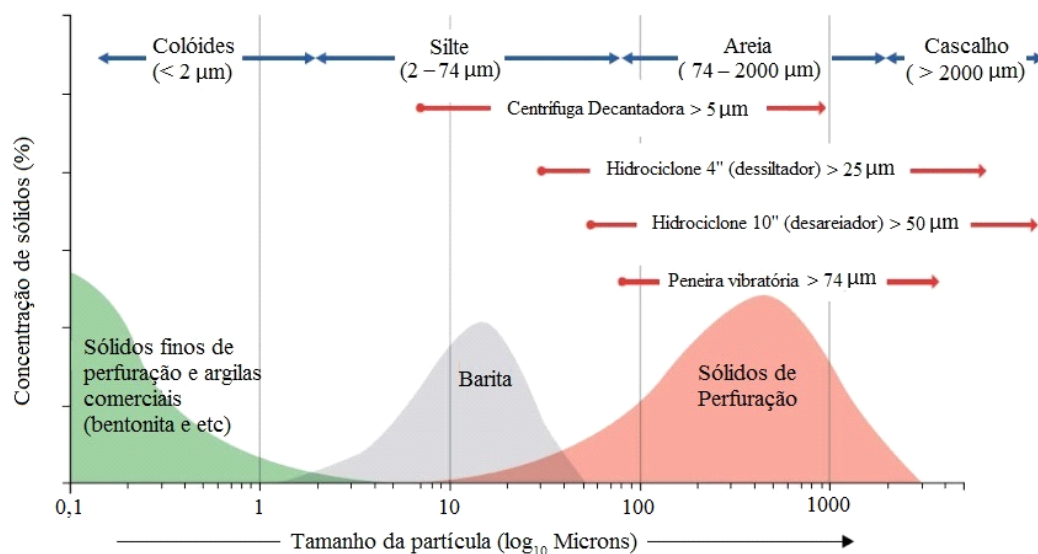


Figura 2.9- Faixas típicas de tamanho de partículas e equipamentos usuais no controle de sólidos na perfuração de poços de petróleo e gás. Adaptado de: Malagalage *et al.* (2017).

2.5- Hidrociclones

Ciclones projetados para operar com líquidos são denominados ciclones hidráulicos ou hidrociclones. São equipamentos amplamente utilizados na separação líquido-líquido e sólido-líquido, que encontraram vasta aplicação industrial principalmente nas áreas de mineração, petroquímica e alimentos (BRADLEY, 1965; YANG *et al.*, 2010).

O princípio básico de separação de um hidrociclone é a decantação centrífuga. No equipamento a alimentação da suspensão é feita a partir de uma entrada tangencial criando assim, um movimento rotacional. Devido a esse movimento, as partículas em suspensão são submetidas a uma aceleração centrífuga, tornando possível a separação de diferentes tamanhos de partículas de um fluido (SVAROSVKY, 200).

A geometria convencional de um hidrociclone consiste de uma região cilíndrica conectada a uma parte cônica. As partículas em suspensão em um líquido adentram o equipamento a partir de uma entrada tangencial localizada na parte de cima da região

cilíndrica. As partículas mais grosseiras juntamente com parte do fluido são eliminadas por um orifício inferior denominado *underflow* ou *apex*. Já a outra parte do fluido juntamente com as partículas mais finas é eliminada a partir de um tubo de saída localizado na parte central superior que pode se projetar para dentro do equipamento. Essa projeção é denominada *vortex finder* enquanto o orifício de saída é denominado *overflow*. A Figura 2.10 apresenta a configuração convencional de um hidrociclone.

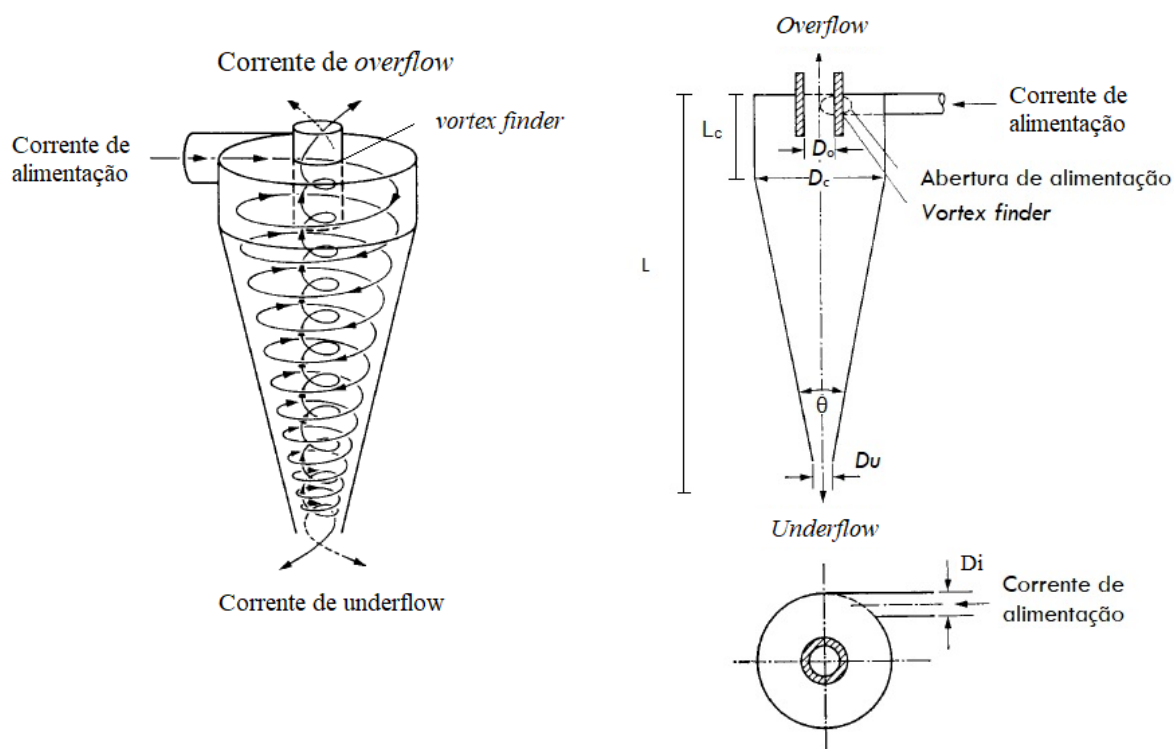


Figura 2.10- Escoamento e dimensões características de um hidrociclone. Adaptado de Bradley (1965).

Os hidrociclones são equipamentos extremamente versáteis que podem ser projetados para alcançar diferentes objetivos. Os principais campos de atuação podem ser divididos em:

- separação sólido-líquido;
- separação de sólidos diferentes;
- separação de líquidos diferentes;
- separação gás-líquido.

Quando o objetivo é separar um sólido de um líquido os hidrociclones podem ser projetados para duas aplicações distintas a clarificação e a concentração. Hidrociclones clarificadores tem como objetivo produzir uma corrente de *overflow* com a menor quantidade de sólidos possível. São hidrociclones projetados para garantir uma alta eficiência de

separação, e como um maior redirecionamento de fluxo para corrente de *underflow* é necessário a capacidade concentradora desse equipamento é baixa, sendo a corrente de *underflow* diluída (MOGNON, 2015).

Já hidrociclones concentradores tem como objetivo gerar uma corrente de *underflow* com a menor quantidade da fase contínua (líquido) possível, ou seja, com altas concentrações de sólidos. Como são hidrociclones projetados para que a maior parte da fase contínua seja direcionada para o *overflow*, esses equipamentos, geralmente, não apresentam uma alta eficiência total de separação e, conseqüentemente, apresentam uma maior quantidade na corrente de *overflow*.

Hidrociclones também podem ser projetados para classificar um sólido por diferença de tamanho ou separar sólidos diferentes. Nessas aplicações os sólidos podem ser separados de acordo com a diferença de tamanho de partículas, densidade ou formato (BRADLEY, 1965).

Outra aplicação mais recente de hidrociclones é na separação de líquidos imiscíveis. Nessa parte se destaca o grande interesse na separação de óleo-água em que óleo existe como fase dispersa. Um dos grandes desafios na utilização de hidrociclones para esse fim é a pequena diferença de densidade existente entre os dois fluidos (KHAROUA *et al.*, 2010).

Hidrociclones também podem ser adaptados para conseguir efetuar a separação gás-líquido. Se um gás é introduzido junto à alimentação ele se moverá em direção ao centro por ser uma região de baixa pressão, e devido ao deslocamento do fluido ocasionado pelo campo centrífugo (BRADLEY, 1965).

Uma das grandes vantagens da utilização de um hidrociclones frente a outros separadores centrífugos é a sua simplicidade de construção e o fato de não apresentar partes móveis. Outras vantagens de sua aplicação são apresentadas por Svarovsky (2000):

- grande versatilidade sendo utilizados para vários propósitos diferentes;
- são equipamentos simples, baratos para comprar, instalar e operar. Além de requerer pouca manutenção;
- tem tamanho reduzido quando comparado a outros equipamentos de separação, característica importante para quando a disponibilidade de espaço é limitada;
- as grandes tensões cisalhantes existentes em seu interior durante seu funcionamento é uma vantagem quando o interesse é a classificação de sólidos, uma vez, que ocorre a quebra de aglomerados. Outra vantagem seria facilitar a separação quando fluidos pseudoplásticos são utilizados.

Svarovsky (2000) apresenta também, algumas desvantagens da aplicação de hidrociclones, sendo elas:

- o hidrociclone após a sua instalação e operação é um equipamento de certa forma inflexível devido a sua grande sensibilidade a variação na vazão e concentração de alimentação;
- existem limitações quanto a sua capacidade de concentração e clarificação. Essas limitações podem ser superadas com o uso de operações multiestágios, porém com um maior custo e espaço requerido;
- são suscetíveis à abrasão;
- As grandes tensões cisalhantes no interior do hidrociclone impedem a floculação de certos sólidos.

2.5.1 – O escoamento em hidrociclones

Apesar de sua estrutura geométrica e funcionamento simples, a descrição do escoamento da fase líquida e do movimento das partículas dentro de um hidrociclone é uma tarefa bastante complicada e essencial para o entendimento do processo de separação e otimização de hidrociclones (WANG *et al.*, 2008).

Hidrociclones são equipamentos que essencialmente convertem energia de pressão, fornecida por uma bomba, em força centrífuga o que possibilita a separação de sólidos suspensos de uma solução. A entrada tangencial no topo da parte cilíndrica e a alta velocidade da suspensão concede ao fluido um movimento rotacional. A força centrífuga devido a esse movimento rotacional é responsável por acelerar os sólidos em direção à parede (VIEIRA, 2006).

A mistura alimentada realiza então, um movimento espiral de elevada rotação em direção à saída inferior do equipamento, *apex*, sendo as partículas maiores ou mais pesadas encaminhadas para parede do cone. A corrente de *underflow* é composta então por sólidos concentrados na parede do cone e uma parcela do fluido. Como a abertura do orifício de *underflow* é relativamente pequena, partículas de menor massa e tamanho que se concentraram distante da parede e a outra parcela do fluido são forçados a realizar um movimento espiral reverso no centro do hidrociclone para deixarem o equipamento através do *vortex finder*. Assim, em síntese tem-se a formação de um *vortex* descendente externo e um *vortex* ascendente interno (VIEIRA, 2006; ASME, 2005). Devido ao movimento de rotação do fluido uma zona de baixa pressão é criada no eixo central do equipamento, possibilitando a

entrada de ar, quando suas saídas estão em contato com atmosfera, criando uma coluna de ar no centro do equipamento comumente denominada *air core* (BRADLEY, 1965).

A velocidade do escoamento em qualquer ponto do hidrociclone pode ser dividida em três componentes: axial, radial e tangencial. Em relação à velocidade axial é possível notar um forte fluxo em direção a saída de *underflow* próximo a parede do hidrociclone. Essa corrente descendente é parcialmente contrabalanceada pelo movimento ascendente que ocorre na região central do equipamento, definindo assim, uma região de velocidade axial (LZVV). Um fato importante de pontuar é o comportamento da velocidade axial perto do *vortex finder*. Nessa região existe um forte fluxo descendente induzido pela parede do *vortex finder* podendo causar o efeito conhecido como curto-circuito que consiste na passagem direta do fluido de alimentação para a corrente de *overflow* (SVAROVSKY, 2000; MOGNON, 2015). A Figura 2.11 (a) apresenta o perfil de velocidade axial em um hidrociclone.

Quanto a componente radial ela é muito menor se comparado as outras duas componentes de velocidade e, por isso, de difícil medição. A velocidade radial é em direção ao centro e sua magnitude diminui com a diminuição do raio. Na região acima da borda do *vortex finder* pode existir zonas de recirculação e bem próximo a parede do *vortex finder* a velocidade radial em direção ao centro é elevada, contribuindo também para ocorrência de curto-circuito (SVAROVSKY, 2000). A Figura 2.11 (b) apresenta o perfil de velocidade radial em um hidrociclone.

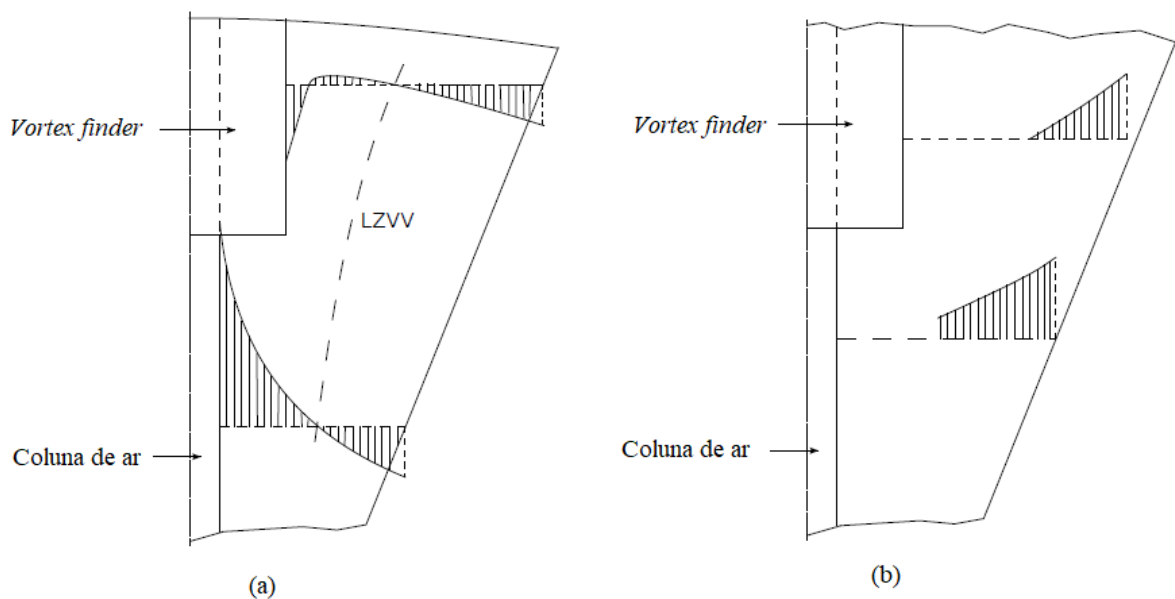


Figura 2.11- (a) Perfil de velocidades axiais em um hidrociclone; (b) Perfil de velocidades radiais em um hidrociclone. Kelsall, (1952) *apud* Svarovsky. (2000).

A velocidade tangencial é de grande relevância por ser a responsável pela geração das forças centrífugas e de cisalhamento atuantes em um hidrociclone (VIEIRA, 2006). Partindo da parede a componente tangencial da velocidade do fluido aumenta com a diminuição do raio até certo ponto localizado em um raio menor que o raio de abertura do *vortex finder*. Acima do *vortex finder* esse ponto se encontra próximo à parede do *vortex finder*. Apesar desse fenômeno e do efeito de parede a componente tangencial pode ser considerada independente da posição vertical, assim, tem-se envelopes em forma de cilindros coaxiais de velocidades tangenciais constantes (BRADLEY, 1965; SVAROVSKY, 2000). A Figura 2.12 apresenta o perfil de velocidades tangenciais em um hidrociclone.

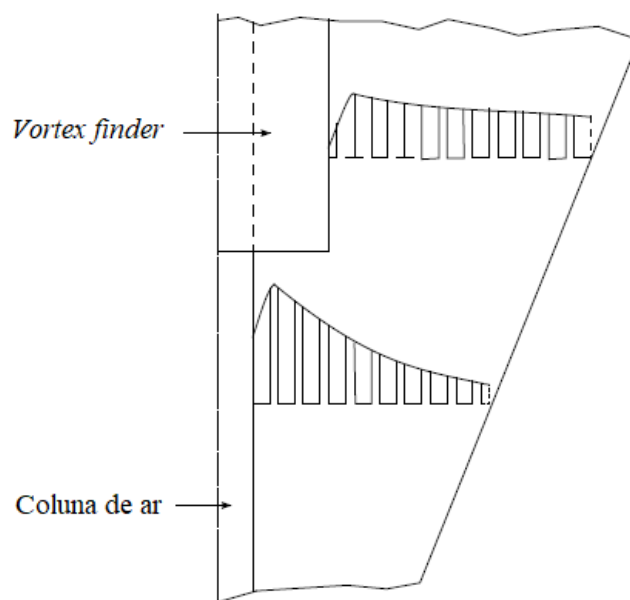


Figura 2.12- Perfil de velocidades tangenciais em um hidrociclone. Kelsall, (1952) *apud* Svarovsky (2000).

Já em relação ao movimento das partículas dentro do equipamento a teoria clássica de separação aponta que partículas presentes no fluxo estão sujeitas a duas forças opostas, sendo a primeira a força centrífuga que age em direção a parede, e a segunda, a força de arraste que age em direção ao centro do equipamento. A força centrífuga acelera a taxa de decantação da partícula, separando partículas de acordo com tamanho, forma e densidade. Partículas que se sedimentam mais rapidamente se movem em direção à parede, onde as velocidades são mais baixas e são encaminhadas para a abertura do *underflow*. Já partículas com menor velocidade de sedimentação, são encaminhadas para zona de baixa pressão localizada no eixo central do

equipamento devido à força de arraste, saindo no orifício de *overflow*. A Figura 2.13 apresenta um esquema das forças atuantes nas partículas dentro de um hidrociclone e a distribuição das velocidades radiais e axiais no equipamento (WILLS; FINCH, 2006).

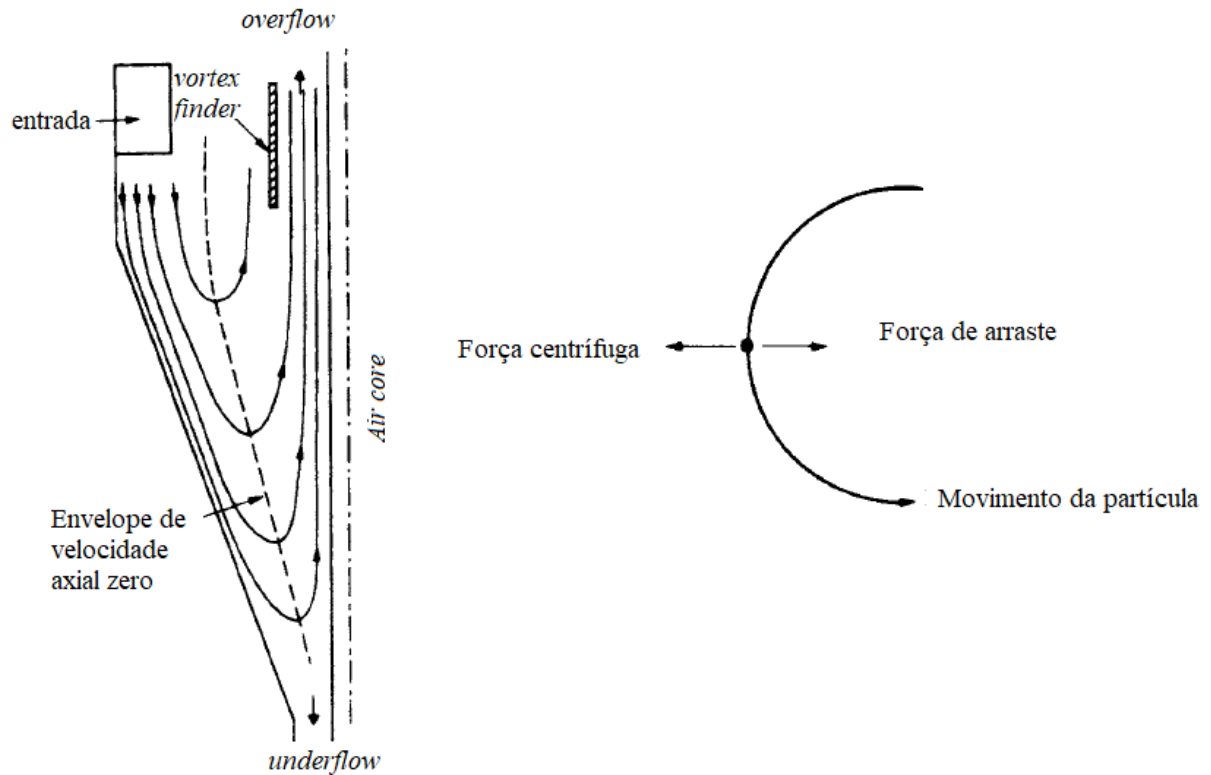


Figura 2.13- Dinâmica das forças atuantes em um hidrociclone e a distribuição de velocidades dentro de um hidrociclone. Adaptado de Wills e Finch, (2006).

2.5.2 – Regimes de operação de hidrociclones

Neesse *et al.* (2004) propôs três diferentes regimes de operação para um hidrociclone baseado no tipo de descarga do *underflow* sendo eles: descarga em *spray*, regime de transição e descarga em corda.

Para baixas concentrações de sólidos uma descarga em forma de *spray* é observada. Nesse tipo de regime ocorre a formação de uma coluna de ar no centro do equipamento que se estende por todo seu comprimento. Quanto a separação, esse regime proporciona uma alta recuperação de sólidos, porém, com uma baixa concentração de sólidos na corrente de *under* resultando em uma maior quantidade de sólidos finos nessa corrente (NEESSE *et al.*, 2004; DUBEY *et al.*, 2017).

Em concentrações de sólidos moderadas ocorre o regime de transição entre descarga *spray* e descarga em corda. Esse regime é instável e mudanças repentinas entre descarga *spray* e em corda são observadas (NEESSE *et al.*, 2004; DUBEY *et al.*, 2017).

Com o aumento da concentração de sólidos na alimentação a quantidade de sólidos presentes na corrente de *under* também aumenta e, acima de um ponto crítico, a taxa de acumulação de sólidos na parte cônica do hidrociclone é maior que a taxa de descarga. Com isso, parte dos sólidos é forçada a deixar o equipamento pela corrente de *over*, reduzindo conseqüentemente, a recuperação de sólidos no *underflow*. Outro fato importante nesse regime é que a coluna de ar formada no centro do equipamento some parcialmente, a descarga do *under* assume o formato de corda, sendo caracterizada por uma alta concentração de sólidos e uma menor presença de partículas finas (NEESSE *et al.*, 2004; DAVAILLES *et al.*, 2012). A Figura 2.14 apresenta uma representação esquemática desses três tipos de regimes observados.

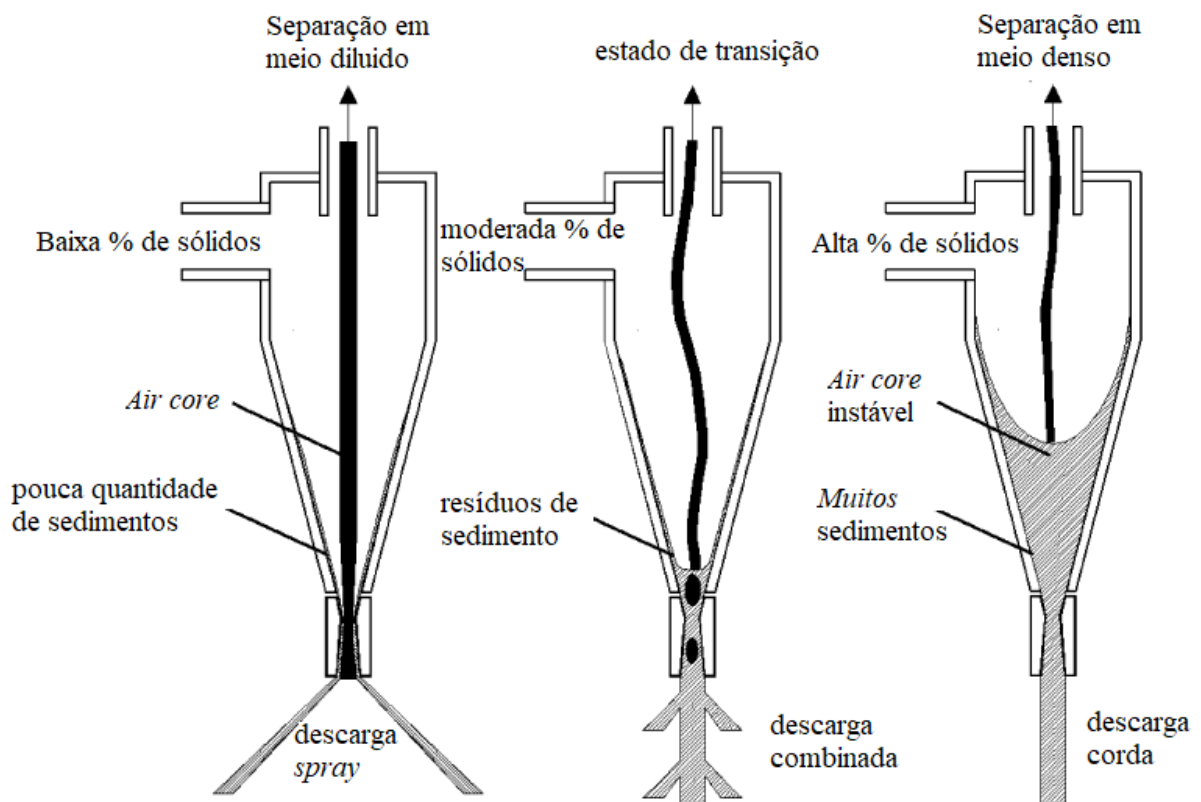


Figura 2.14 – Regimes de operação de hidrociclones. Adaptado de Neesse *et al.* (2004).

2.5.3 – Variáveis de interesse e conceitos fundamentais

Nesse tópico são apresentadas as principais variáveis relacionadas ao estudo de hidrociclones bem como os conceitos fundamentais para o entendimento quantitativo da

separação/classificação de partículas no equipamento, sendo eles: concentração mássica, vazões volumétricas, eficiência total de separação, razão de líquido, eficiência total reduzida, capacidade concentradora, eficiência granulométrica e eficiência granulométrica reduzida e, por fim, os conceitos de diâmetro de corte e diâmetro de corte reduzido.

2.5.3.1 – Concentração mássica

O conhecimento das concentrações mássicas das correntes de alimentação e *underflow* é importante para o cálculo da eficiência de separação do hidrociclone, essa grandeza pode ser facilmente determinada por métodos gravimétricos utilizando-se, respectivamente as Equações 2.8 e 2.9.

$$C_{w_a} = \frac{W_{s_a}}{W_a} \quad (2.8)$$

$$C_{w_u} = \frac{W_{s_u}}{W_u} \quad (2.9)$$

Em que:

- os subscritos “a” e “u” se referem à corrente de alimentação e *underflow* respectivamente;
- W é a vazão mássica da mistura sólido-líquido;
- Cw é a concentração mássica de sólidos;
- Ws é a taxa mássica de sólidos.

2.5.3.2 – Vazões volumétricas

As vazões volumétricas das correntes de alimentação (Q_a) e *underflow* (Q_u) podem ser facilmente determinadas através das Equações 2.10 e 2.11, respectivamente.

$$Q_a = \frac{W_a}{\rho_a} \quad (2.10)$$

$$Q_u = \frac{W_u}{\rho_u} \quad (2.11)$$

Em que ρ_a e ρ_u indicam a densidade da mistura sólido-líquido nas correntes de alimentação e *Underflow*, respectivamente. Essas densidades podem ser determinadas pelas Equações 2.12 e 2.13, respectivamente.

$$\rho_a = \frac{\rho_{liq}}{1 + Cw_a \left[\frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} - 1 \right]} \quad (2.12)$$

$$\rho_u = \frac{\rho_{liq}}{1 + Cw_u \left[\frac{\rho_{liq}}{\rho_{sol}} - 1 \right]} \quad (2.13)$$

2.5.3.3 – Eficiência total de separação

A eficiência total de separação (η) é definida como a razão entre a quantidade mássica de sólidos presentes na corrente desejada e a quantidade mássica de sólidos alimentados no equipamento.

Como no presente trabalho é de interesse que a maior quantidade de areia deixe o equipamento pela corrente de *underflow* e que a maior quantidade de esferas ocas de vidro deixe o hidrociclone pela corrente de *overflow*, a eficiência total de separação de areia (η_{areia}) e de esferas ($\eta_{esferas}$) são dadas pelas Equações 2.14 e 2.15.

$$\eta_{areia} = \frac{Cw_{u_{areia}} W_u}{Cw_{a_{areia}} W_a} \quad (2.14)$$

$$\eta_{esferas} = \frac{Cw_{o_{esfera}} W_o}{Cw_{a_{esfera}} W_a} \quad (2.15)$$

em que:

- $Cw_{u_{areia}}$ é a concentração mássica de areia da corrente de *underflow* ;
- $Cw_{a_{areia}}$ é a concentração mássica de areia da corrente de alimentação;
- $Cw_{o_{esfera}}$ é a concentração mássica de esferas da corrente de *overflow*;
- $Cw_{a_{esfera}}$ é a concentração mássica de esferas da corrente de alimentação;
- W_o é a vazão mássica da corrente de *overflow*.

2.5.3.4 – Razão de líquido

A razão de líquido (R_L), como o próprio nome já indica, é definida como a razão da quantidade de líquido presente na corrente do *underflow* e a quantidade total de líquido alimentada ao equipamento.

O hidrociclone age como um divisor de correntes, fenômeno conhecido como “efeito T”, por isso, parte dos sólidos alimentados é arrastada para a corrente de *underflow* sem ser pela ação da força centrífuga. A R_L pode ser expressa Equação 2.16.

$$R_L = \frac{W_u(1-Cw_u)}{W_a(1-Cw_a)} \quad (2.16)$$

Uma alta razão de líquido indica que grande quantidade de fluido é direcionada para corrente de *underflow*, o que contribui para que uma maior quantidade de sólidos seja coletada nessa corrente. Assim, quando o objetivo é a clarificação da corrente de *overflow*, o hidrociclone opera com altas razões de líquidos e com altas eficiências totais de separação.

Já quando o objetivo é concentrar a corrente de *underflow*, uma baixa razão de líquido é desejada, o que pode, a depender do caso, diminuir a eficiência total de separação.

2.5.3.5 – Eficiência total reduzida

A eficiência total reduzida (η') é uma correção à eficiência total que considera somente as partículas que foram coletadas na corrente de *underflow* devido à ação da força centrífuga, desconsiderando as partículas que foram arrastadas para esse corrente devido ao efeito T. A expressão que representa esta correção é dada pela Equação 2.17.

$$\eta' = \frac{\eta - R_L}{1 - R_L} \quad (2.17)$$

2.5.3.6 – Capacidade concentradora

A capacidade concentradora (C_c) de um hidrociclone nada mais é que a razão entre a concentração mássica de sólidos da corrente de *underflow* e a concentração mássica de sólidos da corrente de alimentação. Pode ser expressa pela Equação 2.18:

$$C_c = \frac{Cw_u}{Cw_a} \quad (2.18)$$

2.5.3.7 – Eficiência granulométrica, eficiência granulométrica reduzida, diâmetro de corte e diâmetro de corte reduzido

No estudo de hidrociclonagem, às vezes, se faz necessário o conhecimento das eficiências de separação de partículas por tamanho. A representação gráfica desses dados é conhecida como curva de eficiência granulométrica.

A eficiência granulométrica para um determinado diâmetro de partícula d , representada por $G(d)$, é a razão entre a quantidade de partículas com diâmetro d presentes na corrente de *underflow* e a quantidade de partículas com diâmetro d alimentadas no hidrociclone. Conforme a Equação 2.19.

$$G(d) = \frac{W_{S_u} \Delta X_u(d)}{W_{S_a} \Delta X_a(d)} \quad (2.19)$$

Em que os termos $\Delta X_u(d)$ e $\Delta X_a(d)$ representam a fração de sólidos com diâmetro d nas correntes de *underflow* e alimentação, respectivamente.

A Equação 2.19 pode ser simplificada inserindo o conceito de eficiência total, de acordo com a Equação 2.20.

$$G(d) = \eta \frac{\Delta X_u(d)}{\Delta X_a(d)} \quad (2.20)$$

Assim como a eficiência total reduzida a eficiência granulométrica reduzida ($G'(d)$) também considera apenas a separação por tamanho resultante da atuação do campo centrífugo. A eficiência granulométrica reduzida pode ser calculada de acordo com a Equação 2.21.

$$G'(d) = \frac{G(d) - R_L}{1 - R_L} \quad (2.21)$$

O diâmetro de corte (d_{50}) é definido como o diâmetro da partícula que é coletada com uma eficiência granulométrica de 50%, por sua vez, o diâmetro de corte reduzido (d'_{50}) representa o diâmetro de partícula que apresenta uma eficiência granulométrica reduzida de 50%.

2.5.4 – Estudos de mini-hidrociclones publicados na literatura

A separação de partículas porosas finas de catalisador utilizando um mini-hidrociclone com diâmetro de 25mm foi objeto de estudo de Yang *et al.* (2013). O catalisador utilizado era um material com densidade aparente de $2,23 \text{ g/cm}^3$, com diâmetro médio de $3 \mu\text{m}$ e com cerca 95% das partículas menores que $7 \mu\text{m}$. O hidrociclone utilizado no estudo apresentava as seguintes proporções das variáveis geométricas: $D_o/D_c=0,24$, $L_c/D_c=1,48$ e $\theta = 6^\circ$. Os autores observaram que para uma vazão de $0,85 \text{ m}^3/\text{h}$ e uma razão de líquido de 7,5% a eficiência total de separação ficou em torno de 88% e o diâmetro de corte foi de

aproximadamente 1,7 μm . Os mesmos autores realizaram ainda, testes de campo que demonstraram excelente correspondência com os resultados laboratoriais.

Bicalho *et al.* (2012) estudaram a aplicação de mini-hidrociclones modulares na recuperação da levedura *Saccharomyces cerevisiae* utilizadas no processo de fermentação na indústria do álcool. A levedura foi utilizada em sua forma granulada, e apresentou densidade de 1240 kg/m^3 e uma distribuição granulométrica na faixa de 1,8 – 12 μm . Os autores avaliaram os efeitos do diâmetro da alimentação, do diâmetro do *overflow*, do ângulo da região cônica e da queda de pressão nas respostas capacidade, eficiência total de separação e razão de líquido. Na realização dos experimentos o diâmetro da região cilíndrica, o comprimento do *vortex finder*, o diâmetro do *underflow* e a concentração mássica de leveduras na alimentação foram mantidos constantes, sendo seus valores os seguintes: 10 mm, 15mm , 3mm e 1% respectivamente. Os autores reportaram eficiências entre 36,64% e 92,02%, razão de líquido variando de 31,74% a 84,30% e capacidade na faixa de 0,1183 a 0,4579 m^3/h . Segundo os autores, a eficiência total de separação máxima foi atingida reduzindo-se todas as variáveis geométricas e aumentando a queda de pressão, já a razão de líquido foi favorecida utilizando-se os menores níveis de todas as variáveis contidas no planejamento.

Nesse *et al.* (2015) estudaram a utilização de um mini-hidrociclone ($D_c = 10 \text{ mm}$) na separação de partículas finas de baritas em uma concentração na alimentação de 150g/L. O material sólido apresentou diâmetro máximo de 7 μm ,diâmetro médio de 1,5 μm e densidade de 4500 kg/m^3 . O objetivo do estudo, segundo os autores, era melhorar a eficiência de separação de partículas submicrômicas. Para atingir esse objetivo, os autores avaliaram a influência da pressão, que variou de 5 a 60 bar, e a temperatura, que variou de 10°C a mais de 60°C. Os autores reportaram que a altas pressões o diâmetro de corte foi de 0,5 μm ,e que a operação em temperaturas elevadas causa uma melhora significativa na separação devido a menor viscosidade da água.

A utilização de mini-hidrociclones ($D_c = 30\text{mm}$) como apoio as centrífugas decantadoras na unidade de controle de sólidos do fluido de perfuração foi objeto de estudo de Mognon (2015). O material sólido utilizado no estudo foi rocha fosfática de densidade 3,17 g/cm^3 e faixa granulométrica de 0,2- 200 μm . A primeira fase do estudo consistiu da otimização de parâmetros operacionais (pressão) e geométricos (comprimento do *vortex finder*, comprimento da região cilíndrica, ângulo da região cônica e diâmetro do *underflow*), sendo utilizado água como fluido e uma concentração mássica de sólido de 1%. A geometria

ótima selecionada desse estudo foi então testada variando-se a viscosidade do fluido, a concentração de sólidos e o diâmetro de *underflow* novamente (por ter afetado muito as respostas no estudo de otimização não foi fixado na geometria ótima). Segundo o autor, os resultados obtidos para geometria ótima mostraram altos níveis de eficiências totais (81-89%) com razões de líquido reduzidas. O autor pontua também, que o estudo da operação com fluido pseudoplástico possibilitou a obtenção de expressões empíricas para capacidade, razão de líquido, eficiência total de separação e diâmetro de corte com R^2 superior a 0,986.

CAPÍTULO 3 – Material e Métodos

3.1 – Unidade experimental

A unidade experimental foi montada no Laboratório da Unidade Avançada de Pesquisa da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia. A Figura 3.1 apresenta um esquema da unidade utilizada.

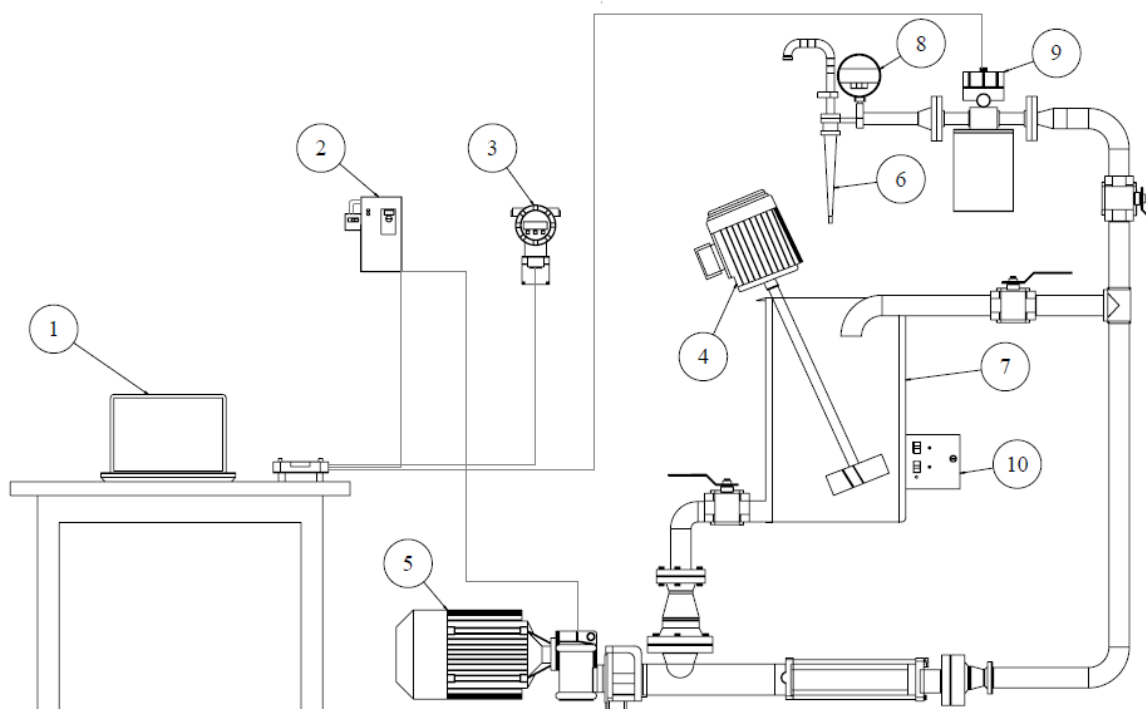


Figura 3.1- Unidade experimental

Os equipamentos representados na Figura-3.1 são listados a seguir:

1. sistema de aquisição de dados, composto por um computador e uma placa de aquisição *National Instruments M-Series USB-6003*.
2. inversor de frequência WEG, modelo CFW 700.
3. *display* de vazão mássica com sinal de saída proporcional a 4 a 20 mA (Metroval).
4. agitador mecânico de 1 CV acoplado a um inversor de frequência para o controle da rotação (Metal Corte, modelo B80a4).

5. moto-bomba helicoidal estacionária de 2 estágios (Sew-Eurodrive modelo DZ1001S4), com bocal de entrada e saída de 3 in, rotação de eixo de 342 rpm e pressão de descarga de 9,0 kgf/cm²;
6. hidrociclone modular.
7. tanque de aço inox com volume aproximado de 115L.
8. manômetro digital indicador de pressão, para faixa de pressão de 0 a 100 psi.
9. medidor de vazão do tipo coriolis com pressão máxima de 9,0 kgf/cm².
10. inversor de frequência WEG modelo CFW08.

A Figura 3.1 ilustra também a corrente de *by-pass*, que durante o experimento era completamente interrompida pelo fechamento de uma válvula. Outro ponto importante de ressaltar é o fato da corrente de *underflow* e *overflow* retornarem para o tanque de alimentação.

3.2 – Hidrociclones

Os hidrociclones empregados nesse estudo apresentam uma configuração modular como pode ser visto na Figura 3.2. A grande vantagem da utilização de um dispositivo modular é possibilitar diferentes variações na geometria do equipamento de uma maneira simples e rápida.

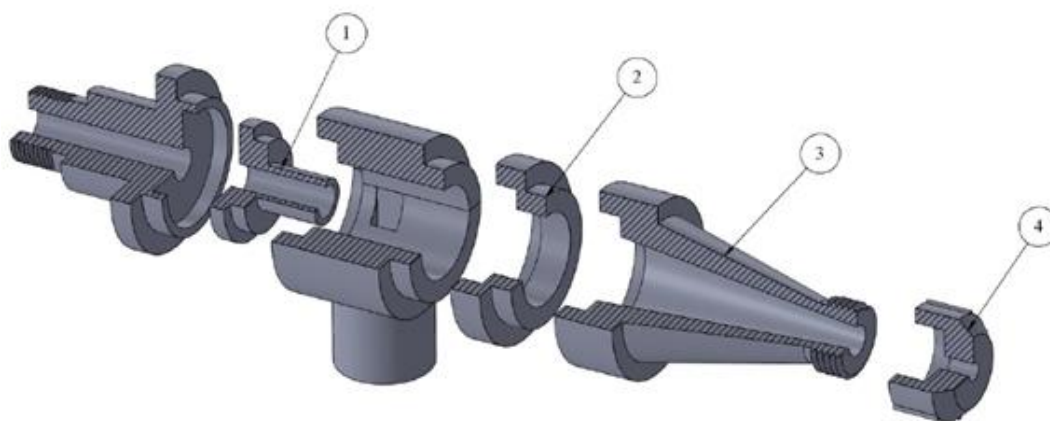


Figura 3.2- Esquema hidrociclones modulares. Mognon. (2015).

A câmara de alimentação foi fabricada em poliuretano enquanto os módulos foram confeccionados em poliacetal usinado. Os números presentes na Figura 3.2 identificam os seguintes módulos:

1. *vortex finder*: esse módulo permite alteração no comprimento do *vortex finder* (L_v);

2. região cilíndrica: esse módulo permite alteração no comprimento da região cilíndrica (L_c);
3. região cônica: esse módulo permite alteração no ângulo do tronco de cone (θ);
4. orifício de *underflow*: esse módulo permite alteração no diâmetro do orifício de *underflow* (D_u).

Durante todo o estudo, as dimensões comprimento do *vortex finder*, diâmetro do *vortex finder*, diâmetro da região cilíndrica, e o módulo de entrada retangular foram mantidos constantes e suas medidas são: 20 mm, 10,5 mm, 30 mm, 6 mm x 9 mm.

3.3 – Material Particulado

3.3.1 – Areia

Como visto no tópico 2.4 o cascalho gerado durante a perfuração de um poço de petróleo e gás apresenta uma ampla faixa granulométrica que varia dependendo da profundidade e formação que esta sendo perfurada. Segundo Mognon (2015), a escolha de um material particulado que represente fielmente o cascalho se torna difícil devido a essa grande variabilidade de tamanho de partícula e propriedades físicas a depender das condições encontradas na perfuração.

Com isso, a seleção do material foi feita levando-se em conta:

- a seleção de um material com granulometria dentro da faixa encontrada nos sólidos gerados durante a perfuração, como apresentado na Figura 2.9;
- densidade próxima a dos sólidos encontrados no sistema de controle de sólidos;
- disponibilidade do material e facilidade de compra;
- facilidade de dispersão.

Optou-se assim, pela utilização da areia normal brasileira fina nr. 100 fornecida pelo Laboratório de Materiais de Construção Civil do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT). O material apresentou densidade real de $2,7586 \text{ g/cm}^3 \pm 0,0009 \text{ g/cm}^3$ mensurada por picnometria gasosa utilizando o equipamento *AccuPyc 1330* da Micromeritics e uma distribuição granulométrica ampla na faixa de 70,9 μm a 563 μm com d_{50} de 230 μm .

Pereira (2010) coletou amostras de diversos pontos do sistema de controle de sólidos de uma exploração *onshore*. As amostras foram provenientes de cinco diferentes sondas de petróleo e gás sendo amostradas as correntes de entrada e saída das peneiras primárias, dessiltadores e secador de cascalho. A massa específica dos sólidos presentes nessas

diferentes correntes variou de $2,44 \text{ g/cm}^3$ - $2,78 \text{ g/cm}^3$, sendo que a areia utilizada nesse estudo se encontra dentro dessa faixa.

A distribuição granulométrica do material apresentada na Figura 3.3 foi obtida através da técnica de difração de raio laser, utilizando o equipamento *MasterSizer 2000* da marca Malvern. Os dados detalhados fornecidos pelo equipamento são apresentados no APÊNDICE A e o certificado de calibração do equipamento é apresentado no APÊNDICE G.

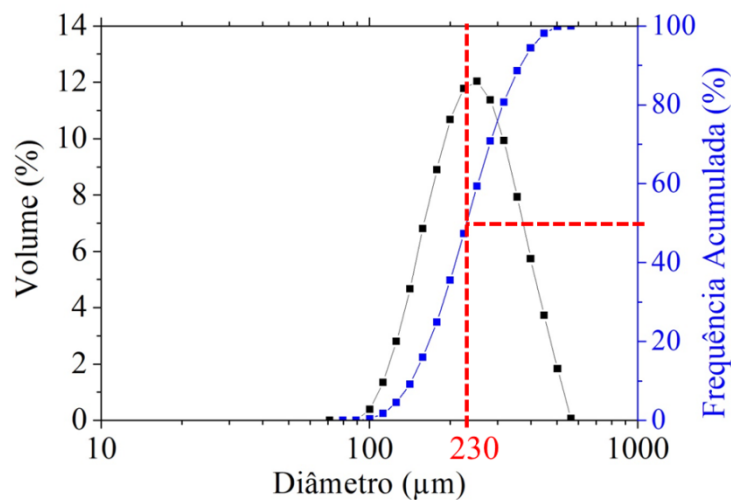


Figura 3.3- Análise granulométrica da areia.

3.3.1 – Esferas de vidro ocas

As esferas de vidro ocas do modelo HGS19K46 utilizadas nos experimentos foram doadas pela empresa 3M. Essas esferas são capazes de suportar elevadas tensões de cisalhamento e pressões até 19000 psi, como pode ser vista na Figura 3.4.

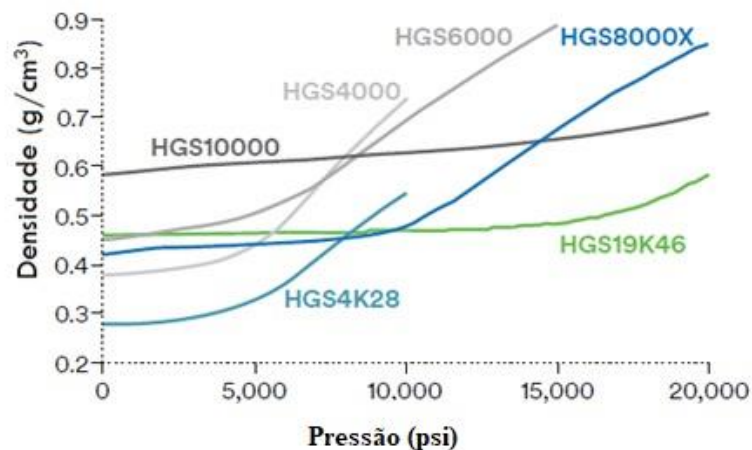


Figura 3.4 Manutenção das propriedades das esferas em função da pressão. Adaptado do catálogo da empresa 3M.

A esfera HGS19K46 apresentou densidade real de $0,47 \text{ g/cm}^3 \pm 0,0003 \text{ g/cm}^3$ e uma faixa granulométrica de $7 \mu\text{m}$ a $63 \mu\text{m}$, sendo mais estreita se comparado a areia, como pode ser visto na Figura 3.5. Os dados detalhados são apresentados no APÊNDICE – B. Foi realizada ainda, uma microscopia eletrônica de varredura, utilizando o equipamento Zeiss EVO MA10, para melhor observação e caracterização desse material, uma das imagens obtidas é apresentada na Figura 3.6.

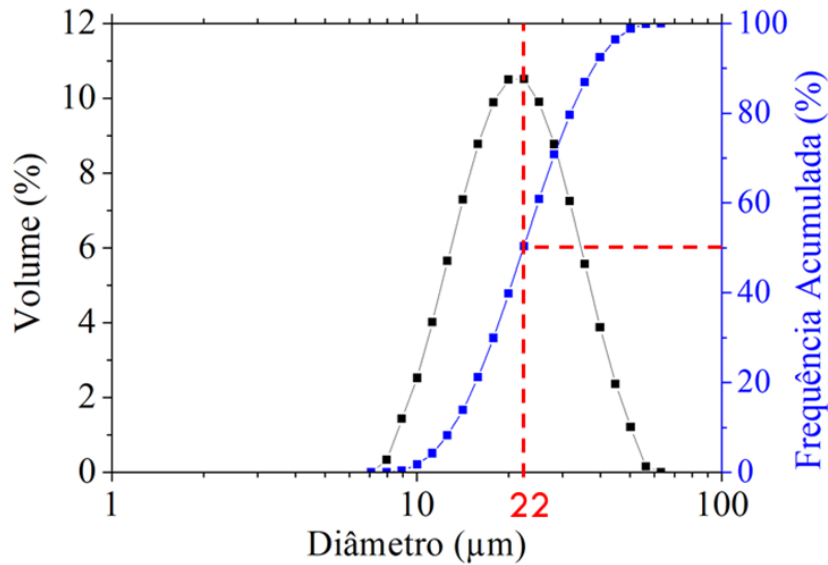


Figura 3.5- Análise granulométrica das esferas HGS19K46.

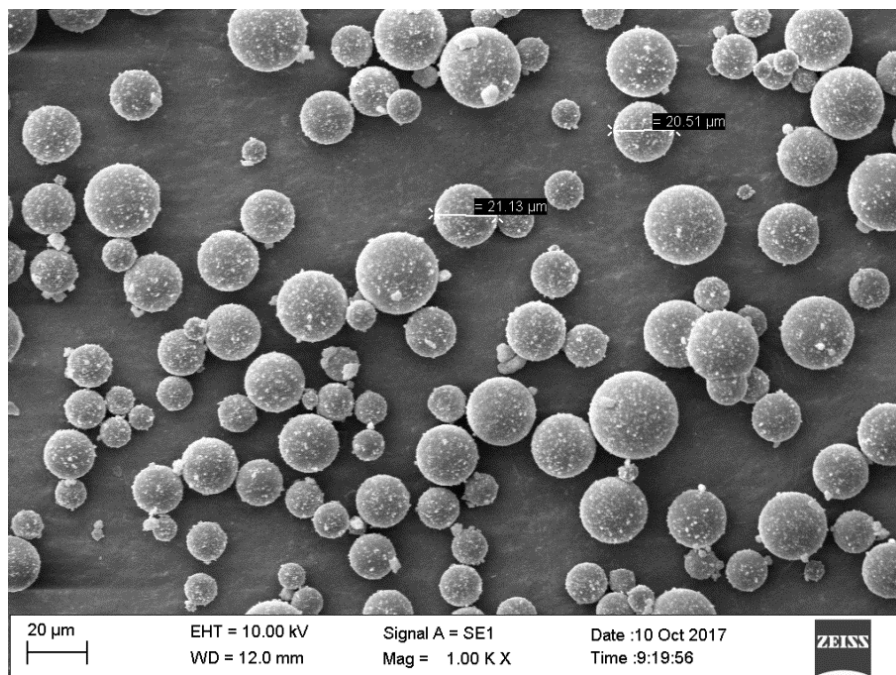


Figura-3.6- Imagem das esferas HGS19K46 obtida pela técnica de microscopia eletrônica de varredura.

A partir da análise da Figura 3.7 e comparação com a Figura 2.9 observa-se que a distribuição granulométrica da areia se encontra dentro da faixa de sólidos de perfuração gerados, enquanto a distribuição granulométrica das esferas se encontra na mesma faixa da barita. A barita é um componente valioso, utilizado para ajustar a densidade do fluido de perfuração, ou seja, assim como as esferas, a perda de barita no sistema de tratamento de sólidos deve ser minimizada.

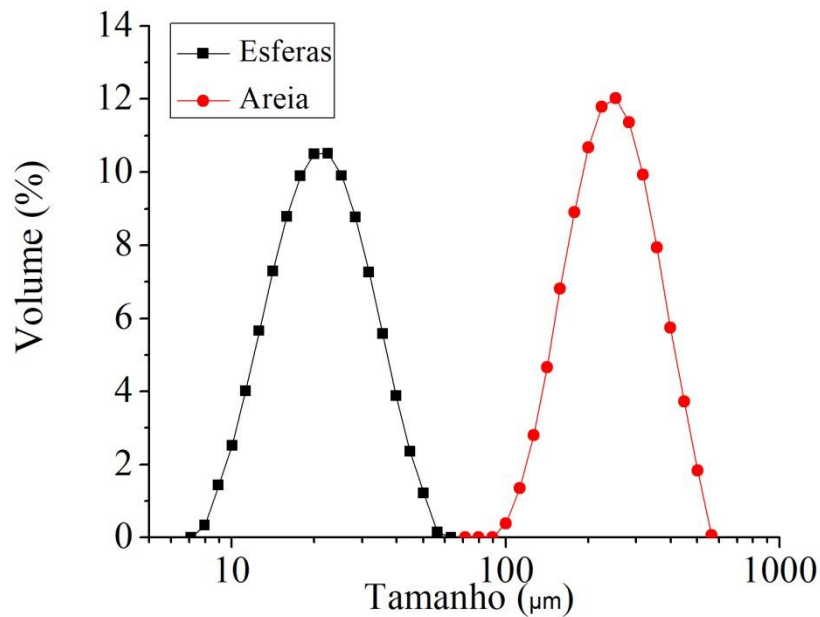


Figura 3.7- Distribuição granulométrica das esferas e da areia.

3.4 – Fluido pseudoplástico

Um comportamento reológico similar a de um fluido de perfuração real foi obtido utilizando uma solução aquosa de goma xantana como fluido nos experimentos desenvolvidos nesse trabalho.

Segundo Melo (2008) a goma xantana é um biopolímero produzido a partir de fermentação utilizando-se bactérias, sendo bastante utilizada na indústria petrolífera como agente viscosificante devido ao alto grau de pseudoplasticidade e elevada viscosidade conferida a uma mistura. Ainda segundo Melo (2008), a goma xantana exibe diversas vantagens quando utilizada como agente espessante, estabilizante e gelificante frente a outras opções similares.

As análises reológicas foram realizadas no reômetro Brookfield R/S plus presente no Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade

Federal de Uberlândia. Os dados são obtidos instantaneamente com o uso do *software* Rheo 3000, sendo necessário inserir a amostra (cerca de 50 mL). Durante a análise a temperatura foi mantida constante em aproximadamente 26,5°C com auxílio do banho acoplado ao equipamento, além disso, as viscosidades dinâmicas dos fluidos foram obtidas no modo de taxa de cisalhamento controlada, sendo utilizada uma faixa de 0 a 1000 (1/s). As análises foram feitas utilizando-se o *spindle* coaxial de 40 mm (CC-40).

Na realização de todos os experimentos desse trabalho optou-se pela utilização de uma solução aquosa contendo 0,6% (em massa) de goma xantana, sendo que os experimentos só eram realizados após um período mínimo de 24 h de descanso da solução preparada.

Os dados reológicos obtidos, no reômetro Brookfield R/S plus, foram utilizados para definição dos parâmetros do modelo de Herschel – Bulkley representado pela Equação 2.7 obtendo-se um coeficiente de determinação, $R^2 = 0,99$.

A Figura 3.8 apresenta o reograma do fluido, juntamente o ajuste obtido para o modelo de Herschel – Bulkley, já a Figura 3.9 apresenta a viscosidade dinâmica do fluido em função da taxa de cisalhamento.

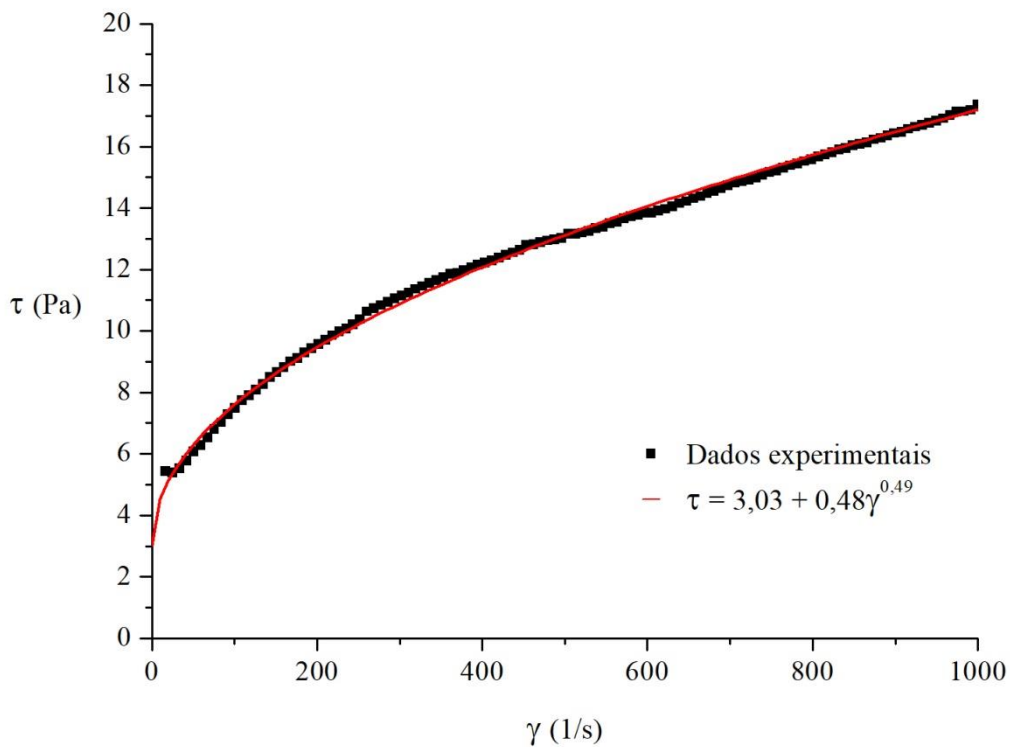


Figura 3.8-Reograma da solução aquosa com 0,6% (em massa) de goma xantana.

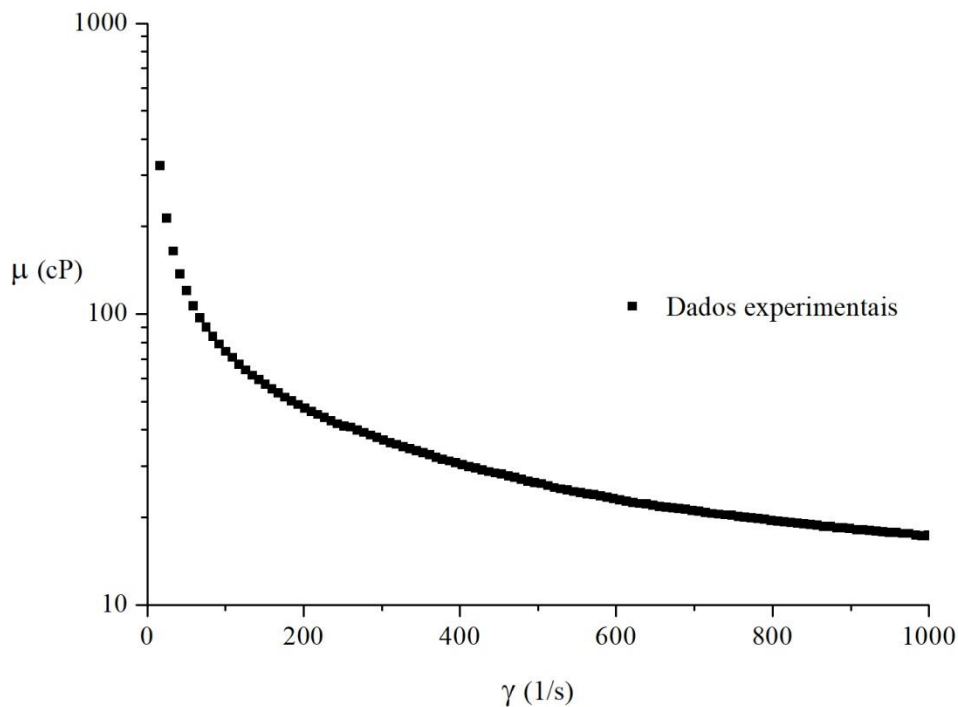


Figura 3.9- Viscosidade dinâmica da solução em função da taxa de cisalhamento.

3.5 – Planejamento experimental para seleção do hidrociclone

Com objetivo de estudar os efeitos das variáveis comprimento da região cilíndrica (L_c), ângulo da região cônica (θ) e diâmetro de abertura do orifício de *underflow* (D_u) nas respostas capacidade (W_a), razão de líquido (R_L), eficiência total de separação de areia (η_{areia}) e eficiência total de separação de esferas (η_{esferas}), realizou-se um planejamento fatorial 3^K , utilizando-se a técnica de superfície de resposta para seleção da geometria mais adequada que conciliasse altas recuperações de areia e esferas. A Tabela 3.1 apresenta os níveis utilizados para as variáveis de estudo selecionadas.

Tabela 3.1- Níveis dos fatores que compõem o planejamento de seleção do hidrociclone.

Nível	θ (°)	L_c (mm)	D_u (mm)
-1	6	42	4
0	7	62	6
1	8	82	8

O planejamento é composto por um total de 27 experimentos e foram realizados nas seguintes condições experimentais:

- concentração volumétrica de areia na alimentação de 1%;
- concentração volumétrica de esferas na alimentação de 1%;
- fluido aquoso com 0,6% em massa de goma xantana;
- pressão de entrada de 25 psi.

A escolha dessas condições experimentais baseou-se no fato de que:

- a concentração volumétrica de sólidos na alimentação de 1% é uma condição clássica no estudo de hidrociclonagem;
- a adição de 0,6% em massa de goma xantana no preparo do fluido possibilitou a obtenção de um fluido com características pseudoplásticas, sem grandes dificuldades de dispersão na unidade experimental;
- 25 psi é a pressão que possivelmente levaria ao menor desempenho na segunda etapa do estudo (onde variou-se a concentração volumétrica de areia e a pressão de entrada). Assim, se o desempenho do hidrociclone nesse primeiro planejamento fosse baixo, a pressão mínima do segundo estudo deveria ser aumentada, pois o aumento na concentração de sólidos diminuiria ainda mais o desempenho do equipamento.

Os resultados obtidos foram tratados pelo software STATISTICA 10.0 permitindo a obtenção de correlações empíricas para as variáveis respostas. As variáveis codificadas representadas por X_{θ} , X_{Lc} e X_{Du} , que representam os valores dos níveis apresentados na Tabela 3.1, são facilmente obtidas pelas Equações 3.1, 3.2 e 3.3, respectivamente.

$$X_{\theta} = \frac{\theta[^\circ] - 7}{1} \quad (3.1)$$

$$X_{Lc} = \frac{Lc(mm) - 62}{20} \quad (3.2)$$

$$X_{Du} = \frac{Du[mm] - 6}{2} \quad (3.3)$$

O conjunto total de 27 experimentos é apresentado na Tabela 3.2.

Tabela 3.2- Planejamento fatorial 3^k .

Experimento	X_{Lc}	X_{θ}	X_{Du}
1	-1	-1	-1
2	-1	-1	0
3	-1	-1	+1
4	-1	0	-1
5	-1	0	0
6	-1	0	+1
7	-1	+1	-1
8	-1	+1	0
9	-1	+1	+1
10	0	-1	-1
11	0	-1	0
12	0	-1	+1
13	0	0	-1
14	0	0	0

Experimento	X_{Lc}	X_{θ}	X_{Du}
15	0	0	+1
16	0	+1	-1
16	0	+1	0
18	0	+1	+1
19	+1	-1	-1
20	+1	-1	0
21	+1	-1	+1
22	+1	0	-1
23	+1	0	0
24	+1	0	+1
25	+1	+1	-1
26	+1	+1	0
27	+1	+1	+1

3.6 – Planejamento experimental para determinação de arraste de esferas

Selecionada uma geometria mais adequada para o hidrociclone, a partir do tratamento de dados obtidos do planejamento experimental apresentado na Tabela 3.2, era desejado estudar os efeitos das variáveis pressão de entrada e concentração volumétrica de areia nas respostas capacidade, razão de líquido, eficiência total de separação de areia e de esferas.

Neste sentido, foi proposto um planejamento fatorial 3^k para estudar como essas duas variáveis afetavam as respostas estudadas com auxílio do software STATISTICA 10.0. O planejamento foi realizado nas seguintes condições experimentais:

- concentração volumétrica de esferas de 5%, por se obter uma densidade da mistura próxima a da água e por questão de disponibilidade do material;
- fluido aquoso com 0,6% em massa de goma xantana.

A Tabela 3.3 apresenta os níveis adotados para as variáveis pressão (P) e concentração volumétrica de areia ($C_{v_{areia}}$).

Tabela 3.3- Níveis dos fatores que compõem o planejamento para determinação do arraste de esferas para corrente de *underflow*.

Nível	P (psi)	Cv _{areia} (%)
-1	25	1
0	35	5
1	45	9

Sendo importante informar aqui, que se utilizando essas condições experimentais foi possível obter massas específicas da suspensão (fluido + areia + esferas) próximas a da água, como pode ser visto:

- suspensão (1% areia, 5% esferas): $\rho_m = 0,99 \text{ g/cm}^3 = 8,27 \text{ lbm/gal}$;
- suspensão (5% areia, 5% esferas) $\rho_m = 1,06 \text{ g/cm}^3 = 8,85 \text{ lbm/gal}$;
- suspensão (9% areia, 5% esferas) $\rho_m = 1,13 \text{ g/cm}^3 = 9,43 \text{ lbm/gal}$.

Estando na faixa de densidade usualmente adotada na perfuração de poços como pode ser visto na Figura 3.10.

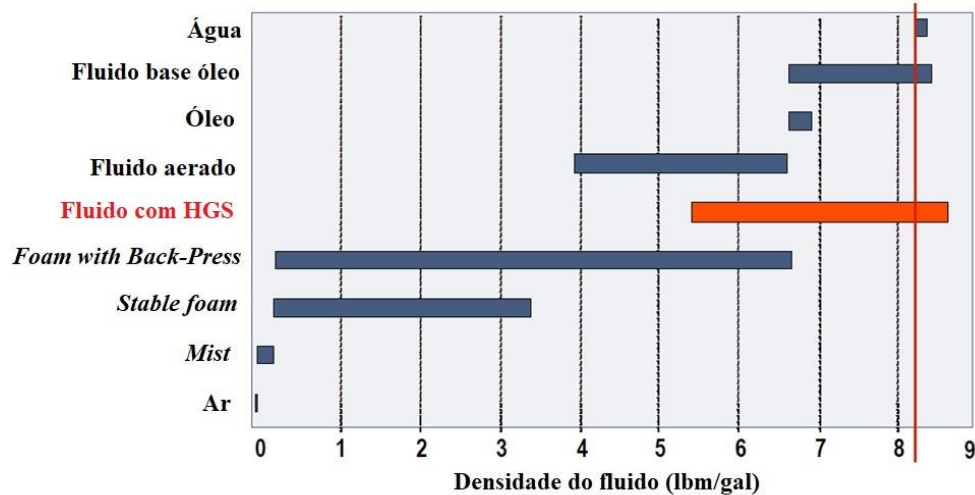


Figura 3.10- Densidade de diferentes fluidos utilizados na perfuração.

As variáveis codificadas de pressão (X_P) e concentração volumétrica de areia ($X_{Cv_{areia}}$) podem ser obtidas, respectivamente, pelas Equações 3.4 e 3.5.

$$X_P = \frac{P[\text{psi}] - 35}{10} \quad (3.4)$$

$$X_{Cv_{areia}} = \frac{Cv_{areia}[\%] - 5}{4} \quad (3.5)$$

A Tabela 3.4 apresenta o planejamento executado na avaliação do efeito de concentração volumétrica de areia e da pressão no arraste de esferas para corrente de *underflow*.

Tabela 3.4- Planejamento para determinação do arraste de esferas.

Experimento	$X_{Cv_{areia}}$	X_P
1	-1	-1
2	-1	0
3	-1	+1
4	0	-1
5	0	0
6	0	+1
7	+1	-1
8	+1	0
9	+1	+1

3.7 – Procedimentos experimentais

Nessa seção serão descritos e detalhados os procedimentos adotados para obtenção dos resultados apresentados nesse estudo.

3.7.1 – Caracterização do material

3.7.1.1 – Análises granulométricas

As análises granulométricas dos sólidos utilizados nesse trabalho foram obtidas por meio da técnica de difração de raio *laser*, utilizando-se na análise o equipamento *MasterSizer* 2000, no Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

Segundo Pereira (2010), o método de difração de raio *laser* baseia-se no fato de que o *laser* ao passar através de uma suspensão sofre difração, sendo ângulo dessa difração inversamente proporcional ao tamanho das partículas presentes na amostra. Essa técnica analítica encontrou vasta aplicação na medida de distribuição de tamanhos de bolhas, gotas, partículas dispersas em água ou ar, etc.

Ainda segundo Pereira (2010), os equipamentos que utilizam essa técnica contém uma fonte laser de comprimento de onda fixo (tipicamente 0,63 μm), um detector apropriado (sendo geralmente uma célula fotoelétrica) com uma série de detectores discretos. O meio de dispersão das partículas pode ser líquido ou gasoso.

Devido as dificuldade de obtenção dos parâmetros ópticos (índice de refração e absorção) dos materiais particulados utilizados, optou-se pela utilização do modelo de Fraunhofer para determinação da distribuição de tamanho das partículas de areia e de esferas ocas de vidro. A metodologia de Fraunhofer dispensa o conhecimento do índice de refração dos materiais sólidos.

O procedimento adotado nas análises é descrito a seguir:

- ajuste das configurações do equipamento de acordo com material e meio dispersante utilizado (água);
- alinhamento dos *lasers* na velocidade de bombeamento de 1400;
- adição de aproximadamente 500 ml de água em um béquer;
- retirada das bolhas e ajuste da velocidade de bombeamento para 1400;
- leitura do *background*;
- adição da amostra de sólidos homogeneizada;
- ajuste da velocidade para 2000;
- leitura da distribuição de tamanhos (5x) fornecendo a média dos ensaios;
- tratamento dos dados obtidos.

3.7.1.2 – Determinação da densidade real dos materiais particulados

A determinação da densidade real da areia e da esfera foi feita no Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia utilizando-se o picnômetro a gás *AccuPyc 1330* da Micromeritics.

O picnômetro a gás determina o volume real de um sólido, poroso ou não, pela variação da pressão do gás numa câmara de volume conhecido. Hélio é o gás mais utilizado por ser inerte e penetrar com certa facilidade os poros da amostra (CARDOSO, 2012).

O funcionamento do equipamento é descrito por Cardoso (2012), o equipamento é composto por duas câmaras de volumes conhecidos, sendo elas: a câmara onde a amostra é colocada e a câmara de expansão. Antes de iniciar a análise, a amostra presente na respectiva câmara é sujeita a um processo de purga com hélio, objetivando a remoção de impurezas e

umidade. Em seguida, o sistema é mantido a pressão atmosférica, a câmara de expansão é isolada, fechando a válvula de expansão e a câmara contendo a amostra é pressurizada com hélio até a pressão de 19 psig, estimando-se assim, o volume do sólido. Posteriormente, a válvula de expansão foi reaberta e a pressão interna reduzida. Sendo todo esse procedimento automático. A densidade então é estimada através da relação entre a massa da amostra (dado de entrada) e o volume de sólido estimado.

O procedimento de preparação da amostra, inserção da amostra no equipamento, e leitura é resumido abaixo:

- material é seco em uma estufa a 105°C por 24 h;
- pesa-se a cubeta de 3,5 cm³;
- adiciona-se a massa de material a cubeta e pesa-se novamente;
- determina-se a massa do material adicionado;
- insere-se a cubeta no picnômetro informando a massa do material adicionado;
- O equipamento realiza 5 medições informando ao final do processo a densidade real média e o desvio padrão.

3.7.1.3 – Análise morfológica das esferas

Para garantir que as esferas de vidro ocas utilizadas nos experimentos não estavam quebradas foi realizado a microscopia eletrônica de varredura garantindo, assim, uma melhor caracterização do material quanto a sua morfologia. As análises foram feitas na Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia, utilizando-se o equipamento Zeiss EVO MA10. O microscópio eletrônico de varredura utiliza feixe de elétrons de alta energia e pequeno diâmetro para geração de sinais na superfície da amostra. Os sinais gerados são coletados por detectores, sendo que os dados são coletados de uma área selecionada e uma imagem bidimensional é formada. Esse equipamento é capaz de realizar análises morfológicas de superfícies de diversos materiais: particulados, polímeros, proteínas, sementes, entre outros.

3.7.2 – Procedimento adotado nos ensaios de hidrocliconagem

3.7.2.1 – Seleção do hidrociclone

Os procedimentos realizados na execução do planejamento experimental apresentado na Tabela 3.2 são listados a seguir:

- preenchia-se o tanque da unidade experimental com aproximadamente 80 L de água da rede de abastecimento;
- a unidade não contava com uma válvula para esgotamento da tubulação, assim, em um experimento prévio o volume de água que permanecia na tubulação foi estimado em 10L;
- calculava-se então, a quantidade total de água presente no sistema (tanque + tubulação) somando-se 10L a quantidade de água presente no tanque.
- ligava-se o sistema de agitação e bombeamento, deixando a válvula de *by-pass* aberta;
- adicionava-se a quantidade de goma xantana necessária para garantir uma concentração mássica de 0,6%;
- o sistema de bombeamento e agitação era ligado no máximo, visando à completa dispersão da goma xantana adicionada (quando não era mais observado grumo de goma xantana);
- após a completa dispersão da goma xantana, era adicionado formol na concentração de 1 ml por grama de goma xantana adicionado. Em seguida, o sistema era deixado em repouso por 24 h;
- após 24 h era feito o reograma do fluido e comparado com o reograma de uma solução aquosa padrão de goma xantana a 0,6% em massa;
- garantido a concentração mássica de goma xantana no fluido o sistema de agitação e bombeamento era religado;
- adiciona-se a quantidade de areia e esferas para garantir uma concentração volumétrica de 1% de areia e 1% de esferas;
- após a completa homogeneização da solução (não era observado acúmulo de areia no fundo do tanque, nem predominância de coloração branca devido a esferas próximo a superfície do tanque) a válvula de *by-pass* era fechada, direcionando o fluxo para o hidrociclone ;
- o sistema de controle era ajustado para uma pressão de entrada de 25 psi;
- com a estabilização da pressão e da corrente de alimentação o experimento era iniciado. A interface gráfica do sistema de controle é apresentada no APÊNDICE E;
- a vazão da corrente de alimentação era mensurada pelo medidor de vazão enquanto a vazão da corrente de *underflow* era mensurada através da coleta cronometrada dessa corrente em um béquer de 2 L;
- por fim, eram coletadas amostras das correntes de alimentação e *underflow* (em triplicata) em béqueres de 100 mL previamente pesados;

- após o fim dos testes com uma geometria, a válvula de by-pass era reaberta e os módulos eram trocados, a fim de se obter uma nova geometria para teste;
- adicionava-se ao sistema certa quantidade de fluido e sólidos para garantir a manutenção das concentrações durante todos os 27 experimentos.

3.7.2.2 – Determinação da ocorrência do arraste de esferas

Os procedimentos realizados na execução do planejamento experimental apresentado na Tabela 3.4 são listados na sequência:

- preenchia-se o tanque da unidade experimental com aproximadamente 80 L de água da rede de abastecimento;
- a unidade não contava com uma válvula para esgotamento da tubulação, assim, em um experimento prévio o volume de água que permanecia na tubulação foi estimado em 10L;
- calculava-se a quantidade total de água presente no sistema (tanque + tubulação) somando-se 10L a quantidade de água presente no tanque.
- ligava-se o sistema de agitação e bombeamento deixando a válvula de *by-pass* aberta;
- adicionava-se a quantidade de goma xantana necessária para garantir uma concentração mássica de 0,6%;
- o sistema de bombeamento e agitação era ligado no máximo, visando à completa dispersão da goma xantana adicionada (quando não era mais observado grumo de goma xantana);
- após a completa dispersão da goma xantana, era adicionado formol na concentração de 1 mL por grama de goma xantana adicionado. Em seguida, o sistema era deixado em repouso por 24 h;
- após 24 h, era feito o reograma do fluido e comparado com o reograma de uma solução aquosa padrão de goma xantana a 0,6% em massa;
- garantido a concentração mássica de goma xantana no fluido, o sistema de agitação e bombeamento era religado;
- adiciona-se a quantidade de areia e esferas para garantir uma concentração volumétrica de 1% de areia e 5% de esferas;
- após a completa homogeneização da solução a válvula de by-pass era fechada, direcionando o fluxo para o hidrociclone;
- o sistema de controle era ajustado para uma pressão de entrada de acordo com o planejamento proposto;

- com a estabilização da pressão e da corrente de alimentação o experimento era iniciado;
- a vazão da corrente de alimentação era mensurada pelo medidor de vazão, enquanto a vazão da corrente de *underflow* era mensurada através da coleta cronometrada dessa corrente em um béquer de 2 L;
- eram realizadas as coletadas amostras das correntes de alimentação e *overflow* (em triplicata) em béqueres de 100 mL previamente pesados;
- após a coleta de amostras, ocorria à reposição de fluido e sólidos para garantir as condições experimentais previstas no planejamento.

3.7.3 – Procedimento adotado para determinação das concentrações mássicas de esferas e areia nas correntes coletadas

Para determinar a composição das amostras coletadas foi adotado o seguinte procedimento:

- logo após a coleta, os béqueres eram pesados, possibilitando obter a massa da amostra coletada;
- cada amostra era diluída e colocada em um balão de decantação por 24 h;
- após 24 h, areia era retirada pela abertura da válvula inferior do balão de decantação e colocada em um béquer;
- o béquer era colocado para secar durante 24h em uma estufa a 105°C, e depois era pesado, possibilitando determinar a massa de areia da amostra coletada;
- todo material que sobrou após a retirada da areia do balão de decantação era filtrado em um sistema a vácuo, utilizando-se um papel de filtro de abertura de poros de 3 µm;
- após a filtragem o papel de filtro era colocado em uma estufa a 105°C por 4 h e depois era pesado, possibilitando determinar a massa de esferas das amostras.

Um esquema representando o procedimento adotado e apresentado na Figura 3.11.

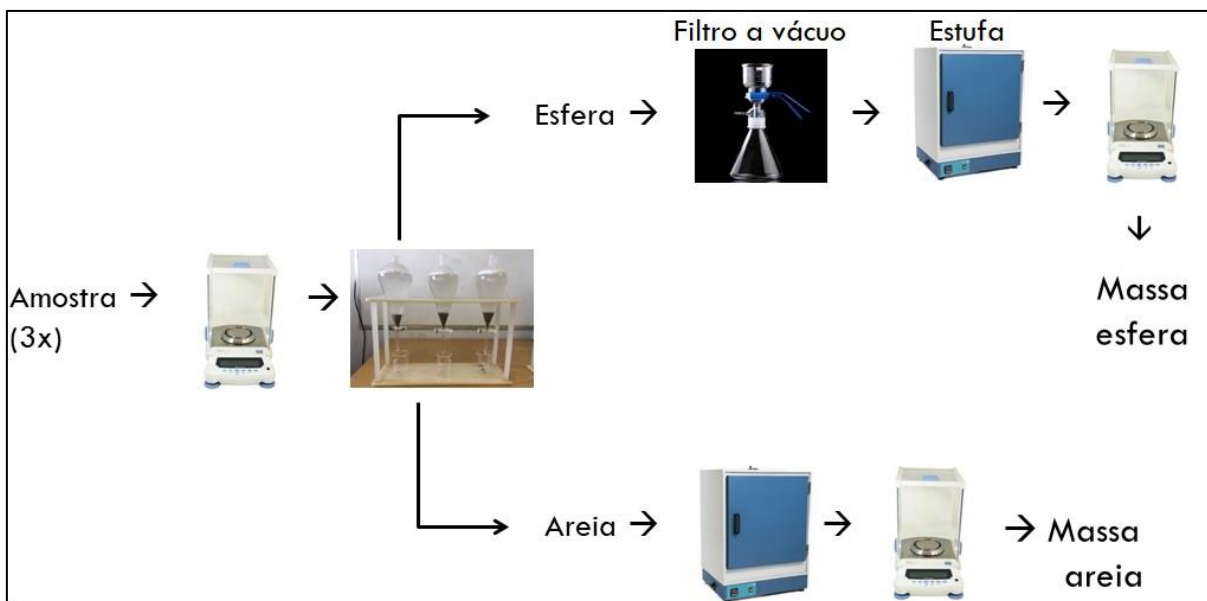


Figura 3.11- Procedimento para determinação das massas de areia e esferas da amostra.

CAPÍTULO 4 – Resultados e Discussões

Nesse capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos através da realização dos planejamentos e procedimentos experimentais descritos no capítulo de Material e Métodos.

4.1 – Resultados obtidos para seleção do hidrociclone

Os resultados completos obtidos na realização dos ensaios referentes ao planejamento apresentado na Tabela 3.2 são apresentados no APÊNDICE C.

O tratamento estatístico desses resultados possibilitou a obtenção de expressões empíricas para as variáveis respostas capacidade (W_a), razão de líquido (R_L) e eficiência total de separação de esferas (η_{esferas}) em função das variáveis independentes codificadas selecionadas para o estudo (X_{LC} , X_{θ} , X_{Du}). Essas expressões são apresentadas em sua forma matricial nas Equações 4.1, 4.2 e 4.3 e apresentam apenas as variáveis que afetaram significativamente as respostas, considerando nível de significância de 5%.

Cabe informar aqui, que para resposta eficiência total de separação de areia (η_{areia}) não foi possível obter uma expressão, uma vez que as variáveis geométricas escolhidas para estudo não apresentaram efeitos significativos. Uma possível explicação é o fato da areia utilizada no estudo apresentar uma alta densidade e tamanho relativamente grande para aplicação de mini-hidrociclones. Com isso, independentemente da geometria utilizada, uma alta recuperação de areia na corrente de *underflow* foi atingida, girando em torno de 97%.

$$W_a \left(\frac{\text{kg}}{\text{h}} \right) = 1430,53 + \begin{bmatrix} 23,57 \\ 34,26 \\ -32,28 \end{bmatrix} X^T + X^T \begin{bmatrix} 0 & 0 & 15,57 \\ 0 & -7,82 & 0 \\ 15,57 & 0 & -12,01 \end{bmatrix} X \quad (4.1)$$

$$R_L (\%) = 33,76 + \begin{bmatrix} -1,22 \\ 13,47 \\ -3,09 \end{bmatrix} X^T + X^T \begin{bmatrix} 0 & -0,73 & 0 \\ -0,73 & 0 & -0,94 \\ 0 & -0,94 & 0 \end{bmatrix} X \quad (4.2)$$

$$\eta_{\text{esferas}} (\%) = 66,60 + \begin{bmatrix} 0 \\ -13,20 \\ 2,37 \end{bmatrix} \mathbf{X}^T + \mathbf{X}^T \begin{bmatrix} 0 & 0,94 & 0 \\ 0,94 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \mathbf{X} \quad (4.3)$$

O vetor de variáveis independentes codificadas \mathbf{X} é dado pela Equação 4.4.

$$\mathbf{X} = \begin{bmatrix} X_{Lc} \\ X_{Du} \\ X_{\theta} \end{bmatrix} \quad (4.4)$$

Observa-se a partir das equações apresentadas anteriormente que todas as variáveis estudadas afetaram significativamente pelo menos uma resposta de interesse. Os valores de R^2 encontrados para as Equações 4.1, 4.2 e 4.3 foram de 0,938; 0,9758 e 0,9483, respectivamente. Esses valores de R^2 demonstram que os modelos propostos conseguem explicar satisfatoriamente a variabilidade dos dados obtidos.

Pela Equação 4.1 pode-se observar que a variável diâmetro de *underflow* (X_{Du}) apresentou efeito positivo individualmente e negativo quadrático. Como o efeito individual é muito maior que o efeito quadrático, pode-se afirmar que o diâmetro de *underflow* tem efeito positivo na capacidade de processamento do equipamento. Já variável comprimento da região cilíndrica (X_{Lc}) tem efeito individual positivo tanto em sua forma individual quanto na sua interação com a variável ângulo da região cônica.

De maneira geral, segundo Mognon (2015) pode-se relacionar um aumento na vazão de alimentação (W_a) com a redução das restrições físicas impostas por cada variável e o aumento do volume disponível dentro do equipamento imposta com a mudança de cada variável. Isso explica o fato do incremento de X_{Du} e X_{Lc} proporcionar um aumento no fluxo do equipamento, e assim, aumentar W_a .

Com relação a variável ângulo da região cônica (X_{θ}) pouco se pode concluir pela simples análise da Equação 4.1, uma vez, que os efeitos da variável individual e quadrático apresentam efeitos negativos mas, a sua interação com X_{Lc} apresenta efeito positivo da mesma ordem de grandeza da variável individual.

Os efeitos sobre a capacidade podem ser mais bem visualizados e compreendidos com o auxílio de superfícies de resposta apresentadas na Figura 4.1, sendo que para facilitar os eixos são representados pelas variáveis originais. Na construção das superfícies, o nível para a terceira variável (aquela não representada no eixo) foi o nível intermediário (0).

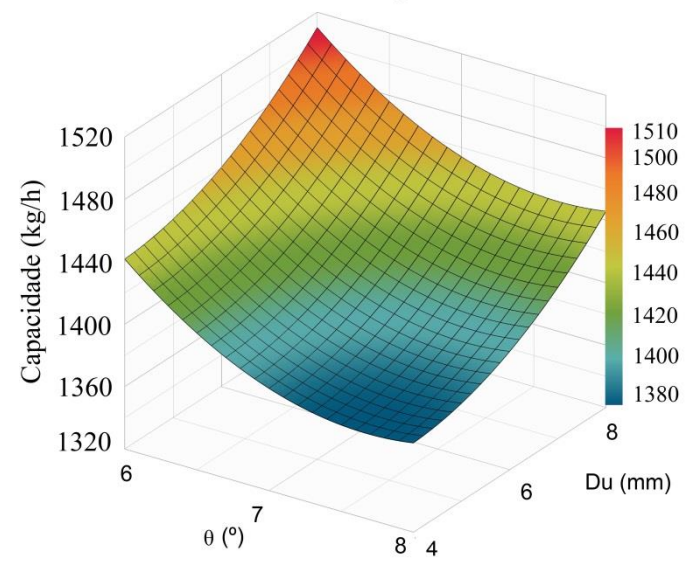
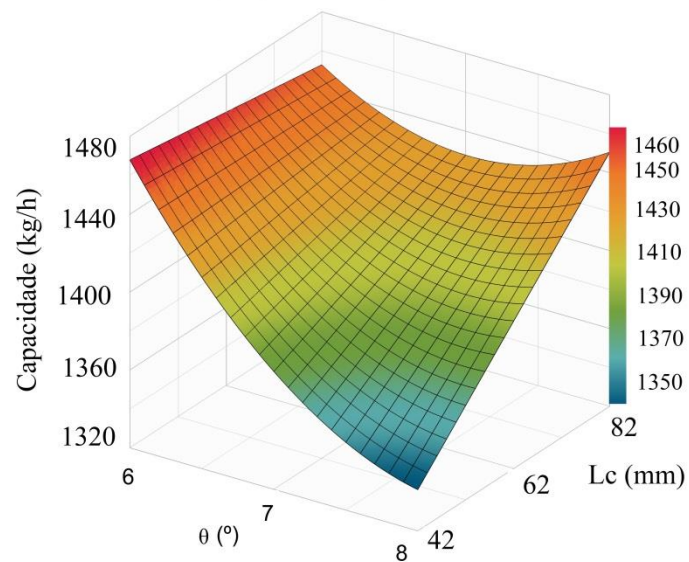
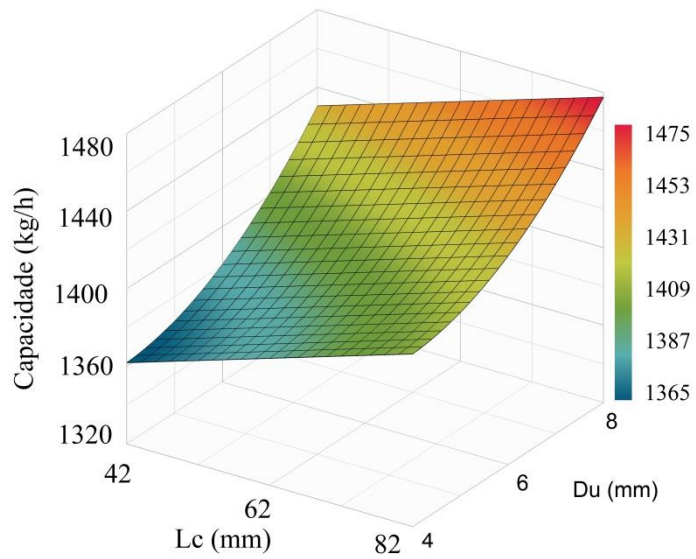


Figura 4.1 – Superfícies de resposta para capacidade (W_a).

Com relação à razão de líquido (R_L), o efeito do diâmetro de *underflow* foi o mais expressivo, e como esperado, um aumento na dimensão dessa variável geométrica ocasionou um aumento na razão de líquido já que o efeito da variável individual é muito maior que os efeitos de interação.

O ângulo da região cônica tem efeito inversamente proporcional à razão de líquido, sendo o segundo efeito mais significativo sobre essa resposta. Segundo Bradley (1965) para um diâmetro fixo de abertura de *underflow*, o aumento do ângulo de cone ocasiona um aumento no diâmetro do *air core*, contribuindo assim, para diminuição da vazão da corrente de *underflow*, e conseqüentemente, da R_L . Já Mognon (2015) alerta para o fato de que a diminuição de θ acarreta a redução das restrições aplicadas ao fluxo descendente de fluido no interior do equipamento, contribuindo assim, para o aumento da R_L .

A variável comprimento da região cilíndrica, de maneira não esperada, apresentou um efeito negativo sobre a R_L . Como o aumento do comprimento da região cilíndrica contribui para diminuição da restrição aplicada ao fluxo descendente, era esperado que essa variável tivesse ou um pequeno efeito positivo sobre R_L .

A explicação para esse fato reside em como o planejamento proposto na Tabela 3.2 foi executado. Sabe-se da importância da aleatoriedade da ordem de execuções dos experimentos e devido à facilidade de troca dos módulos de *underflow* e ângulo da região cônica optou-se por realizar primeiro todos os experimentos com o menor nível de L_c , randomizando a ordem dos módulos que alteram θ e D_u . O mesmo foi feito depois para o nível intermediário e maior de L_c .

Como a unidade experimental não é dotada de um dispositivo de controle de temperatura, a agitação mecânica e o bombeamento contínuo que a mistura era submetida, ocasionava o aumento de temperatura durante a execução dos experimentos. Essa variação atingiu até 17°C entre o primeiro para o último experimento do dia. Assim, quando mudava-se os módulos que variavam L_c a temperatura já se encontrava mais elevada se comparada ao nível menor de L_c utilizado anteriormente, e por conseqüência a viscosidade da mistura era menor.

Mognon (2015) utilizando os mesmos módulos utilizados no presente trabalho e demonstrou o forte efeito positivo da viscosidade sobre a razão de líquido. Segundo o autor essa influência positiva está ligada a maior dificuldade de inversão do fluxo helicoidal

descendente para a direção do duto de *overflow*, ocasionando, portanto uma maior descarga de fluido pela corrente inferior.

Como isso, o efeito negativo de L_c na razão de líquido deve-se na verdade a menor viscosidade do fluido, e não à mudança dessa variável geométrica. As superfícies de respostas obtidas para a R_L são apresentadas na Figura 4.2. Na construção das superfícies, o nível para a terceira variável (aquela não representada no eixo) foi o nível intermediário (0).

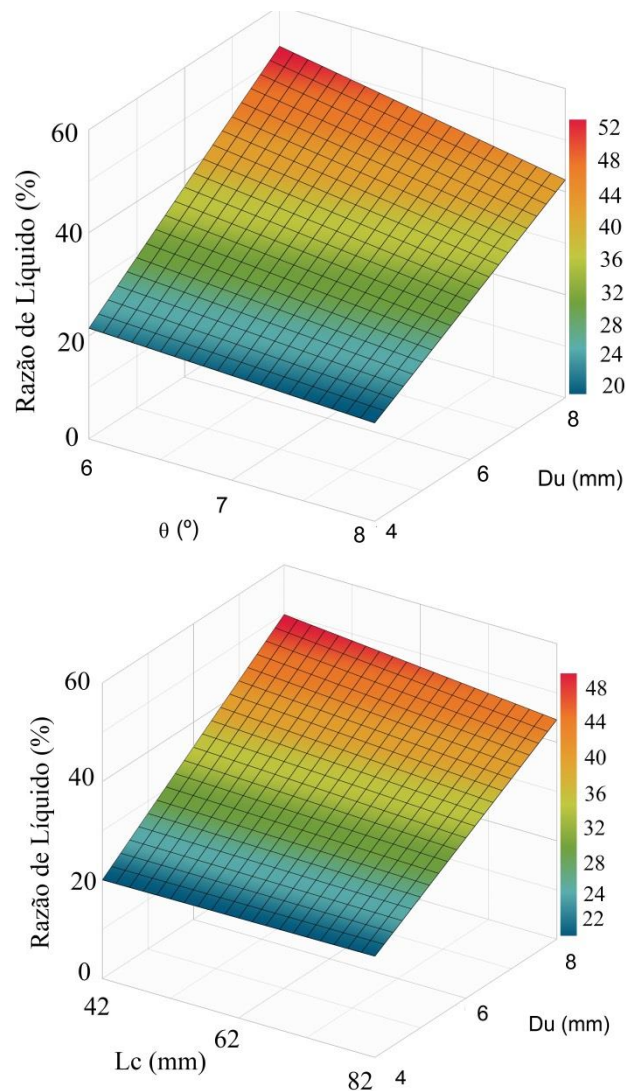


Figura 4.2 – Superfícies de respostas para razão de líquido (R_L).

No que diz respeito à eficiência total de separação de esferas (η_{esferas}), o efeito do aumento do diâmetro de *underflow* é mais uma vez o mais significativo. Como um aumento de D_u ocasiona um maior direcionamento do fluido para corrente de *underflow*, uma maior quantidade de esferas é direcionada para essa corrente, diminuindo assim, a recuperação de esferas na corrente de *overflow*.

Comparando-se as Equações 4.3 e 4.2 observa-se que os coeficientes para as variáveis codificadas X_θ e a interação $X_{Lc} X_{Du}$ invertem de sinal. Com isso, conclui-se que as condições que favorecem a razão de líquido desfavorece o direcionamento de esferas para corrente de *overflow*, e conseqüentemente diminui η_{esferas} . As superfícies de resposta para eficiência total de separação de esferas são apresentadas na Figura 4.3.

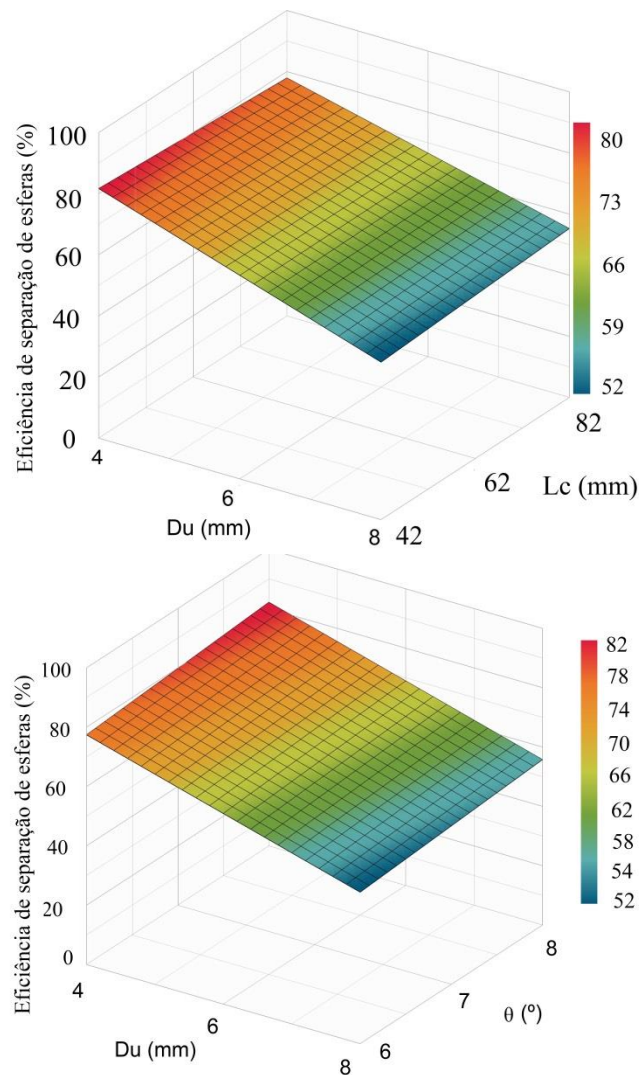


Figura 4.3- Superfícies de respostas para eficiência total de separação de esferas.

4.1.1 – Verificação dos modelos propostos

Para analisar melhor a precisão e exatidão das correlações empíricas propostas para W_a , R_L e η_{esferas} foi feita a comparação dos valores previstos pelas Equações 4.1, 4.2 e 4.3, considerando o nível de significância de 5%, e os valores observados experimentalmente. As Figuras 4.4, 4.5 e 4.6 ilustram essa análise. Tem-se que de modo geral, as equações propostas

se mostraram coerentes quantitativamente e qualitativamente com os resultados experimentais observado nos ensaios.

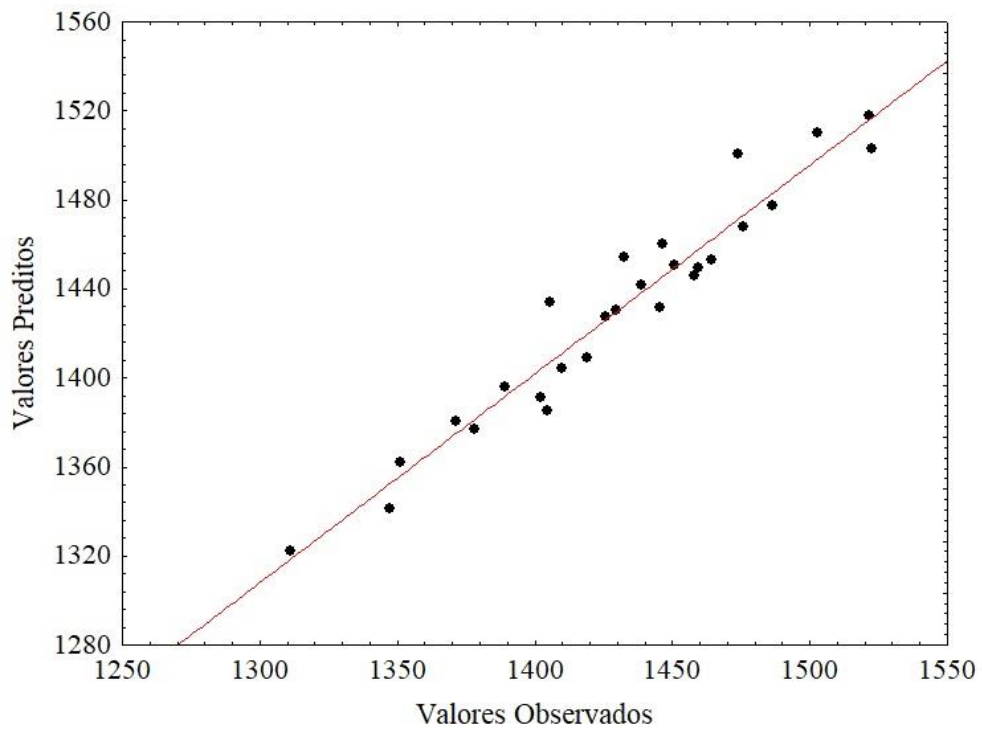


Figura 4.4 – Valores preditos e observados para capacidade.

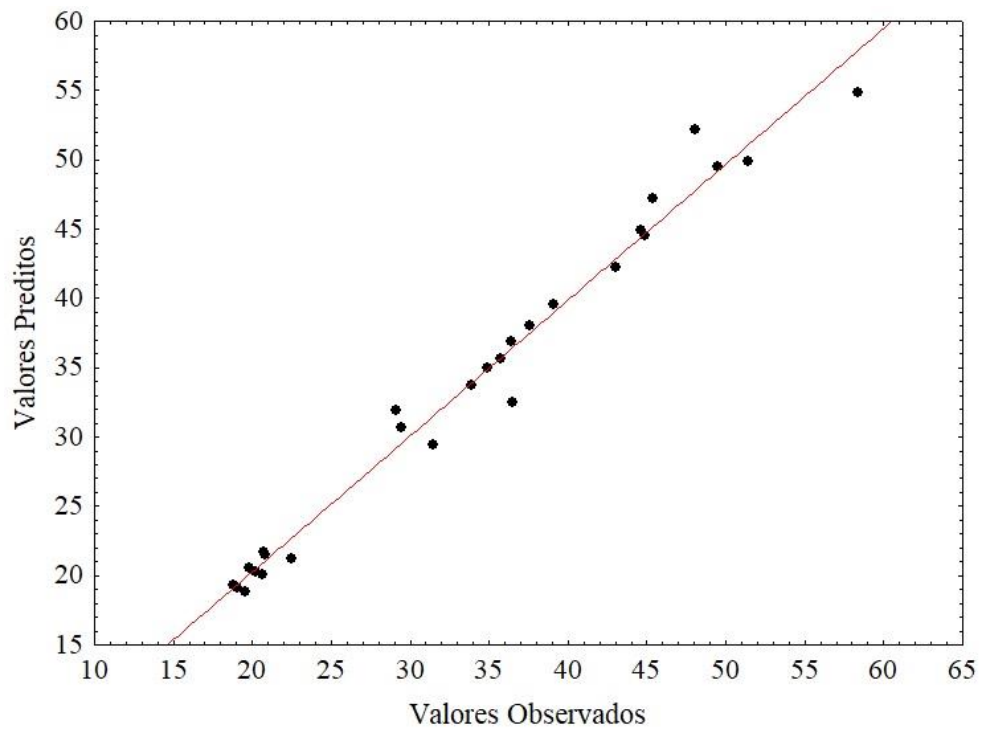


Figura 4.5 – Valores preditos e observados para razão de líquido.

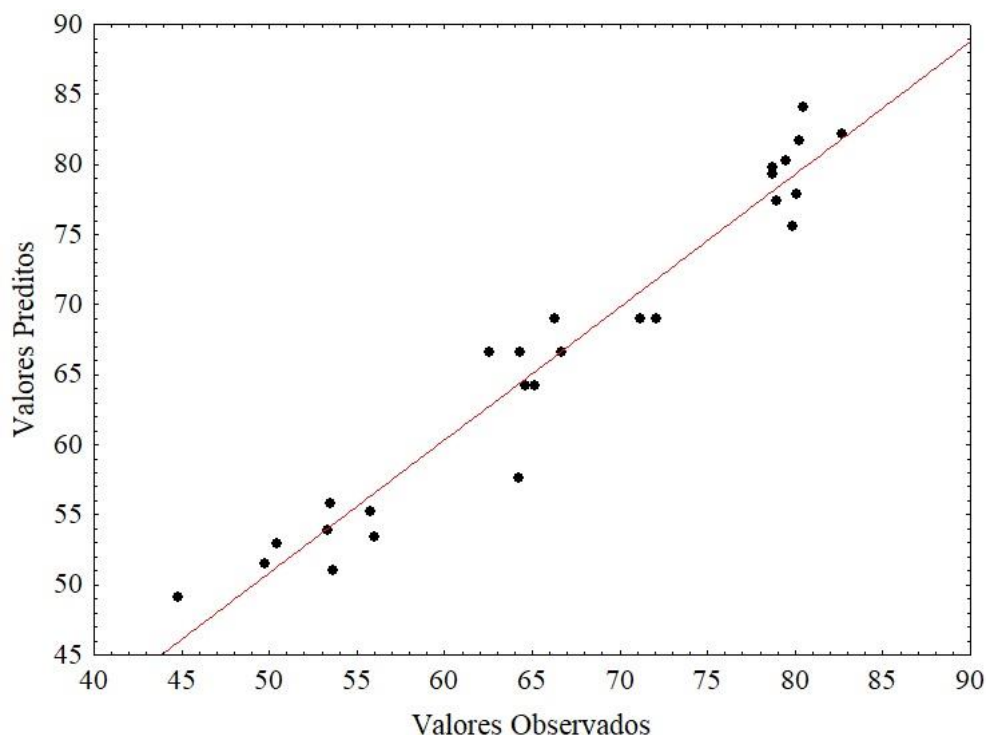


Figura 4.6 – Valores preditos e observados para eficiência total de separação de esferas.

Na análise de regressão múltipla algumas hipóteses são assumidas, como, a variância dos erros ser constante e os erros apresentarem uma distribuição normal. Para validar o modelo essas hipóteses devem ser então confirmadas. Para testar a homocedasticidade (variância dos erros constante) pode-se utilizar o gráfico dos resíduos em função dos valores preditos, sendo que os resíduos devem estar bem distribuídos em torno de zero sem apresentar uma tendência. Quanto à hipótese da normalidade, esta pode ser checada a partir do gráfico de probabilidade normal dos resíduos, sendo que os pontos devem se localizar próximos à linha normal e a banda construída a partir do nível de significância adotado, sendo nesse estudo 5%. A partir das análises das Figuras apresentadas no APÊNDICE F, observa-se que os resíduos estão bem distribuídos em torno de zero, e mesmo que alguns pontos, no gráfico de probabilidade normal dos resíduos, se apresentem um pouco fora da banda isso não invalida a tendência normal do erro.

Como visto, não foi possível obter modelos para eficiência total de separação de areia. Como em todas as configurações testadas altas eficiências de separação foram alcançadas, a variação observada na eficiência de areia, entre os experimentos em grande parte fica dentro do erro experimental da medida, impossibilitando o ajuste. A Figura 4.7 apresenta as eficiências de separação de areia com seus respectivos erros padrão.

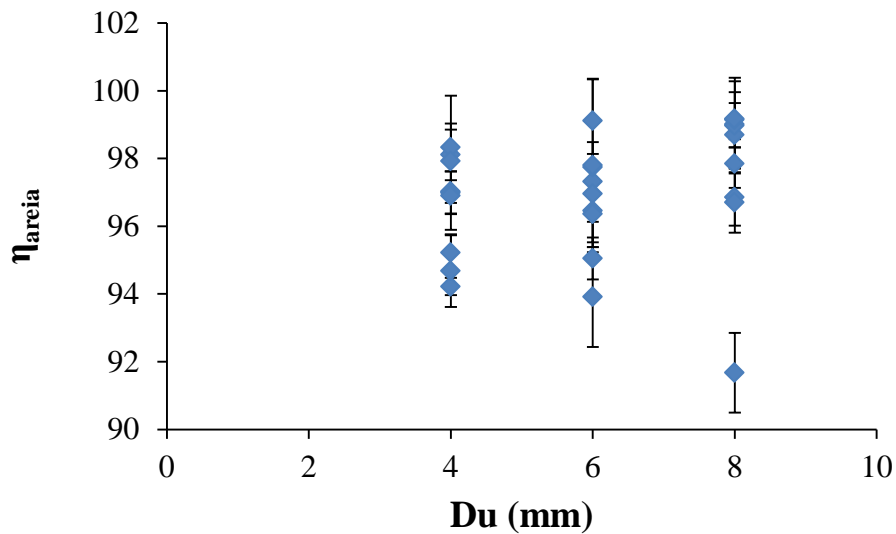


Figura 4.7- Eficiências de separação de área obtidas e os respectivos erros padrão.

4.1.2 – Relação entre razão de líquido e eficiência total de separação de esferas para os experimentos de seleção do hidrociclone

Segundo Svarovsky (2000), se uma fração do líquido (R_L) é direcionada para corrente de *underflow*, uma mesma fração de todos os sólidos, presentes na corrente de alimentação, também será direcionada para essa corrente independentemente de suas taxas de sedimentação. Fenômeno conhecido como efeito T.

A Figura 4.8 correlaciona os valores de eficiência total de separação de esferas e razão de líquido obtidos durante a execução do planejamento experimental para seleção da geometria do hidrociclone. Observa-se uma tendência linear, onde a eficiência total de separação de esferas é inversamente proporcional à razão de líquido. Além disso, nota-se que para razões de líquidos próximas a 20% a eficiência total de separação de esferas é de aproximadamente 80%, resultado que demonstra que a fração de 20% esferas que foi direcionada para corrente de *underflow* ocorre quase que exclusivamente devido à divisão de fluxo (efeito T) e não devido à ação da força centrífuga. Em outras palavras, se fossem definidas eficiências de esferas em relação a corrente de *underflow* e determinadas as eficiências reduzidas de esferas, como definido pela Equação 2.17, obter-se-iam valores próximos à zero.

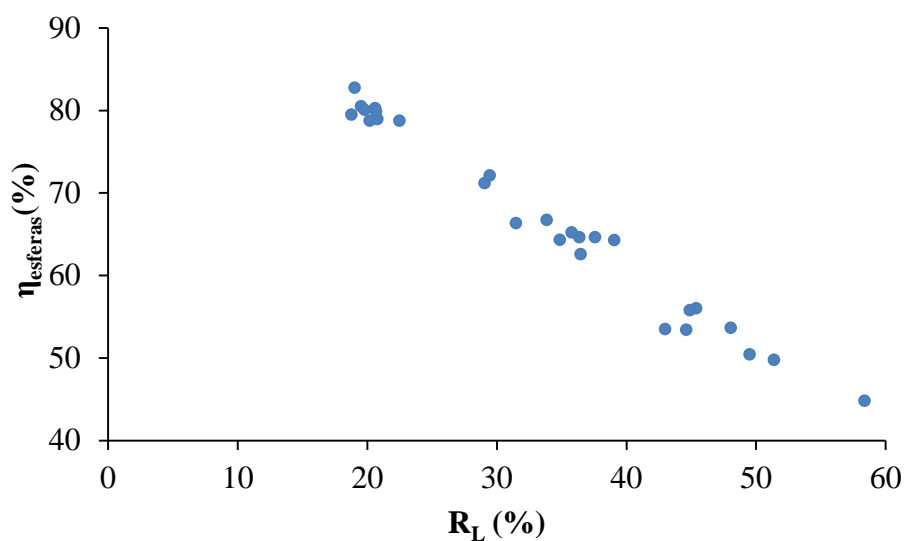


Figura 4.8 – Eficiência total de separação de esferas em função da razão de líquido para os experimentos de seleção do hidrociclone.

4.1.3 – Determinação da configuração do hidrociclone

Como para todas as geometrias testadas altas eficiências de separação de areia foram alcançadas, a seleção dos parâmetros geométricos do hidrociclone baseou-se na escolha do hidrociclone que maximizasse a recuperação de esferas na corrente de *overflow*.

Como visto, as duas variáveis que mais afetaram a resposta eficiência total de separação de esferas foram o diâmetro de abertura do *underflow*, de forma negativa, e o ângulo da região cônica, de forma positiva. Assim, optou-se pela seleção do menor diâmetro de abertura do orifício de *underflow* e maior ângulo.

Como o efeito do comprimento da região cilíndrica não foi tão significativo para separação de esferas, optou-se pelo maior comprimento da região cilíndrica visto que quanto maior essa dimensão maior a capacidade do equipamento. A Tabela 4.1 apresenta a configuração selecionada.

Tabela 4.1 – Configuração geométrica do hidrociclone selecionado.

Variável	Valor
Lc	82 mm
θ	8°
Du	4 mm

4.2 – Resultados obtidos para determinação do arraste de esferas

O conjunto completo dos resultados obtidos na realização do planejamento apresentado na Tabela 3.4 podem ser conferidos no APÊNDICE D.

O tratamento estatístico dos resultados possibilitou a obtenção de expressões empíricas para vazão de alimentação ou capacidade do equipamento (W_a), eficiência total de separação de areia (η_{areia}), razão de líquido (R_L) e eficiência total de separação de esferas (η_{esferas}). Essas expressões são apresentadas pelas Equações 4.5, 4.6, 4.7 e 4.8 constando apenas as variáveis que influenciaram significativamente a resposta adotando um nível de significância de 5%.

$$W_a \left(\frac{\text{kg}}{\text{h}} \right) = 1923,81 + \begin{pmatrix} 261,22 \\ 255,44 \end{pmatrix} Y^T + Y^T \begin{pmatrix} -18,78 & 38,83 \\ 38,83 & 9,22 \end{pmatrix} Y \quad (4.5)$$

$$\eta_{\text{areia}} (\%) = 88,01 + \begin{pmatrix} -15,31 \\ 0 \end{pmatrix} Y^T + Y^T \begin{pmatrix} 7,16 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} Y \quad (4.6)$$

$$R_L (\%) = 13,87 + \begin{pmatrix} -5,66 \\ -0,45 \end{pmatrix} Y^T + Y^T \begin{pmatrix} -1,49 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} Y \quad (4.7)$$

$$\eta_{\text{esferas}} (\%) = 87,83 + \begin{pmatrix} 5,05 \\ 0,35 \end{pmatrix} Y^T + Y^T \begin{pmatrix} 2,01 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} Y \quad (4.8)$$

Em que o vetor de variáveis codificadas Y e dado pela Equação 4.9.

$$Y = \begin{pmatrix} X_{Cv_{\text{areia}}} \\ X_P \end{pmatrix} \quad (4.9)$$

Nota-se a partir das equações anteriores, que com exceção da η_{areia} , tanto pressão quanto a concentração volumétrica de areia na alimentação foram significativas para as respostas de interesse. Os valores de R^2 encontrados para as equações propostas foram de 0,999; 0,997; 0,998 e 0,997 para W_a , η_{areia} , R_L e η_{esferas} , respectivamente. O que demonstra que essas equações são capazes de prever o comportamento das respostas dentro da faixa estudada.

Partindo-se da análise da Equação 4.5, observa-se que tanto a concentração volumétrica de areia quanto a pressão exerceram forte efeito positivo na capacidade vazão de entrada do equipamento. O efeito positivo de $X_{Cv_{\text{areia}}}$ era esperado, uma vez que o aumento

na concentração de areia na solução contribui para o aumento da densidade da solução e, como o sistema de bombeamento não demonstrou qualquer limitação, não haveria motivo para observar uma diminuição do fluxo de solução direcionado ao equipamento. Lynch *et al.* (1975) também observaram que a capacidade aumentava, quando em uma pressão de entrada constante aumentava-se a concentração de sólidos na faixa de 0 a 15%, acima dessa faixa os autores observaram comportamento contrário. Já no que diz respeito à pressão, o comportamento exibido já era esperado pelo fato da pressão ser a força motriz responsável pelo escoamento no interior do hidrociclone.

Outro fato que pode ser observado analisando a Figura 4.9, que contrasta o comportamento da capacidade frente à pressão e a concentração volumétrica de areia na alimentação, é o fato de para pressões maiores o efeito positivo da Cv_{areia} ser maior. Isso pode ser explicado pelo aumento da temperatura, já citado, que ocorre durante a realização dos experimentos, sendo importante ressaltar, que o efeito da temperatura sobre a viscosidade não seguiu uma tendência linear.

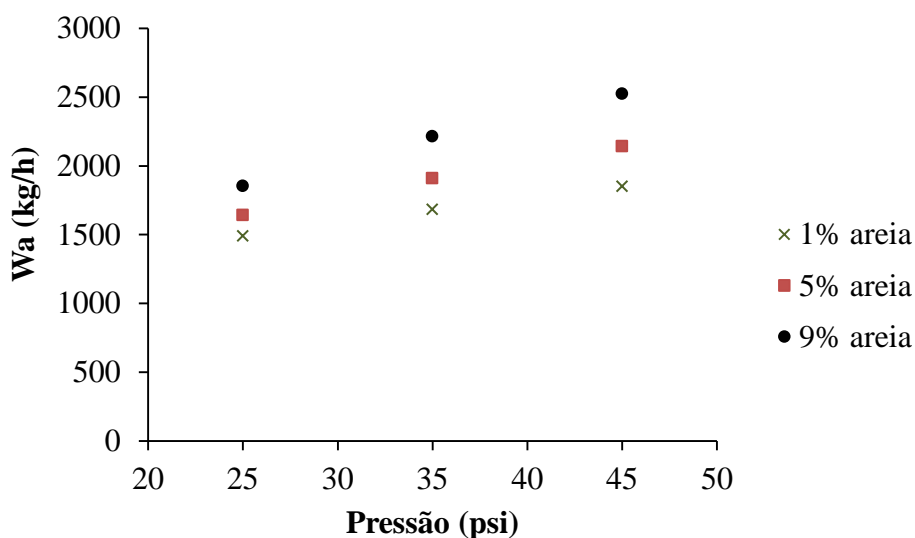


Figura 4.9 – Capacidade para diferentes pressões e concentrações volumétricas de areia.

No que diz respeito à eficiência total de separação de areia, a única variável que afetou significativamente a resposta foi a concentração volumétrica de areia na alimentação. A partir da Figura 4.10 observa-se que a mudança de concentração volumétrica de areia na alimentação de 1% para 5% pouco afetou a resposta. No entanto, com o aumento da concentração volumétrica para 9% a eficiência total de separação de areia caiu drasticamente. Isso demonstra que para concentrações acima de 5% os efeitos de interação partícula –

partícula tende a reduzir a velocidade de sedimentação de maneira significativa, diminuindo, assim, a eficiência total de separação de areia.

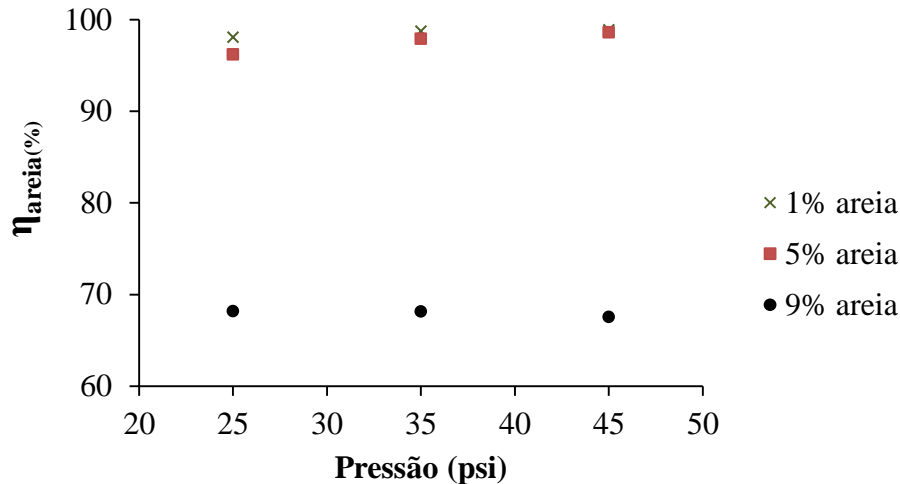


Figura 4.10 – Eficiência total de separação da areia para diferentes pressões e concentrações volumétricas de areia.

A partir da análise das Equações 4.7 e 4.8, nota-se que assim como nos experimentos para seleção do hidrociclone, os efeitos das variáveis estudadas apresentam sinais opostos para R_L e η_{esferas} , sendo o efeito da concentração volumétrica de areia na alimentação o mais significativo em ambas respostas. Como o efeito de $X_{Cv_{\text{areia}}}$ é positivo na Equação 4.8, conclui-se que na faixa estudada o aumento da concentração de areia na alimentação, não ocasionou o arraste de esferas para corrente de *underflow*.

Além disso, a análise dos dados apresentados no APENDICE E mostra que mais uma vez, η_{esferas} apresenta um comportamento linear e inversamente proporcional à R_L . Nota-se também, que para um valor X% de razão de líquido, a eficiência total de separação de esferas assume valor de aproximadamente (100-X)%, indicando mais uma vez que a separação de esferas no equipamento ocorre quase que exclusivamente devido a divisão de correntes e não devido ao campo centrífugo gerado no equipamento. A Figura 4.11 contrasta essas duas grandezas.

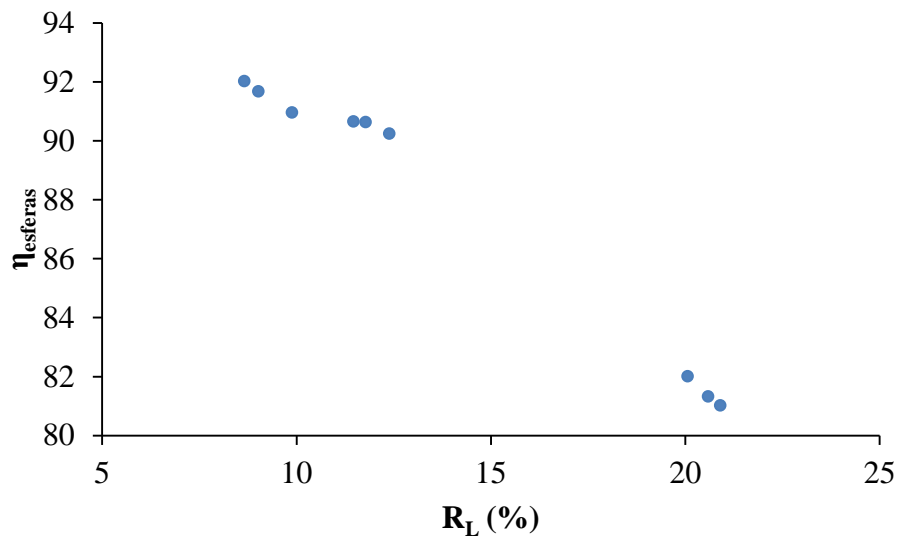


Figura 4.11 – Eficiência total de separação em função da razão de líquido para os experimentos de determinação do arraste de esfera

O efeito negativo de $X_{Cv_{\text{areia}}}$ sobre a resposta R_L ocorre devido principalmente ao acúmulo de sólidos na região cônica. Como visto na seção 2.4.1, o acúmulo de sedimento na região cônica do equipamento força grande parte da mistura sólido-líquido alimentada a deixar o equipamento pela corrente de *overflow*. Devido a esse maior direcionamento da mistura alimentada para corrente de *overflow*, sólidos que deveriam deixar o equipamento pela corrente de *underflow* acabam sendo arrastados para corrente de *overflow*. Isso explica também, a grande queda da eficiência total de separação quando $X_{Cv_{\text{areia}}}$ está em seu maior nível (9% em volume de areia na alimentação). A Figura 4.12 apresenta fotos das descargas do *underflow* para o experimento a 1% de areia (a), para 5% de areia (b) e para 9% de areia na alimentação (c) podendo-se assim identificar os regimes de operação do Hidrociclone, como apresentado na seção 2.5.2.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.12 – (a) regime spray (1% areia); (b) descarga combinada (5% areia); (c) regime corda (9% areia)

CAPÍTULO 5 - Conclusões

As conclusões obtidas a partir das análises dos resultados do estudo da seleção da geometria e do estudo de análise do arraste de esferas são apresentados a seguir.

5.1 – Conclusões do estudo da seleção do hidrociclone

- O estudo para a seleção de uma geometria possibilitou a obtenção de expressões empíricas que correlacionam as respostas W_a , R_L , η_{esferas} com as variáveis geométricas selecionadas para o estudo (L_c , D_u e θ). Essas expressões apresentaram coeficientes de determinação superiores a 0,93.
- Devido à elevada densidade e tamanho relativamente grande, uma alta eficiência de separação de areia (η_{areia}) foi alcançada para todas as geometrias testadas, o que demonstra que as variáveis escolhidas para estudo pouco afetou essa resposta.
- O direcionamento de parte das esferas alimentadas para a corrente de *underflow* deu-se quase que exclusivamente devido ao efeito de divisão de correntes e não devido à ação do campo centrífugo.
- Como altas eficiências totais de separação de areia foram alcançadas independentemente da geometria utilizada, a escolha dos parâmetros geométricos foi baseada nas condições que maximizaram a resposta η_{esferas} . Como L_c foi uma variável que não afetou muito a capacidade do equipamento e não afetou muito η_{esferas} , optou-se por selecionar o L_c que maximizasse a resposta capacidade. Assim, a partir das correlações empíricas os seguintes valores foram obtidos para composição da geometria do hidrociclone: $\theta=8^\circ$, $D_u= 4\text{mm}$ e $L_c= 82$.

5.2 – Conclusões do estudo da ocorrência do arraste de esferas

- Os resultados obtidos permitiram à obtenção de expressões empíricas correlacionando as respostas de interesse (W_a , η_{areia} , η_{esferas} e R_L) com as variáveis operacionais selecionadas para estudo (P e $C_{v_{\text{careia}}}$). Essas expressões apresentaram coeficientes de determinação superiores a 0,99.

- Em concentrações volumétricas de areia mais baixas (1 e 5%) uma alta recuperação de areia foi observada. Com o posterior aumento da concentração na alimentação para 9%, os valores obtidos para resposta η_{areia} caem drasticamente.
- Assim como nos experimentos de seleção do hidrociclone, o direcionamento de parte das esferas para corrente de *underflow* deu-se quase que exclusivamente devido ao efeito de divisão de fluxo e não devido à ação do campo centrífugo.
- O aumento da concentração volumétrica de areia não ocasionou o arraste significativo de esferas para corrente de *underflow*. A partir das correlações empíricas obtidas observa-se, que na verdade, como esse aumento acarretou uma redução na razão de líquido, o efeito de $C_{v_{\text{areia}}}$ na recuperação de esferas na corrente de *overflow* foi positivo e não negativo como primeiro se pensou que poderia ser.

5.3 – Sugestões para trabalhos futuros

- Tendo em vista a grande influência da temperatura na viscosidade da solução, sugere-se a utilização de um controlador de temperatura para minimizar os efeitos dessa variável sobre as respostas estudadas em hidrociclonagem.
- Como no presente estudo, as variáveis geométricas estudadas apresentaram efeitos reduzidos sobre a eficiência de separação de areia, seria interessante o estudo de outras variáveis geométricas como, o diâmetro de alimentação, diâmetro do *overflow* e o diâmetro característico do equipamento.
- A instalação de um novo sistema de agitação, devido à dificuldade de homogeneização da suspensão em fluido viscoso observada nesse trabalho.

CAPÍTULO 6 – Referências Bibliográficas

ALBAHRANI, H. I.; WAGLE, V.; & AL-YAMI, A. S. An Overview of Experimental Studies Examining the Reliability of Hollow Glass Spheres as a Density Reduction Agent in Oil Field Applications. **SPE Middle East Oil & Gas Show and Conference**. Society of Petroleum Engineers, 2017. <https://doi.org/10.2118/183681-MS>

AMARAL, M. **Uso de hidrociclones na separação de partículas de baixa densidade no processo de perfuração com duplo gradiente**. 2008. 86f. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2008.

ARCO, M. J.; BLANCO, J. G.; MARQUEZ, R. L.; GARAVITO, S. M.; TOVAR, J. G.; FARIAS, A. F.; CAPO, J. A. Field application of glass bubbles as a density-reducing agent. **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**. Society of Petroleum Engineers, 2000. <https://doi.org/10.2118/62899-MS>

ASME. **Drilling fluids processing handbook**. Gulf professional publishing, 2005.

BICALHO, I. C.; MOGNON, J. L.; SHIMOYAMA, J.; ATAÍDE, C. H.; DUARTE, C. R. Separation of yeast from alcoholic fermentation in small hydrocyclones. **Separation and purification technology**, v. 87, p. 62-70, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2011.11.023>

BLANCO, J.; RAMIREZ, F.; MATA, F.; OJEDA, A.; ATENCIO, B. Field application of Glass Bubbles as a Density reducing agent in an oil base drilling fluid for marginal/low-permeability/low-pressure reservoirs. **SPE Gas Technology Symposium**. Society of Petroleum Engineers, 2002. <https://doi.org/10.2118/75508-MS>

BLEIER, R. Selecting a drilling fluid. **Journal of Petroleum technology**, v.42, n.07, p.832-834,1990. <https://doi.org/10.2118/20986-PA>

BRADLEY, D. **The hydrocyclone**. Oxford. Pergamon, 1965.

CAENN, R.; DARLEY, H. CH.; GRAY, G R. **Fluidos de perfuração e complementação**. 1. Ed. Rio de Janeiro. Elsevier, 2014.

CAENN, R.; DARLEY, H. CH.; GRAY, G R. **Composition and properties of drilling and completion fluids**. Gulf professional publishing, 2011.

CANUTO, G. H. **Desenvolvimento de fluidos de perfuração à base de biodiesel de algodão e de mistura de óleos vegetais e gordura animal**. 2016. 183f. Dissertação de (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. Recife. 2016.

CARDOSO, C. R. **Efeito da Temperatura e da adição de sais inorgânicos na pirólise analítica de resíduos de Tabaco**. 2012. 184f. Tese de (Doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2012.

COHEN, J. H.; DESKINS, G. Use of lightweight solid additives to reduce the weight of drilling fluid in the riser. **IADC/SPE Drilling Conference**. Society of Petroleum Engineers, 2006. <https://doi.org/10.2118/99174-MS>

COHEN, J.; STAVE, R.; HAUGE, E.; & Molde, D. O. Field Trial of Well Control Solutions with a Dual Gradient Drilling System. **SPE/IADC Managed Pressure Drilling and Underbalanced Operations Conference & Exhibition**. Society of Petroleum Engineers, 2015. <https://doi.org/10.2118/173822-MS>

CUNHA FILHO, F. J. **Estudo reológico de um fluido de perfuração à base n-parafina, utilizando argila modificada como tensoativo**. 2012. 79f. Dissertação de (Mestrado)- Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal. 2012

DAVAILLES, A.; CLIMENT, E.; BOURGEOIS, F.; MAJUMDER, A. K. Analysis of swirling flow in hydrocyclones operating under dense regime. **Minerals Engineering**, v. 31, p. 32-41, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2012.01.012>

FOSSUM, T. O. **Analysis and control of drilling riser dynamics in dual gradient drilling**. 2013. 105f. Dissertação (Mestrado). Institutt for marin teknikk. Noruega. 2013.

DUBEY, R. K.; SINGH, G.; MAJUMDER, A. K. ROPING: Is it an optimum dewatering performance condition in a hydrocyclone?. **Powder Technology**, v. 321, p. 218-231, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.08.018>

HALKYARD, J.; ANDERSON, M. R.; MAURER, W. C. Hollow Glass Microspheres: An Option for Dual Gradient Drilling and Deep Ocean Mining Lift. **Offshore Technology Conference-Asia**. Offshore Technology Conference, 2014. <https://doi.org/10.4043/25044-MS>

KHAROUA, N.; KHEZZAR, L.; NEMOUCHI, Z. Hydrocyclones for de-oiling applications—A review. **Petroleum Science and Technology**, v. 28, n. 7, p. 738-755, 2010. <https://doi.org/10.1080/10916460902804721>

KUTLU, B. Rheological Properties of Drilling Fluids Mixed with Lightweight Solid. **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**. Society of Petroleum Engineers, 2013. <https://doi.org/10.2118/167619-STU>

LYNCH, A. J.; RAO, T. C.; BAILEY, C. W. The influence of design and operating variables on the capacities of hydrocyclone classifiers. **International Journal of Mineral Processing**, v. 2, n. 1, p. 29-37, 1975. [https://doi.org/10.1016/0301-7516\(75\)90010-1](https://doi.org/10.1016/0301-7516(75)90010-1)

MALAGALAGE. A.; RATNAYAKE. C.; ARIYARATNE. W. K. H; W.; MELAAEN. M. C.; Aas. N. Pneumatic Conveying of Model Drill Cuttings - Pilot Scale Experiments and Simulations. **SPE Bergen One Day Seminar**. Society of Petroleum Engineers, 2017. <https://doi.org/10.2118/185899-MS>

MAURER, W. C.; MCDONALD, W. J.; WILLIAMS, T. E.; COHEN, J. H. Development and Testing of Underbalanced Drilling Products (Final Report). **US Department of Energy, Contract No. DE-AC21-94MC31197**, July, 2001.

MAURER, W. C.; RUAN, C.; DESKINS, G. Joint-Industry Partnership to Develop a Hollow Sphere Dual-Gradient Drilling System (Final Report). **US Department of Energy, Contract No. DE-AC26-02NT41641**, May, 2003.

MEDLEY JR, G. H.; MAURER, W. C.; GARKASI, A. Y. Use of hollow glass spheres for underbalanced drilling fluids. **SPE Annual Technical Conference and Exhibition**. Society of Petroleum Engineers, 1995. <https://doi.org/10.2118/30500-MS>

MINHAS, A.; FRIESS, B.; SHIRKAVAND, F.; HUCIK, B.; PENA-BASTIDAS, T.; ROSS, B.; ANGYAL, F. Hollow-Glass Sphere Application in Drilling Fluids: Case Study. **SPE Western Regional Meeting**. Society of Petroleum Engineers, 2015. <https://doi.org/10.2118/174010-MS>

MITCHELL, R. F (Ed). **Petroleum Engineering Handbook, Volume II: Drilling Engineering**. Society of Petroleum Engineers, 2007.

MOGNON, J. L. **Mini-hidrociclones aplicados ao Sistema de controle de sólidos na perfuração de poços de petróleo**. 2015. 91f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2015.

NEESSE, T.; DUECK, J.; SCHWEMMER, H.; FARGHALY, M. Using a high pressure hydrocyclone for solids classification in the submicron range. **Minerals Engineering**, v. 71, p. 85-88, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2014.10.017>

NEESSE, T.; SCHNEIDER, M.; GOLYK, V.; TIEFEL, H. Measuring the operating state of the hydrocyclone. **Minerals Engineering**, v. 17, n. 5, p. 697-703, 2004. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.01.015>

OSTROOT, K.; SHAYEGI, S.; LEWIS, D.; LOVORN, R. Comparison and Advantages of Underbalanced and Managed-Pressure Drilling Techniques: When Should Each Be Applied?. **Offshore Technology Conference**. Offshore Technology Conference, 2007. <https://doi.org/10.4043/18561-MS>

OVCHARENKO, A.; DEVADASS, M. Assessment On The Performance Of Hollow Glass Microspheres In Low Density Fluids For Workover Programs In Fractured Basement Reservoir At The White Tiger Oil Fields, Cuu Long Basin, Vietnam. **SPE/IADC Managed Pressure Drilling and Underbalanced Operations Conference and Exhibition**. Society of Petroleum Engineers, 2010. <https://doi.org/10.2118/130326-MS>

PANISSET, C. M. A. **Novas alternativas para o sistema de separação sólido-líquido na perfuração de poços de petróleo: teste de uma unidade de VCS; busca do aumento de eficiência da operação de hidrociclonação; tratamento da borra de centrifugação por microondas**. 2014. 3011f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2014.

PEKER, M. **Economical impact of a dual gradient drilling system**. 2012. 74f. Dissertação (Mestrado)- Middle East Technical University. Turquia. 2012.

PEREIRA, M. S. **Caracterização de cascalho de lama de perfuração ao longo do processo de controle de sólidos em sondas de petróleo e gas**. 2010. 129f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. 2010.

PETRI, I. J. **Descontaminação de cascalho de perfuração utilizando um secador micro-ondas semi-industrial em regime contínuo**. 2017. 148f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2017.

PETROBRAS. Pré-sal. Disponível em: <<http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/area-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/pre-sal>>. Acesso em: 12 jul. 2017.

PETROBRAS. Fatos e Dados. Disponível em: < <http://www.petrobras.com.br/fatos-e-dados/completamos-dez-anos-de-producao-no-pre-sal.htm>>. Acesso em: 12 jan. 2019.

REHM, B.; SCHUBERT, J.; HAGSHENAS, A.; PAKNEJAD, A. S. **Managed Pressure Drilling**. 1. ed. Houston. Gulf Publishing Company. 2008.

ROCHA, L. A. S.; AZEVEDO, C. T. de. **Projetos de Poços de Petróleo: Geopressões e Assentamento de Colunas de Revestimentos**. 2. Ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2009.

STANISLAWEK, M.; SMITH, J. Analysis of Alternative Well-Control Methods for Dual-Density Deepwater Drilling. **IADC/SPE Drilling Conference**. Society of Petroleum Engineers, 2006. <https://doi.org/10.2118/98957-MS>

TATAR, B. C.; SUMNU, G.; SAHIN, S. Rheology of Emulsions. **Advances in Food Rheology and Its Applications**. 2016. p. 437-457. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100431-9.00017-6>

THOMAS, J. E. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. 2. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2004.

VIEIRA, L. G. M. Otimização dos processos de separação em hidrociclones filtrantes. 2006. 297f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, 2006.

WANG, Z. B; CHU, L. Y; CHEN, W. M; WANG, S. G. Experimental investigation of the motion trajectory of solid particles inside the hydrocyclone by a Lagrange method. **Chemical Engineering Journal**, v. 138, n. 1-3, p. 1-9, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2007.05.037>

WILLS, B. A; FINCH, J. **Wills' mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery**. Butterworth-Heinemann, 2015. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-097053-0.00001-7>

YANG, Q.; LI, Z. M.; LV, W. J.; WANG, H. L. On the laboratory and field studies of removing fine particles suspended in wastewater using mini-hydrocyclone. **Separation and Purification Technology**, v. 110, p. 93-100, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.03.025>

YANG, Q; WANG, H. L; LIU, Y; LI, Z. M. Solid/liquid separation performance of hydrocyclones with different cone combinations. **Separation and purification Technology**, v. 74, n. 3, p. 271-279, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2010.06.014>

APÊNDICE A – Distribuição granulométrica da areia utilizada

Tabela A.1-Distribuição granulométrica da areia.

Diâmetro médio (μm)	Volume (%)
89,34	0,01
100,24	0,39
112,47	1,35
126,19	2,8
141,59	4,66
158	6,81
178,25	8,9
200	10,67
224,40	11,78
251,79	12,03
282,51	11,37
316,98	9,93
355,66	7,93
399,05	5,74
447,74	3,72
502,38	1,83
563,68	0,07

APÊNDICE B – Distribuição granulométrica das esferas utilizadas

Tabela B.1-Distribuição granulométrica das esferas ocas de vidro

Diâmetro médio (μm)	Volume (%)
7,10	0,01
7,96	0,32
8,93	1,42
10,02	2,5
11,25	3,99
12,62	5,63
14,16	7,28
15,89	8,77
17,83	9,89
20	10,51
22,44	10,53
25,18	9,93
28,25	8,81
31,70	7,3
35,57	5,6
39,91	3,91
44,77	2,38
50,24	1,1
56,37	0,12
63,25	0

APÊNDICE C – Resultados obtidos nos experimentos de seleção do hidrociclone

Tabela C.1- Resultados obtidos no planejamento de seleção do hidrociclone.

X_{Lc}	X_{θ}	X_{Du}	$\eta_{esferas}$ (%)	η_{areia} (%)	R_L (%)	W_a (kg/h)
-1	-1	-1	78,73	94,22	22,50	1459,33
-1	-1	0	64,62	95,05	37,61	1475,67
-1	-1	1	44,78	99,01	58,39	1521,67
-1	0	-1	80,23	97,02	20,62	1351,00
-1	0	0	64,30	99,11	34,87	1371,33
-1	0	1	49,76	98,70	51,40	1429,67
-1	1	-1	80,46	96,99	19,53	1311,33
-1	1	0	71,16	96,45	29,08	1347,33
-1	1	1	53,38	97,85	44,63	1402,33
0	-1	-1	78,93	98,11	20,80	1439,00
0	-1	0	64,60	97,31	36,40	1446,33
0	-1	1	53,62	98,97	48,07	1503,00
0	0	-1	78,71	95,21	20,20	1404,67
0	0	0	66,71	96,36	33,86	1410,00
0	0	1	56,01	96,86	45,41	1432,67
0	1	-1	82,72	96,90	19,06	1378,00
0	1	0	72,08	97,74	29,47	1389,00
0	1	1	53,48	91,67	43,02	1458,00
1	-1	-1	79,85	98,33	20,69	1405,67
1	-1	0	65,18	96,96	35,79	1464,33
1	-1	1	50,41	99,14	49,53	1522,33
1	0	-1	80,06	97,92	19,81	1419,00
1	0	0	62,55	97,80	36,49	1426,00
1	0	1	55,75	96,70	44,91	1486,33
1	1	-1	79,45	94,68	18,81	1445,33
1	1	0	66,32	93,91	31,49	1451,00
1	1	1	64,27	99,17	39,09	1474,00

APÊNDICE D – Resultados obtidos nos experimentos de determinação do arraste de esferas

Tabela D.1- Resultados obtidos no planejamento de determinação do arraste de esferas.

$X_{Cv_{areia}}$	X_P	R_L (%)	η_{areia} (%)	$\eta_{esferas}$ (%)	W_a (kg/h)
-1	-1	20,60	98,05	81,32	1490,33
-1	0	20,91	98,73	81,01	1684
-1	1	20,07	98,85	81,99	1851
0	-1	12,40	96,16	90,24	1642,67
0	0	11,79	97,90	90,63	1910,33
0	1	11,47	98,58	90,65	2143,33
1	-1	9,90	68,14	90,96	1853,67
1	0	9,03	68,12	91,67	2214
1	1	8,66	67,52	92,01	2525

APÊNDICE E – Interface gráfica e diagrama de blocos do sistema de controle utilizado

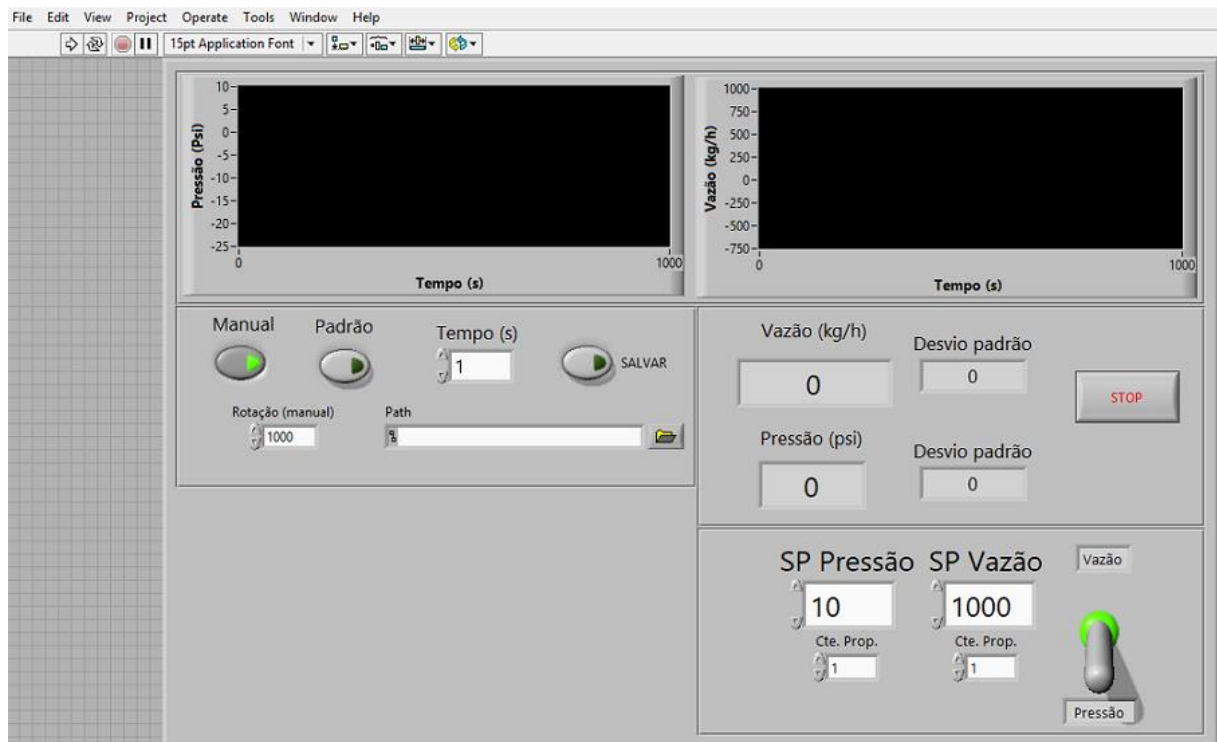


Figura E.1- Interface gráfica do sistema de controle

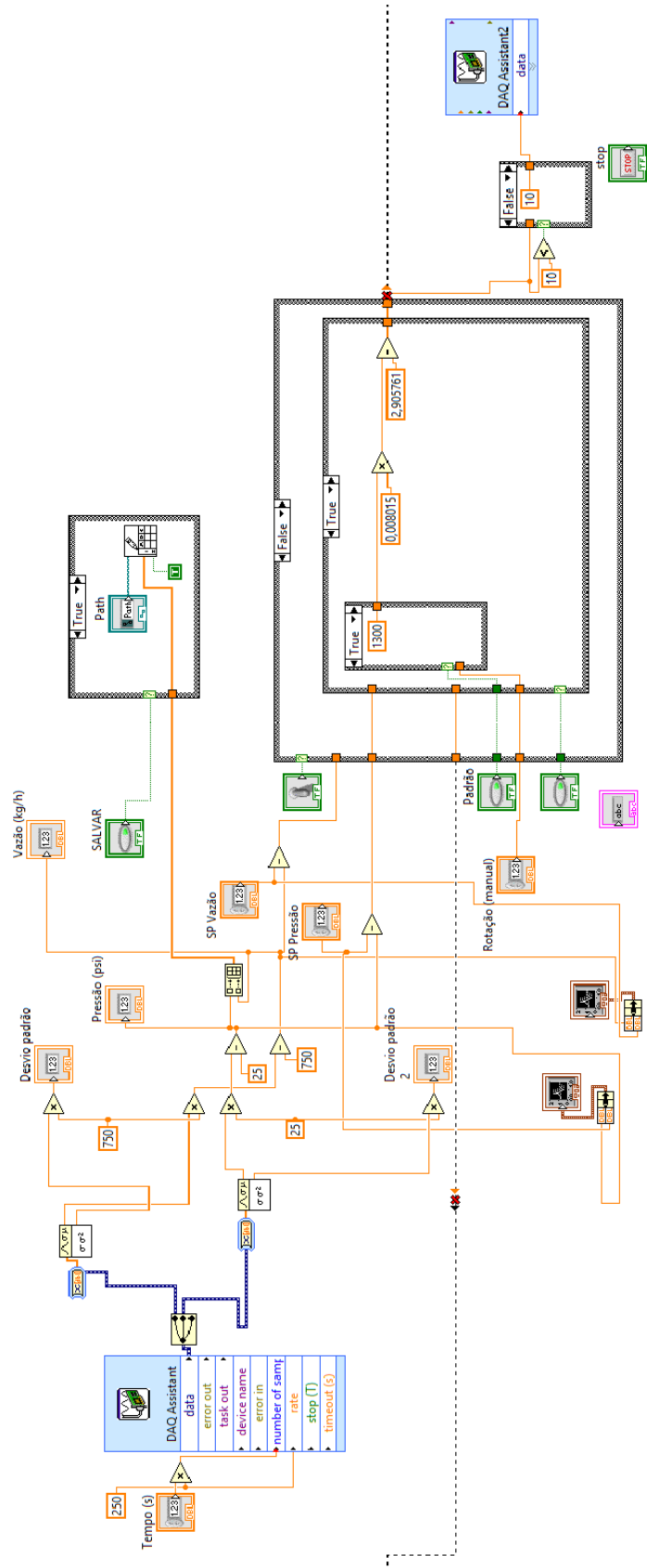


Figura E.2- Diagrama de blocos do sistema de controle.

APÊNDICE F – Análises gráficas dos resíduos

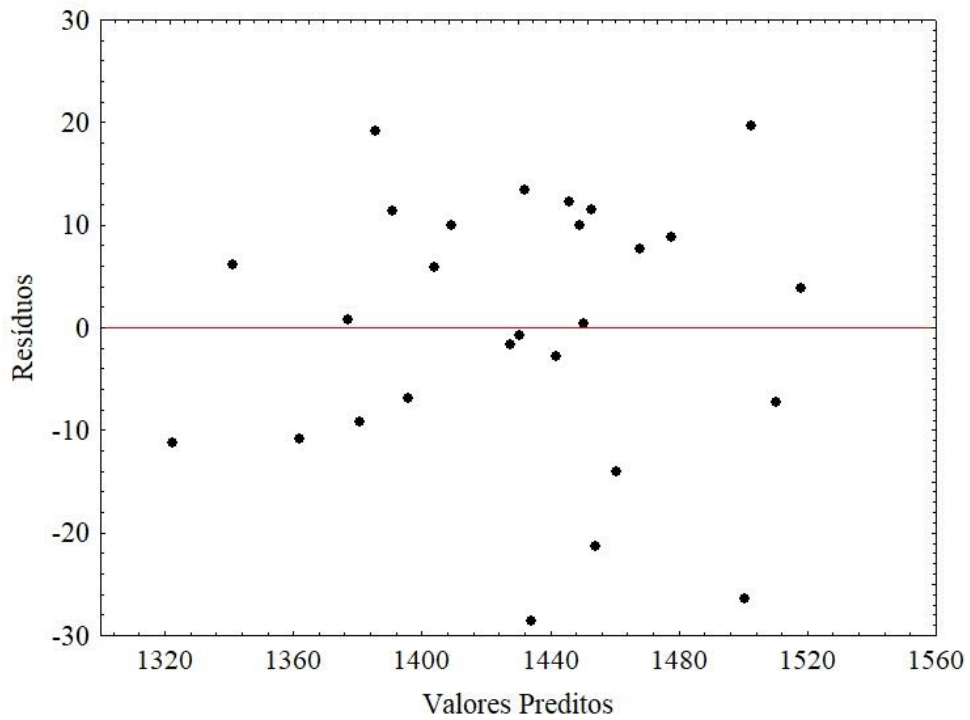


Figura F.1- Resíduos em função dos valores preditos para capacidade.

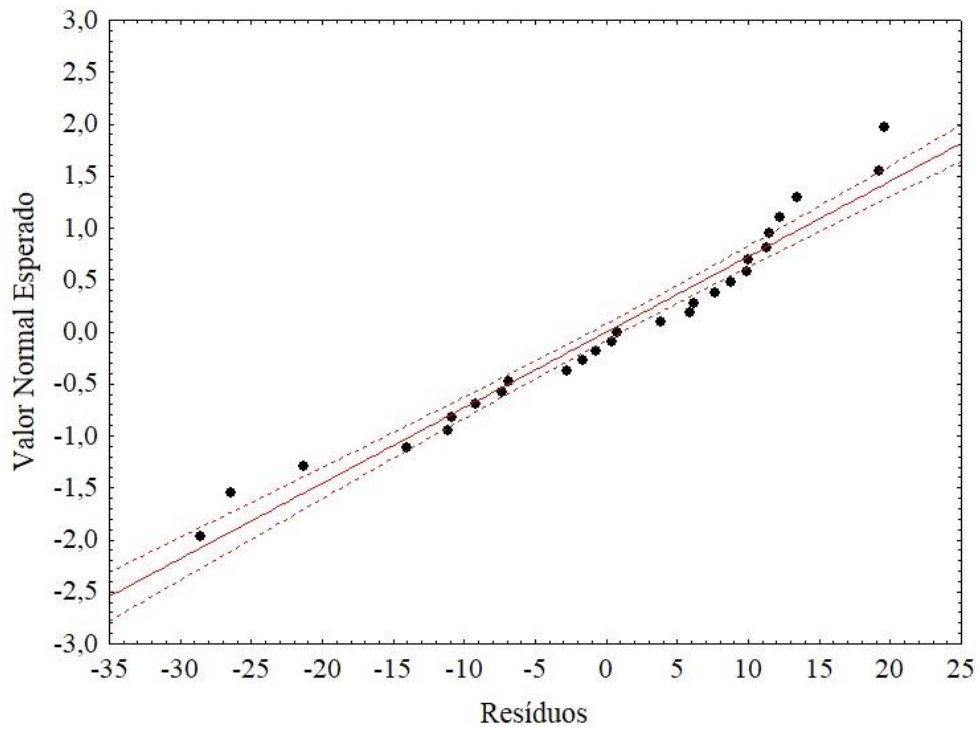


Figura F.2- Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para capacidade.

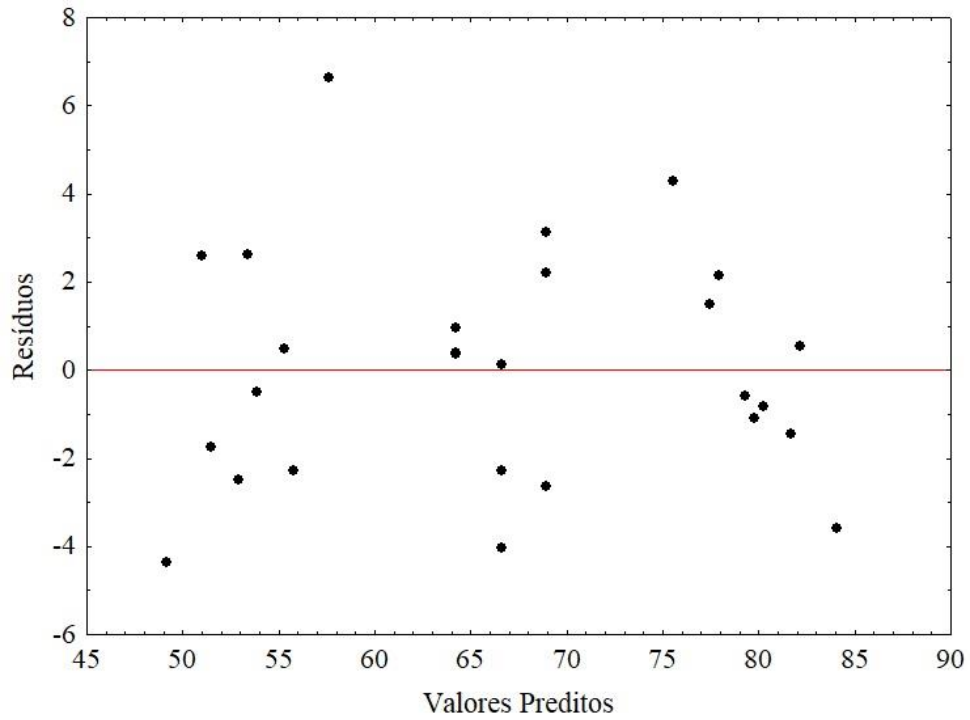


Figura F.3- Resíduos em função dos valores preditos para eficiência de esferas.

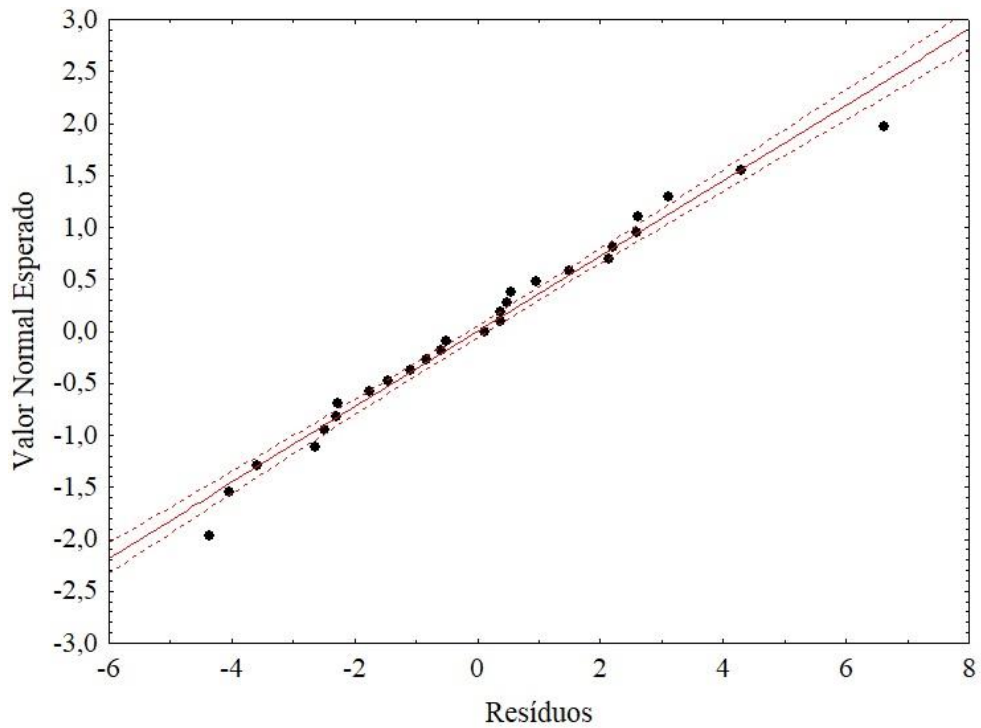


Figura F.4- Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para eficiência de esferas.

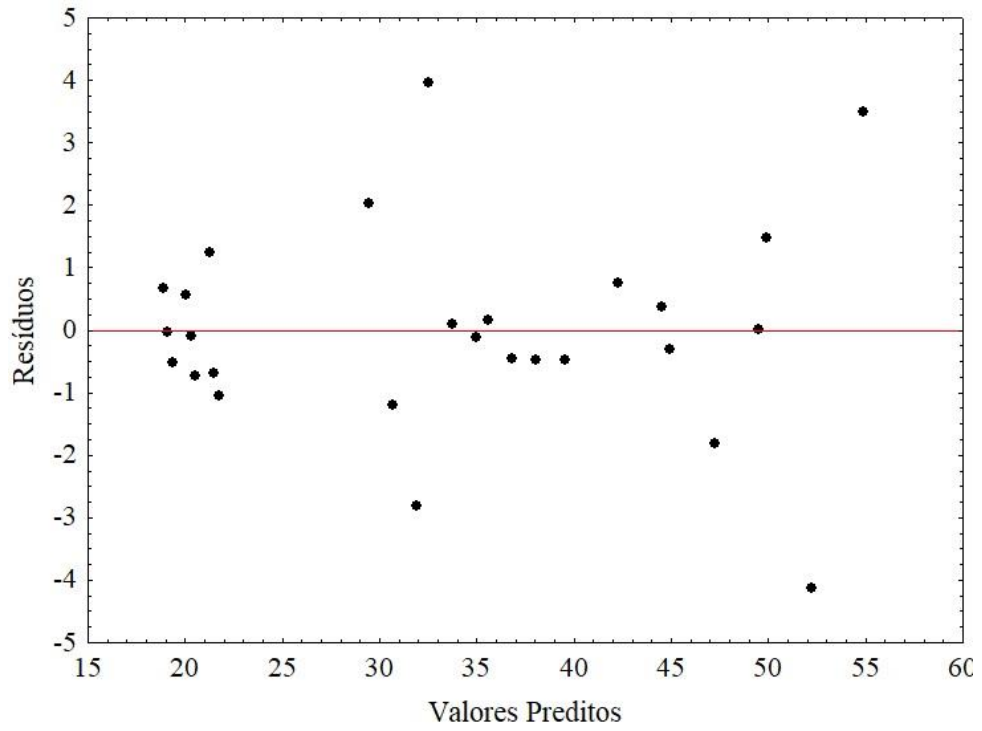


Figura F.5- Resíduos em função dos valores preditos para razão de líquido.

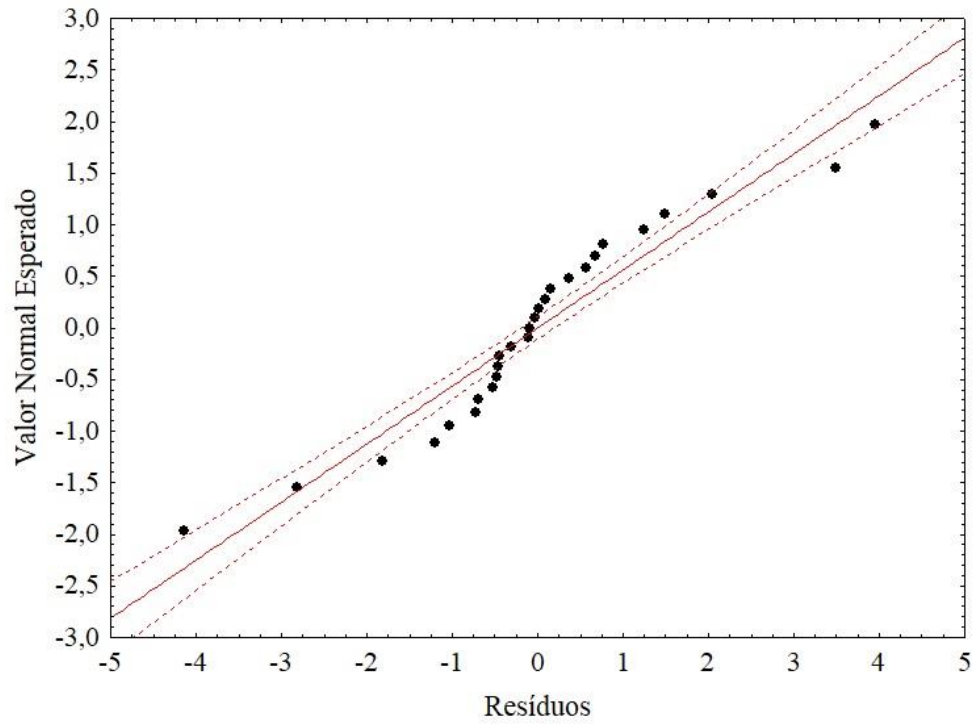


Figura F.6- Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para razão de líquido.

APÊNDICE G – Certificado de calibração do MasterSizer 2000



NANOSPHERE™ SIZE STANDARDS NIST Traceable Mean Diameter

1. DESCRIPTION. These particle size standards provide accurate and traceable size calibration for particle size analysis. They are part of a series of polymer microspheres with calibrated mean diameters traceable to the Standard Meter through the National Institute of Standards and Technology (NIST). Diameters from 20 nanometers (nm) to 160 micrometers (µm) are available as aqueous suspensions in dropper-tipped vials, calibrated by photon correlation spectroscopy (PCS), transmission electron microscopy (TEM) or optical microscopy. The aqueous medium has been prepared to promote dispersion and reduce clumping of the particles. The approximate particle concentration in percent solids is given to facilitate dilution for the calibration and validation of particle analyzers. Diameters from 200 µm to 1000 µm are available as dry spheres, calibrated by optical microscopy. The certified mean diameter is traceable to NIST. Other values are for information only and should not be used as calibration values.

2. PHYSICAL DATA.	Catalog Number: 3100 and 3100A, Nominal 100 nm
Certified Mean Diameter:	100 nm ± 3 nm, k=2
Standard Deviation:	7.8 nm
Coefficient of Variation:	7.8%
Hydrodynamic Diameter:	98 - 103 nm (PCS)
Microsphere Composition:	Polystyrene
Microsphere Density:	1.05 g/cm ³
Index of Refraction:	1.59 @ 589 nm
Approximate Concentration:	1% solids

- Continued on page 2

CERTIFICATE OF CALIBRATION AND TRACEABILITY

This certifies that the calibrated mean diameter was transferred by transmission electron microscopy (TEM) from the National Institute of Standards and Technology (NIST) certified microspheres (Standard Reference Material 1963, 1691 or 1690).

Catalog Number:	3100 and 3100A, Nanosphere™ Size Standards
Certification Date:	March 26, 2013
Certified Batch:	3100-006
Production Batch:	3100-057
Certified Mean Diameter:	100 nm
Expanded Uncertainty:	± 3 nm, k=2



Joe Vasiliou 11.11.15
Joe Vasiliou, Senior Metrology Engineer
Thermo Fisher Scientific Particle Technology

Packaging Lot # 170408

Expiration Date: JUN'19

Clinical Diagnostics
Particle Technology
Page 1 of 2

46500 Kato Road, Fremont, CA 94538
(510) 979-5000 (510) 979-5002 fax

www.thermoscientific.com/particletechnology
Info.microparticles@thermofisher.com

Cert004.08

Figura G.1- Primeira pagina do certificado de calibração do MasterSizer 2000.

3. MEASUREMENT METHODOLOGY The certified mean diameter of this product was obtained using transmission electron microscopy from NIST certified microspheres. The uncertainty is calculated from the calibration transfer uncertainty and the random error of the measurements per NIST Technical Note 1297. The uncertainty listed is the expanded uncertainty with a coverage factor of 2 ($k=2$). The particle size distribution (standard deviation) was obtained by TEM. The Coefficient of Variation is the standard deviation as a percentage of the mean diameter. The hydrodynamic diameter was measured using photon correlation spectroscopy

4. CERTIFICATE Except for the purposes of record keeping, this certificate may not be reproduced. Rebottling or relabeling voids the warranty and invalidates the certification and traceability of these products. The Certified Batch is the master batch of material that is measured and certified with a NIST traceable mean diameter. The Production Batch represents the intermediate material from which the final product is made. Several Production Batches can be made from one Certified Batch.

5. OPERATING INSTRUCTIONS For ease of use, these standards are packaged in an aqueous suspension. They must be thoroughly dispersed in the bottle to assure statistically consistent samples. To disperse the particles, gently invert the bottle several times, then immerse in a low power ultrasonic bath (10 seconds). Do not shake the bottle, as the small bubbles formed may introduce statistical artifacts. Before using, clear the dropper tip of residue by dispensing 2-3 drops into a waste container. Dispense immediately after dispersion using the dropper tip.

6. SAFETY AND HANDLING PRECAUTIONS Avoid aerosol production in the workplace while handling these products or wear a suitable filter respirator when necessary. Avoid inhalation or ingestion of the particles. These products should only be used by trained scientific personnel. A Material Safety Data Sheet is included with each package.

7. STORAGE AND DISPOSAL Keep the bottle tightly sealed to avoid contamination. Store the bottle upright to prevent clogging the tip with particles. Refrigeration is not required for storage. Do not freeze the particles. In case of spills, wash or wipe the area thoroughly. Dispose of as normal laboratory waste. There are no special disposal procedures. Each bottle has a limited shelf life and should not be used after its expiration date.

8. LIMITED WARRANTY These products are intended for laboratory use by trained scientific personnel. Determination of their suitability for a specific end-use is the responsibility of the user, who assumes all liability for loss or damage arising out of the use of the product. Rebottling or relabeling voids the warranty and certification. Microgenics Corporation's warranty is limited to replacement of defective products if returned with our authorization within 60 days of purchase date.

THE FOREGOING WARRANTY SHALL BE IN LIEU OF ANY OTHER WARRANTIES, EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING WITHOUT LIMITATION, ANY IMPLIED WARRANTY OF MERCHANTABILITY AND FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE. IN NO EVENT SHALL MICROGENICS BE LIABLE FOR INDIRECT, SPECIAL, INCIDENTAL OR CONSEQUENTIAL DAMAGES.

Figura G.2- Segunda pagina do certificado de calibração do MasterSizer 2000.