



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



ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO DE PARTÍCULAS EM FLUIDOS DE  
PERFURAÇÃO AQUOSOS E OLEFÍNICOS UTILIZANDO A ATENUAÇÃO  
DE RAIOS GAMA

JOÃO GUILHERME PRATES FAIM

Uberlândia - MG

2020



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



ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO DE PARTÍCULAS EM FLUIDOS DE  
PERFURAÇÃO AQUOSOS E OLEFÍNICOS UTILIZANDO A ATENUAÇÃO  
DE RAIOS GAMA

JOÃO GUILHERME PRATES FAIM

Orientadores: Fábio de Oliveira Arouca

João Jorge Ribeiro Damasceno

Dissertação de mestrado apresentada 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

2020

Ficha Catalográfica Online do Sistema de Bibliotecas da UFU  
com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

F161 Faim, João Guilherme Prates, 1993-  
2020 Estudo da sedimentação de partículas em fluidos de perfuração  
aquosos e olefínicos utilizando a atenuação de raios gama [recurso  
eletrônico] / João Guilherme Prates Faim. - 2020.

Orientador: Fábio de Oliveira Arouca.  
Coorientador: João Jorge Ribeiro Damasceno.  
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,  
Pós-graduação em Engenharia Química.  
Modo de acesso: Internet.  
Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.di.2020.196>  
Inclui bibliografia.  
Inclui ilustrações.

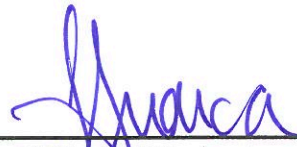
1. Engenharia química. I. Arouca, Fábio de Oliveira, 1977-,  
(Orient.). II. Damasceno, João Jorge Ribeiro, 1957-, (Coorient.). III.  
Universidade Federal de Uberlândia. Pós-graduação em  
Engenharia Química. IV. Título.

CDU: 66.0

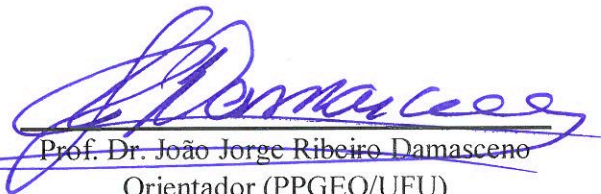
Bibliotecários responsáveis pela estrutura de acordo com o AACR2:  
Gizele Cristine Nunes do Couto - CRB6/2091  
Nelson Marcos Ferreira - CRB6/3074

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 28 DE FEVEREIRO DE 2020.

0BANCA EXAMINADORA



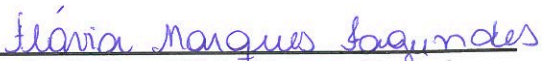
Prof. Dr. Fábio de Oliveira Arouca  
Orientador (PPGEQ/UFU)



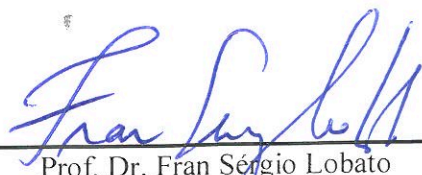
Prof. Dr. João Jorge Ribeiro Damasceno  
Orientador (PPGEQ/UFU)



Prof. Dr. Edu Barbosa Arruda  
(DEQ/UFTM)



Profa. Dra. Flávia Marques Fagundes  
(FEQ/UFU)



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

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus pela força dada a mim para buscar os meus sonhos.

Aos meus pais, Carlos Alberto e Ângela, pelo apoio, carinho e amor.

À todos os meus familiares, em especial, à minha irmã, Júlia Maria, por dividir comigo toda essa experiência, tornando mais fácil essa caminhada em Uberlândia.

À minha namorada, Kênia, pelo amor e incentivo diário.

Aos meus amigos, pelo companheirismo em todos os momentos dessa caminhada.

À equipe do LabSep pela prontidão em me ajudar a todos os momentos, convivência diária e amizade.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química FEQ/UFU, todos os professores, funcionários e colegas pelo convívio e aprendizado.

À CAPES, ao CNPQ, à Fapemig e à Petrobras pelo auxílio financeiro que possibilitou a realização deste trabalho.

Em especial, aos professores Fábio e Damasceno pela oportunidade, ensinamentos, amizade e confiança depositada em mim para desenvolver este trabalho.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	i
LISTA DE TABELAS.....	iv
LISTA DE SÍMBOLOS.....	v
RESUMO.....	viii
ABSTRACT.....	ix
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 Reologia.....	4
2.1.1 Fluido newtoniano.....	5
2.1.2 Fluido não-newtoniano.....	5
2.1.2.1 Fluidos com viscosidade aparente independente do tempo.....	6
2.1.2.2 Fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo.....	9
2.1.2.3 Fluidos viscoelásticos.....	11
2.1.2.4 Modelos matemáticos para fluidos não-newtonianos.....	11
2.2 Fluidos de perfuração.....	13
2.3 Sedimentação.....	15
2.4 Sedimentação em fluidos não-newtonianos.....	22
2.5 Técnica da atenuação de raios gama.....	26
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	29
3.1 Preparo e caracterização dos fluidos.....	29
3.1.1 Fluidos de perfuração de base aquosa.....	29
3.1.2 Fluidos de perfuração olefínicos.....	30
3.1.2.1 Hematita.....	30

3.1.3 Densidade dos fluidos aquosos.....	31
3.1.4 Massa específica dos sólidos.....	31
3.1.5 Granulometria dos sólidos.....	32
3.1.6 Densidade das suspensões dos fluidos de perfuração de base aquosa.....	33
3.1.7 Caracterização dos fluidos de perfuração adensados com hematita.....	34
3.2 Reologia.....	35
3.2.1 Curvas de escoamento.....	36
3.2.2 Histerese.....	36
3.2.3 Picos de tensão.....	37
3.3 Sedimentação.....	37
3.3.1 Unidade de aplicação de radioisótopos.....	38
3.3.2 Monitoramento do perfil de concentração de sólidos em função do tempo e da posição.....	39
3.3.3 Determinação do tempo de resolução do sistema.....	40
3.3.4 Determinação da curva de calibração.....	41
3.4 Curvas de equi-concentração.....	42
3.5 Determinação de equações constitutivas para pressão nos sólidos.....	43
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	45
4.1 Fluidos de perfuração aquosos.....	45
4.1.1 Estudo reológico.....	45
4.1.1.1 Curvas de escoamento das soluções de GX e das soluções de GLI.....	45
4.1.1.2 Curvas de histerese.....	48
4.1.1.3 Picos de tensão.....	51
4.1.2 Monitoramento da sedimentação.....	52
4.1.3 Equações constitutivas de pressão nos sólidos.....	57

4.2 Fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita.....	59
4.2.1 Estudos reológicos.....	59
4.2.1.1 Curvas de escoamento dos fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita.....	59
4.2.1.2 Tixotropia dos fluidos olefínicos adensados com hematita.....	62
4.2.2 Sedimentação.....	64
4.2.2.1 Distribuição da concentração em fluidos olefínicos adensados com hematita.....	64
4.2.2.2 Curvas de equi-concentração.....	69
4.2.3 Equações constitutivas de pressão nos sólidos.....	70
5. CONCLUSÕES.....	73
5.1 Conclusões sobre o efeito do viscosificante goma xantana.....	73
5.2 Conclusões sobre o efeito da concentração do adensante hematita.....	74
5.3 Sugestões para trabalhos futuros.....	75
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	76



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Matriz energética no ano de 2016 no (a) Brasil, e no (b) Mundo.....	1
Figura 2.1 - Classificação reológica dos fluidos.....	4
Figura 2.2 - Representação do escoamento unidimensional.....	5
Figura 2.3 - Representação gráfica dos reogramas para fluidos com viscosidade aparente independente do tempo.....	7
Figura 2.4 - Demonstração da viscosidade de deformação zero e de deformação infinita para um fluido pseudoplástico.....	8
Figura 2.5 - Variação da viscosidade para fluidos com viscosidade aparente dependentes do tempo.....	9
Figura 2.6 - Curvas de histerese para fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo..	11
Figura 2.7 - Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equi-concentração conforme o modelo de Kynch.....	17
Figura 2.8 - Representação das regiões de sedimentação em batelada segundo Kynch (1952).....	18
Figura 2.9 - Representação da sedimentação em leito bidimensional. (a) Fluido newtoniano. (b) Fluido com moderados efeitos pseudoplásticos. (c) Fluido com fortes efeitos pseudoplásticos.....	22
Figura 2.10 - Imagens obtidas por ressonância magnética do processo de sedimentação. (a) Fluido newtoniano. (b) Fluido pseudoplástico.....	23
Figura 2.11 - Fenômeno da aproximação das partículas que ocorre em fluidos pseudoplásticos com efeito de memória.....	24
Figura 2.12 - Sedimentação de suspensão pseudoplástica em diferentes tempos de experimento.....	25
Figura 3.1 - Distribuição de tamanho de partículas e ajuste RRB para as microesferas de vidro.....	33
Figura 3.2 - Viscosímetro e banho termostático.....	35

Figura 3.3 - Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos.....	38
Figura 3.4 - Ilustração do agitador axial utilizado na homogeneização.....	40
Figura 3.5 - Obtenção dos dados para construção das curvas de equi-concentração.....	43
Figura 4.1 - Curva de escoamento para solução de GLI 92% v/v.....	46
Figura 4.2 – Curva de viscosidade das soluções de GLI 92% v/v.....	46
Figura 4.3 - Curva de escoamento para solução de GX 0,2% m/m.....	47
Figura 4.4 – Curva de viscosidade das soluções de GX 0,2% m/m.....	47
Figura 4.5 - Avaliação da dependência com o tempo para a soluções de GLI 92% v/v.....	49
Figura 4.6 - Avaliação da dependência com o tempo para a soluções de GX 0,2% m/m.....	49
Figura 4.7 - Resposta reológica das soluções de GLI após diferentes tempos de repouso.....	50
Figura 4.8 - Resposta reológica das soluções de GX após diferentes tempos de repouso.....	51
Figura 4.9 - Distribuição da concentração volumétrica de sólidos em GLI 92% v/v.....	52
Figura 4.10 - Distribuição da concentração volumétrica de sólidos em GX 0,2% m/m.....	53
Figura 4.11 - Comparação da distribuição de concentrações entre fluido newtoniano e não-newtoniano.....	55
Figura 4.12 - Concentração volumétrica de sólidos em função da posição.....	57
Figura 4.13 - Pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos.....	58
Figura 4.14 - Curva de escoamento do Fluido O1.....	60
Figura 4.15 - Curva de escoamento do Fluido O2.....	60
Figura 4.16 - Distribuição de viscosidade em função da taxa de deformação para o fluido O1..	61
Figura 4.17 - Distribuição de viscosidade em função da taxa de deformação para o fluido O2..	62
Figura 4.18 - Curva de histerese do Fluido O1.....	63
Figura 4.19 - Curva de histerese do Fluido O2.....	63

Figura 4.20 - Distribuição de concentração volumétrica em função do tempo para o fluido O1.....	64
Figura 4.21 - Distribuição de concentração volumétrica em função do tempo para o fluido O2.....	65
Figura 4.22 - Distribuição de concentrações em fluidos adensados com hematita próximo a base do tubo. (a) Fluido O1. (b) Fluido O2.....	66
Figura 4.23 - Distribuição de concentrações em fluidos adensados com hematita em posições intermediárias do tubo. (a) Fluido O1. (b) Fluido O2.....	67
Figura 4.24 - Distribuição de concentrações em fluidos adensados com hematita próximo ao topo do tubo. (a) Fluido O1. (b) Fluido O2.....	68
Figura 4.25 - Curvas de equi-concentração para o fluido O1.....	69
Figura 4.26 - Curvas de equi-concentração para o fluido O2.....	70
Figura 4.27 - Concentração volumétrica de sólidos em função da posição para os fluidos olefínicos.....	71
Figura 4.28 - Pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos para os fluidos olefínicos.....	71

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Preparo das soluções de GX 0,2% m/m.....	30
Tabela 3.2 - Densidade e desvio padrão dos fluidos aquosos.....	31
Tabela 3.3 – Massa específica e desvio padrão dos sólidos.....	32
Tabela 3.4 - Diâmetro volumétrico das microesferas de vidro.....	32
Tabela 3.5 - Parâmetros do modelo RRB.....	33
Tabela 3.6 - Densidade e desvio padrão das suspensões aquosas.....	34
Tabela 3.7 - Parâmetros dos fluidos de perfuração adensados com hematita.....	35
Tabela 3.8 - Taxas de deformação aplicadas nos testes de histerese.....	37
Tabela 3.9 - Parâmetros para cálculo do tempo de resolução.....	41
Tabela 3.10 - Parâmetro $\beta$ das suspensões.....	42
Tabela 4.1 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de Power-law.....	48
Tabela 4.2 - Área do ciclo de histerese dos fluidos de perfuração aquosos.....	50
Tabela 4.3 - Parâmetros de ajuste e coeficiente de determinação de pressão nos sólidos.....	59
Tabela 4.4 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de Power-law para os fluidos olefínicos.....	61
Tabela 4.5 - Área do ciclo de histerese dos fluidos de perfuração olefínicos.....	64
Tabela 4.6 - Parâmetros de ajuste e coeficiente de determinação de pressão nos sólidos para os fluidos olefínicos.....	72

## LISTA DE SÍMBOLOS

$A$  - Área [ $L^2$ ]

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

$b$  - Parâmetro do modelo de Arouca (2007) para pressão nos sólidos [-]

$D$  - Diâmetro da partícula [ $L^1$ ]

$D'$  - Parâmetro do ajuste Rosin-Rammlet-Bennet [ $L^1$ ]

$D_{0,1}$  - Diâmetro das partículas correspondentes a 10% da distribuição cumulativa [ $L^1$ ]

$D_{0,5}$  - Diâmetro das partículas correspondentes a 50% da distribuição cumulativa [ $L^1$ ]

$D_{0,9}$  - Diâmetro das partículas correspondentes a 90% da distribuição cumulativa [ $L^1$ ]

$D_{3,2}$  - Diâmetro médio de Sauter [ $L^1$ ]

$F$  - Força de cisalhamento [ $L^1M^1T^{-2}$ ]

$g$  - Aceleração gravitacional [ $L^1T^{-2}$ ]

$I$  - Intensidade do feixe após a passagem pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]

$I_0$  - Intensidade do feixe antes de passar pelo meio físico [ $T^{-1}$ ]

$I_A$  - Contagem de pulsos que atravessam o bloco A [ $T^{-1}$ ]

$I_B$  - Contagem de pulsos que atravessam o bloco B [ $T^{-1}$ ]

$I_{AB}$  - Contagem de pulsos que atravessam os blocos A e B combinados [ $T^{-1}$ ]

$I_{BG}$  - Contagem de pulsos da fonte selada [ $T^{-1}$ ]

$k$  - Permeabilidade do meio poroso [ $L^2$ ]

$L$  - Altura da coluna de sedimentos [ $L^1$ ]

$m$  - Índice de consistência [ $M^1L^{-1}T^{-2+n}$ ]

$m_a$  - Massa de água [ $M^1$ ]

$m_f$  - Massa de fluido [ $M^1$ ]

$m_p$  - Massa do picnômetro vazio [ $M^1$ ]

$m_s$  - Massa de sólidos [ $M^1$ ]

$n$  - Índice de comportamento [-]

$n$  - Parâmetro do modelo RRB [-]

$P_a$  - Parâmetro do modelo de Tiller e Leu para pressão nos sólidos [ $M^1L^{-1}T^{-2}$ ]

$P_s$  - Pressão nos sólidos [ $M^1L^{-1}T^{-2}$ ]

$q_s$  - Velocidade superficial dos sólidos [ $L^1T^{-1}$ ]

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

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

$R_i$  - Contagem corrigida do número de pulsos em um determinado instante [ $T^{-1}$ ]

$r^2$  - Coeficiente de determinação [-]

$t$  - Tempo [ $T^1$ ]

$t_e$  - Tempo para atingir estado estacionário [ $T^1$ ]

$v_{s0}$  - Velocidade de sedimentação das partículas na região de concentração constante [ $M^1T^{-1}$ ]

$v_x$  - Velocidade [ $M^1T^{-1}$ ]

$X$  - Fração volumétrica de partículas com diâmetro menor ou igual a  $D$  [-]

$y$  - Espessura do meio [ $L^1$ ]

$z$  - Posição vertical [ $L^1$ ]

### **Letras gregas**

$\beta$  - Parâmetro da equação de Lambert [-]

$\beta$  - Parâmetro do modelo de Tiller e Leu para pressão nos sólidos [-]

$\gamma_{yx}$  - Taxa de deformação [ $T^{-1}$ ]

$\varepsilon_s$  - Concentração volumétrica de sólidos [-]

$\varepsilon_{s0}$  - Concentração volumétrica inicial de sólidos [-]

$\varepsilon_{sc}$  - Concentração volumétrica crítica de sólidos [-]

$\varepsilon_{sm}$  - Concentração volumétrica máxima de sólidos [-]

$\varepsilon_{su}$  - Concentração volumétrica de sólidos na lama [-]

$\eta$  - Viscosidade aparente [ $M^1L^{-1}T^{-1}$ ]

$\mu$  - Viscosidade absoluta [ $M^1L^{-1}T^{-1}$ ]

$\mu_0$  - Viscosidade de deformação zero [ $M^1L^{-1}T^{-1}$ ]

$\mu_\infty$  - Viscosidade de deformação infinita [ $M^1L^{-1}T^{-1}$ ]

$\rho_a$  - Densidade da água [ $M^1L^{-3}$ ]

$\rho_f$  - Densidade do fluido [ $M^1L^{-3}$ ]

$\rho_s$  - Densidade do sólido [ $M^1L^{-3}$ ]

$\sigma(E)$  - Coeficiente de atenuação mássico do meio físico [ $M^{-1}L^2$ ]

$\tau'$  - Tempo de resolução do sistema [ $T^1$ ]

$\tau_0$  - Tensão crítica de cisalhamento [ $M^1L^{-1}T^{-2}$ ]

$\tau_{yx}$  - Tensão de cisalhamento [ $M^1L^{-1}T^{-2}$ ]

## RESUMO

A relevância do petróleo na matriz energética mundial motiva a pesquisa por estratégias para otimizar a sua obtenção. Na etapa da perfuração dos poços de petróleo, fluidos de perfuração tem como uma de suas principais funções limpar o fundo do poço, carreando os cascalhos gerados pela broca até a superfície. Além disso, os fluidos devem ter a capacidade de manter esses sólidos em suspensão durante paradas operacionais. Por isso, conhecer o comportamento da sedimentação de partículas nos fluidos de perfuração, bem como suas características reológicas é de grande importância nos processos de perfuração de poços de petróleo. Desta forma, o presente trabalho objetivou estudar o processo de sedimentação de partículas em diferentes fluidos de perfuração. Para esta finalidade, avaliou-se o efeito da adição de goma xantana (GX), assim como o efeito da concentração de hematita, na reologia e na sedimentação de suspensões em fluidos de perfuração. O estudo da sedimentação, feito a partir da Técnica da Atenuação de Raios Gama, técnica não destrutiva, permitiu o monitoramento da concentração volumétrica de sólidos em função da posição e do tempo. Verificou-se que a adição de goma xantana afetou diretamente na reologia do fluido, conferindo a ele propriedades pseudoplásticas e tixotrópicas, e no processo de sedimentação, pela observação do fenômeno de aglomeração de partículas e pelo maior tempo de duração do processo. Quanto ao efeito da concentração de hematita, percebeu-se que fluidos com maiores quantidades de material adensante apresentaram maior estabilidade durante o processo de sedimentação, mantendo os sólidos em suspensão por mais tempo. Além disso, foram ajustadas equações constitutivas de tensão nos sólidos para cada sistema. Ao final do estudo foi possível compreender melhor o efeito do agente viscosificante (goma xantana) e agente adensante (hematita) nas propriedades dos fluidos de perfuração.

Palavras-chave: fluido pseudoplástico, reologia, aglomeração de partículas, técnica da atenuação de raios gama.



## ABSTRACT

The relevance of oil in world energy matrix motivates the search for strategies to optimize its production. In drilling stages of oil wells, drilling fluids present as one of its main functions to clean the bottom of well by carrying the drill cuttings to surface. In addition, drilling fluids, when at rest, must be able to maintain these solids in suspension. Therefore, it's important to know the rheological properties of drilling fluids, as well as behavior of settling process in it. Thus, this dissertation aimed to study the sedimentation process of particles in different drilling fluids. For this purpose, the effect of addition of xanthan gum (GX) and the effect of hematite concentration on rheology and sedimentation of suspensions in drilling fluids was evaluated. The sedimentation was studied by using the Gamma-ray Attenuation Technique, a non-destructive approach that allows the monitoring of volumetric concentration of solids as a function of position and time. The addition of xanthan gum directly affected the rheology of the fluid, providing pseudoplastic and thixotropic properties, and the sedimentation process, observed by particle agglomeration phenomenon and the longer duration of settling process. Regarding the effect of hematite concentration, it was noticed that fluids with larger amounts of thickening material presented greater stability during the sedimentation process, maintaining the solids in suspension for longer. In addition, constitutive equations for pressure on solids were fitted for each system. Finally it was possible to better comprehend the effect of viscosifying agente (xanthan gum) and thickening agentes (hematite) on drilling fluids' properties.

Key-words: shear-thinning fluid, rheology, particule agglomeration, gamma-ray attenuation technique.

## 1. INTRODUÇÃO

Em virtude da crescente demanda energética mundial, aumenta também a busca por novas tecnologias a fim de se aproveitar ao máximo as fontes energéticas disponíveis. Dentre essas fontes, destaca-se a importância do petróleo. Este consiste no principal componente da matriz energética mundial (EPE, 2019).

Segundo dados da Empresa de Pesquisa Energética (EPE), no ano de 2016 o petróleo representou cerca de 36% da matriz energética brasileira e 31,9% da matriz mundial, como pode ser visto na Figura 1.1.

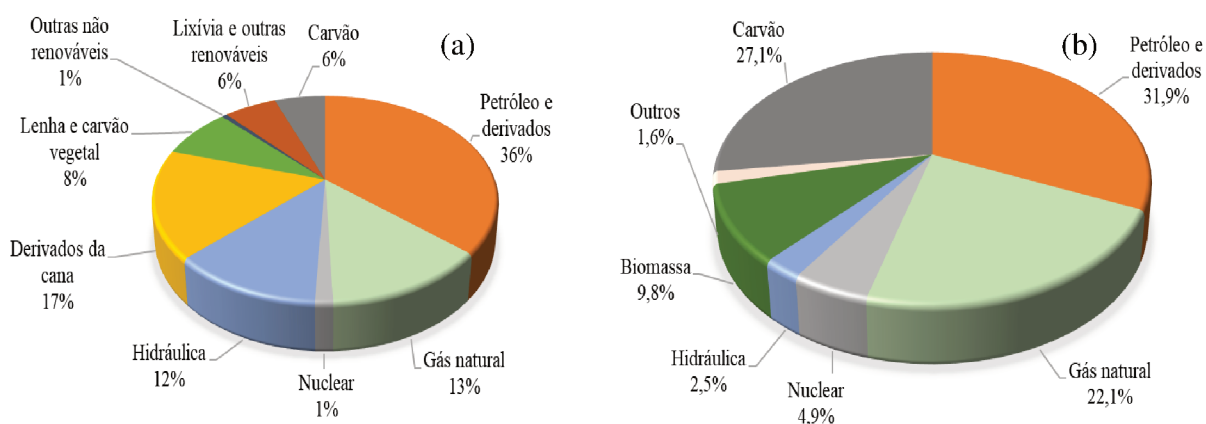


Figura 1.1 - Matriz energética no ano de 2016 no (a) Brasil, e no (b) mundo (Adaptado de EPE, 2019).

Além da produção de energia, os derivados do petróleo estão presentes em vários segmentos da indústria, sendo matérias-primas para fabricação de tintas, plásticos, embalagens, borrachas, fertilizantes, entre outros materiais. O cenário mundial é altamente dependente desses derivados (ANP, 2019).

Desta forma, grandes recursos são investidos em desenvolvimento tecnológico para otimizar a exploração das reservas de petróleo. Dentre as etapas de exploração, a perfuração dos poços de petróleo tem sido objetivo de pesquisa, devido ao alto custo envolvido nesta operação (ANP, 2019).

Um dos pontos mais importantes na etapa de perfuração dos poços é o fluido de perfuração. Estes fluidos são misturas complexas de sólidos, líquidos e gases que são especificados para cada etapa do processo de perfuração. De maneira geral, fluidos de perfuração apresentam como função (THOMAS, 2001; PETROBRAS, 2011):

- Limpar o fundo do poço, carreando cascalhos gerados pela broca para a superfície;

- Lubrificar e resfriar a broca;
- Exercer pressão sobre as formações rochosas;
- Manter os sólidos em suspensão durante as paradas operatórias.

Além dessas funções, os fluidos de perfuração devem possuir várias qualidades desejáveis que podem aumentar significativamente a eficiência da operação de perfuração. Dentre essas, destacam-se características reológicas específicas, prevenção de perda de fluido, estabilidade sob várias condições operacionais de temperatura e pressão, entre outras. Essas características são obtidas a partir da combinação de agentes aditivos no fluido (CAENN et al., 2011).

Segundo Caenn et al. (2011) fluidos de perfuração usualmente exibem características reológicas pseudoplásticas e tixotrópicas. Sob elevadas taxas de deformação, a viscosidade aparente desses fluidos diminui, favorecendo o seu escoamento e carreamento dos cascalhos até a superfície. No entanto, quando em repouso, a viscosidade aparente dos fluidos aumenta, dificultando o processo de sedimentação dos sólidos em seu interior. Thomas (2001) observa que o acúmulo de sólidos no fundo do espaço anular do poço pode ocasionar problemas operacionais como redução da vida útil da broca, perda de circulação do fluido e obstrução da coluna de perfuração.

Desta forma, este trabalho buscou estudar as propriedades reológicas de fluidos de perfuração e entender como elas influenciam na sedimentação de partículas em condições de paradas operacionais. Para isso, foram estudados fluidos de perfuração de diferentes formulações, a fim de avaliar a influência de aditivos nas características do fluido.

Para estudar o perfil de concentração de partículas sedimentando em fluidos newtonianos e não-newtonianos, a Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG) tem sido utilizada, apresentando resultados consistentes com boa reprodutibilidade e baixos valores de desvio padrão.

A atenuação de raios gama é uma técnica indireta não destrutiva que permite estimar o valor da concentração de sólidos em função do tempo e da posição, sem interferir na configuração e estabilidade do meio. Esta técnica é utilizada atualmente por poucos laboratórios no Brasil, sendo explorada pelo Laboratório de Radioisótopos da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia há anos. Vários trabalhos que provaram a eficiência do uso desta técnica foram desenvolvidos e publicados por este laboratório, como

dissertações (RUIZ, 2000; AROUCA, 2003; FAGUNDES, 2015; SANTOS, 2017) e teses (AROUCA, 2007; MOREIRA, 2014; FAGUNDES, 2019).

Diante do que foi apresentado, este trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da adição de agente viscosificante goma xantana ou glicerina e de agente adensante hematita na sedimentação gravitacional em batelada de partículas em fluidos de perfuração por meio da Técnica de Atenuação de Raios Gama, com os seguintes objetivos específicos:

- Caracterizar os fluidos de perfuração quanto as suas propriedades reológicas;
- Determinar relações que descrevam o comportamento não-newtoniano dos fluidos;
- Determinar as distribuições de concentrações volumétricas dos sólidos sedimentando em fluidos com diferentes reologias;
- Analisar a influência da adição de goma xantana e da concentração de hematita na sedimentação;
- Determinar equações constitutivas para pressão nos sólidos.

A presente dissertação está dividida em cinco capítulos. O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica trazendo conceitos importantes sobre reologia, fluidos de perfuração e sedimentação. O capítulo 3 lista os materiais, equipamentos e procedimentos empregados para a realização do trabalho. O capítulo 4 expõe e interpreta os resultados encontrados no decorrer dos ensaios experimentais. O capítulo 5 traz as principais conclusões obtidas na dissertação, assim como algumas sugestões para trabalhos futuros.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta o estado da arte no que tange conceitos e fundamentações teóricas sobre reologia de fluidos de perfuração e fluidos não-newtonianos importantes para o bom desenvolvimento deste trabalho. Também são apresentadas pesquisas relacionadas ao tema de sedimentação gravitacional em batelada em fluidos newtonianos e não newtonianos.

### 2.1 Reologia

Conhecer as características reológicas dos fluidos é interesse de diversas áreas da indústria, visto que várias operações unitárias e dimensionamento de equipamentos dependem das propriedades dos fluidos (CHHABRA; RICHARDSON, 2008).

O comportamento de um fluido em escoamento é determinado por suas propriedades reológicas, que governam a relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação (DARBY, 2001). As características do fluido dependem principalmente da viscosidade e, podem ser classificadas em duas categorias (VISWANATH et al., 2006).

- Fluido newtoniano;
- Fluido não-newtoniano.

A Figura 2.1 mostra diferentes classificações de um fluido que serão abordados na revisão bibliográfica.

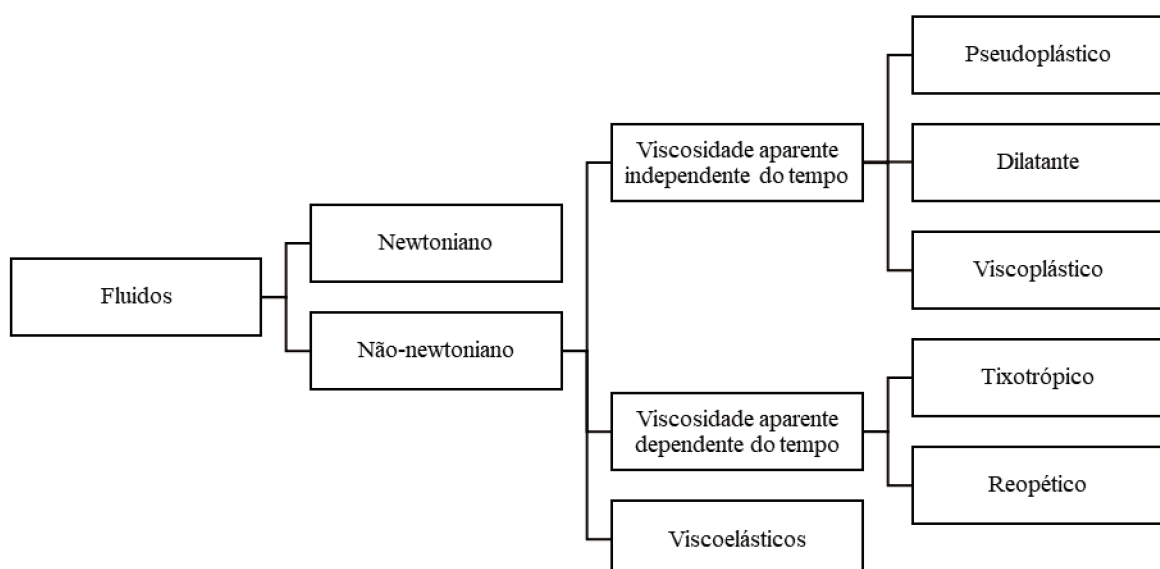


Figura 2.1 - Classificação reológica dos fluidos (Fonte: próprio autor).

### 2.1.1 Fluido newtoniano

Chhabra e Richardson (2008) estudaram o escoamento em estado estacionário de uma camada de fluido contida entre duas placas paralelas, de área  $A$ , separadas uma da outra por uma distância  $dy$ . Na placa superior, é aplicada uma força de cisalhamento  $F$ , que provoca o deslocamento dela.

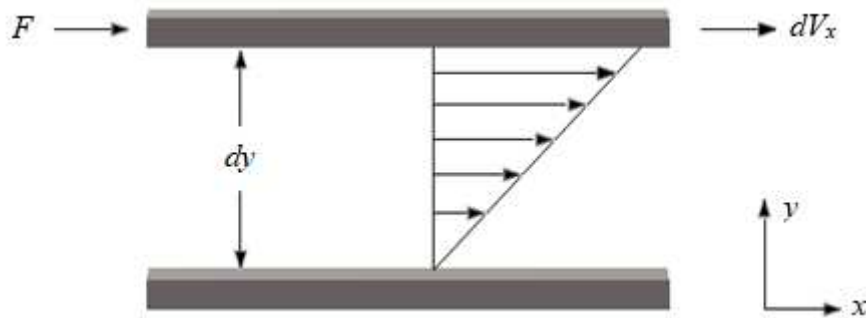


Figura 2.2 - Representação do escoamento unidimensional (Adaptado de CHHABRA; RICHARDSON, 2008).

Para um fluido newtoniano, os autores afirmaram que existe uma relação de proporcionalidade direta entre a tensão de cisalhamento ( $\tau_{yx}$ ) e a taxa de deformação ( $\gamma_{yx}$ ). Esta, por sua vez, pode ser expressa pela relação entre o diferencial de velocidade ( $dv_x$ ) e o diferencial de espessura do líquido ( $dy$ ). Essa relação é apresentada pela Equação (2.1), também chamada de Lei de Newton da viscosidade.

$$\frac{F}{A} = \tau_{yx} = \mu \left( -\frac{dv_x}{dy} \right) = \mu \gamma_{yx} \quad (2.1)$$

A constante de proporcionalidade  $\mu$  é chamada viscosidade absoluta e, por definição, é independente da taxa de deformação e do tempo, possuindo relação apenas com a composição do fluido, temperatura e pressão. A curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação, também chamada de curva de escoamento, para um fluido newtoniano se apresenta como uma linha reta, com inclinação  $\mu$ , partindo da origem do plano cartesiano (CHHABRA; RICHARDSON, 2008).

### 2.1.2 Fluido não-newtoniano

Para o fluido não-newtoniano, a curva de escoamento apresenta comportamento não-linear, ou linear que não passa pela origem do plano. Assim, a viscosidade deste tipo de fluido pode depender, não só da composição do fluido, temperatura e pressão, como das condições do escoamento, como taxa de deformação e até mesmo do histórico cinemático da amostra de

fluido estudada (CHHABRA; RICHARDSON, 2008). O escoamento dos fluidos não-newtonianos é definido pela Equação (2.2).

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

na qual  $\eta$  representa a viscosidade aparente do fluido, uma função da composição, temperatura, pressão, taxa de deformação e tempo.

Chhabra e Richardson (2008) classificam os fluidos não-newtonianos em três grupos:

- Fluidos puramente viscosos, também chamados de fluidos com viscosidade aparente independente do tempo: sua viscosidade aparente não depende do tempo de aplicação da taxa de deformação;
- Fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo: a viscosidade aparente varia de acordo com a duração da taxa de deformação, até atingir um estado estacionário;
- Fluidos viscoelásticos: materiais que exibem características combinadas de um sólido elástico e um fluido viscoso, demonstrando recuperação elástica parcial após a deformação.

Apesar da classificação ser comumente adotada, os autores afirmam que a maioria dos fluidos reais apresentam características combinadas das classes. Porém é possível determinar uma característica dominante.

#### **2.1.2.1 Fluidos com viscosidade aparente independente do tempo**

Para fluidos não-newtonianos com viscosidade aparente independente do tempo, a viscosidade aparente não é função da duração da deformação. Neste tipo de fluido para determinar a tensão de cisalhamento em um dado ponto, é necessário apenas conhecer a taxa de deformação no mesmo ponto. Assim, o escoamento desse tipo de material pode ser descrito pela seguinte relação constitutiva (CHHABRA, 2007).

$$\tau_{yx} = f(\dot{\gamma}_{yx}) \quad (2.3)$$

A Figura 2.3 traz o comportamento da curva de escoamento para alguns dos tipos mais comuns de fluidos com viscosidade aparente independente do tempo.

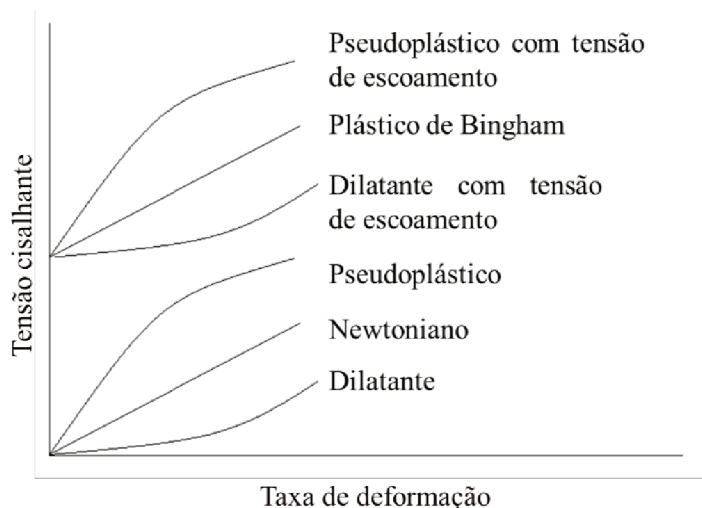


Figura 2.3 - Representação gráfica dos reogramas para fluidos com viscosidade aparente independente do tempo (FAGUNDES, 2015).

Segundo Chhabra (2007), os fluidos não-newtonianos com viscosidade aparente independente do tempo podem ser divididos em três subclasses, que serão descritas a seguir.

a) Fluidos pseudoplásticos:

Os fluidos pseudoplásticos representam o tipo mais comum de fluidos não-newtonianos com viscosidade aparente independente do tempo. Por exemplo, praticamente todas as soluções poliméricas apresentam propriedades pseudoplásticas (BARNES et al., 1989).

A viscosidade aparente dos fluidos pseudoplásticos diminui com o aumento da taxa de deformação. No entanto, Chhabra (2007) constatou que este comportamento é percebido apenas em determinadas condições. Desta forma, tanto em altas quanto em baixas taxas de deformação, é comum observar que grande parte dos fluidos pseudoplásticos exibem características de fluido newtoniano. Os valores da viscosidade aparente nas condições de baixas e altas taxas de deformação são chamados, respectivamente, de viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) e viscosidade de deformação infinita ( $\mu_\infty$ ). Assim, a viscosidade de um fluido pseudoplástico varia de  $\mu_0$  a  $\mu_\infty$  com o aumento da taxa de deformação, como pode ser visto na Figura 2.4.



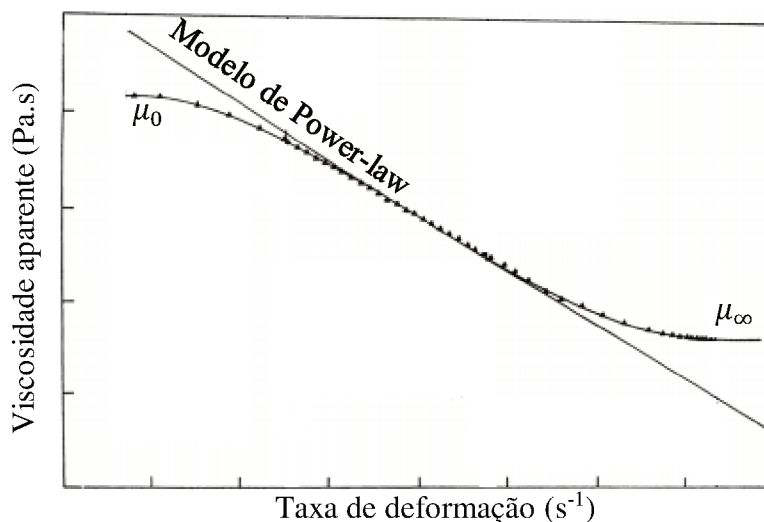


Figura 2.4 - Demonstração da viscosidade de deformação zero e de deformação infinita para um fluido pseudoplástico (Adaptado de CHHABRA, 2007).

b) Fluidos dilatantes:

Assim como os fluidos pseudoplásticos, a viscosidade destes materiais apresenta dependência com a taxa de deformação. No entanto, o aumento da taxa de deformação leva a aumentos na viscosidade aparente desses fluidos.

Esse tipo de comportamento é encontrado em suspensões com elevadas concentrações de sólidos submetidas à altas taxas de deformação e pode ser explicado qualitativamente da seguinte maneira (CHHABRA, 2007): Quando uma suspensão está em repouso, a porosidade do meio é mínima e o fluido encontra-se em uma quantidade suficiente apenas para preencher os espaços vazios entre os sólidos. Em baixas taxas de cisalhamento, o fluido lubrifica o movimento de uma partícula sobre a outra, e as tensões resultantes são consequentemente baixas. Em altas taxas de cisalhamento, por outro lado, a compactação do sedimento se desfaz e o material se expande ou dilata levemente, causando um aumento na porosidade do meio e, portanto, a quantidade de líquido disponível não é mais suficiente para lubrificar o movimento de uma partícula sólida sobre a outra. Desta forma o atrito causado pelo contato sólido-sólido faz com que as tensões aumentem rapidamente, o que, por sua vez, causa um aumento na viscosidade aparente.

c) Fluidos viscoplásticos:

Segundo Chhabra e Richardson (2008), este tipo de fluido é caracterizado pela existência de uma tensão crítica de cisalhamento ( $\tau_0$ ) que deve ser excedida para que ele seja posto em escoamento. Uma vez que a tensão limitante é vencida, a curva de escoamento pode

apresentar tendências lineares ou não-lineares, não passando pela origem do plano cartesiano. Fluidos viscoplásticos que apresentam curvas de escoamento lineares são os chamados plásticos de Bingham, enquanto os fluidos que mostram tendências não-lineares são conhecidos como fluidos de Herschel-Bulkey.

Os autores ainda explicam que este tipo de material, quando em repouso, consiste em uma estrutura tridimensional suficientemente rígida para suportar qualquer tensão externa inferior a  $\tau_0$ , se comportando como um sólido elástico. Porém, quando submetido a tensões superiores a tensão crítica de cisalhamento, essa estrutura se desfaz e o material passa a se comportar como um fluido viscoso.

### 2.1.2.2 Fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo

Em muitos processos industriais importantes, as propriedades reológicas do fluido dependem, além da taxa de deformação, do tempo de duração da deformação. Quando alguns materiais estão sujeitos a uma taxa de deformação constante, sua viscosidade aparente altera gradualmente com o tempo, isto ocorre devido à quebra das estruturas internas presentes no fluido. Ao mesmo tempo, a taxa com que as ligações estruturais se reestabelecem aumenta levando, eventualmente, a um estado de equilíbrio (CHHABRA, 2007).

Esses tipos de fluido são divididos em duas categorias, tixotrópicos e reopéticos. Fluidos tixotrópicos apresentam diminuição da viscosidade aparente com o tempo, enquanto os fluidos reopéticos aumentam sua viscosidade aparente com o tempo de deformação, conforme mostra a Figura (2.5).

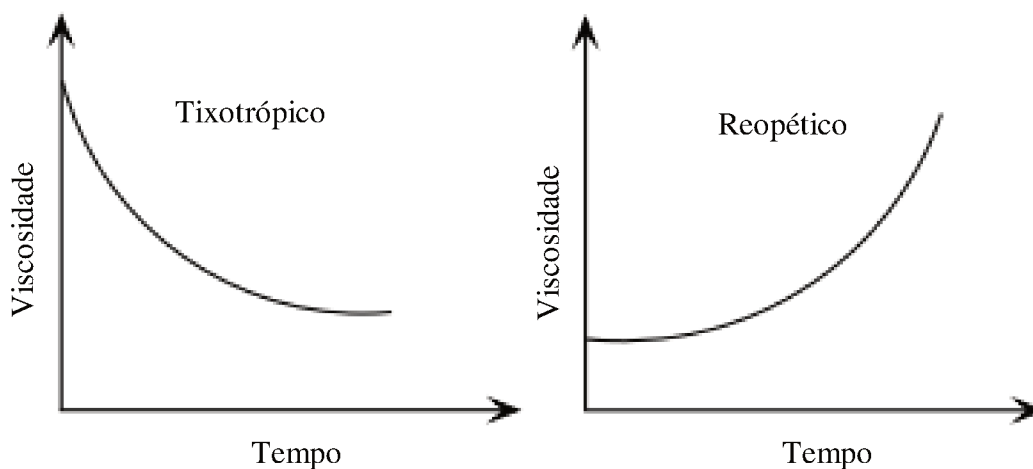


Figura 2.5 - Variação da viscosidade para fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo (Adaptado de VISWANATH et al., 2006).

#### a) Fluidos tixotrópicos

Um fluido é dito como tixotrópico quando a sua viscosidade aparente diminui com o tempo quando deformado a uma taxa constante.

O comportamento reológico complexo dos materiais tixotrópicos pode ser entendido com base em microestruturas, também depende do histórico de cisalhamento. Tais microestruturas são fruto de forças de atração relativamente fracas entre as moléculas do fluido. Essas forças causam a formação de estruturas gelificadas que, por sua vez, formam redes de partículas no corpo do fluido. No entanto, as ligações interpartículas são fracas o suficiente para serem quebradas pelas tensões cisalhantes durante a deformação. Ao cessar o cisalhamento, nota-se a recomposição das estruturas géis no fluido, aumentando novamente a sua viscosidade aparente (MEWIS; WAGNER, 2009).

#### b) Fluidos reopéticos

Este tipo de fluido, ao ser submetido a uma taxa de deformação constante, responde com o aumento da sua viscosidade aparente com o tempo de duração da deformação. Segundo Chhabra (2007), a reopexia está associada ao fortalecimento das ligações estruturais do fluido quando este é deformado. Desta forma, materiais reopéticos apresentam o fortalecimento das estruturas internas do fluido frente a deformação e, durante o repouso, tais estruturas se quebram.

Uma maneira de se avaliar o comportamento reológico dependente do tempo é pela histerese. A área de histerese é uma técnica experimental que consiste no aumento constante da taxa de deformação partindo do repouso até um valor máximo e, em seguida, a diminuição, na mesma taxa, até zero novamente. Para fluidos dependentes do tempo, a curva de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação obtida por este experimento irá indicar um ciclo de histerese, como mostrado na Figura 2.6 (CHHABRA; RICHARDSON, 2008).

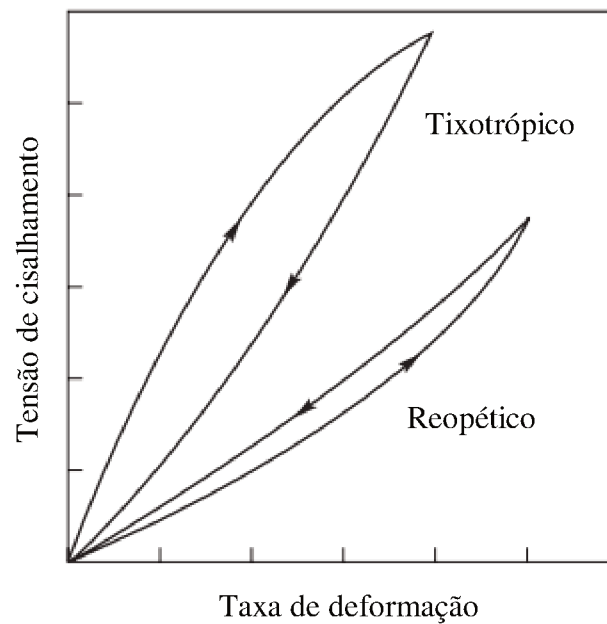


Figura 2.6 - Curvas de histerese para fluidos com viscosidade aparente dependente do tempo (Adaptado de CHABBRA; RICHARDSON, 2008).

Segundo Chhabra e Richardson (2008), o tamanho e área do ciclo de histerese dependem da duração da deformação, taxa de acréscimo/decréscimo de tensão e histórico cinético da amostra testada. Para fluidos tixotrópicos, observa-se que a curva referente ao aumento de taxa apresenta valores maiores de tensão de cisalhamento em comparação com a curva de diminuição de taxa. Isto se deve a diminuição da viscosidade aparente do fluido com o passar do tempo de aplicação da deformação. Para fluidos reopéticos nota-se comportamento oposto, pois a sua viscosidade aparente aumenta com o tempo.

#### 2.1.2.3 Fluidos viscoelásticos

Este tipo de material apresenta características viscosas e elásticas. Segundo Sochi (2010), fluidos viscoelásticos devem se comportar como um fluido viscoso, quando submetido a tensões de cisalhamento, respeitando a lei de Newton da viscosidade. Ao cessar a deformação, o material deve se portar como um sólido elástico, voltando a sua forma original, seguindo a lei de Hooke. O autor ainda diz que o comportamento deste tipo de fluido é fortemente influenciado pelo seu histórico de deformação.

#### 2.1.2.4 Modelos matemáticos para fluidos não-newtonianos

Diversas expressões foram propostas para expressar matematicamente as características dos fluidos não-newtonianos. Neste trabalho serão apresentados alguns dos modelos mais usuais encontrados na literatura.

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

Este modelo tem sido muito utilizado em aplicações da engenharia devido a sua simplicidade. É um modelo bi-paramétrico representado pelas Equações (2.4), explicitando a tensão de cisalhamento, e (2.5), na forma da viscosidade aparente (CHHABRA, RICHARDSON, 2008).

$$\tau_{yx} = m(\gamma_{yx})^n \quad (2.4)$$

$$\eta = m(\gamma_{yx})^{1-n} \quad (2.5)$$

em que  $m$  ( $Pa \cdot s^n$ ) é o índice de consistência e  $n$  (adimensional) é o índice de comportamento do fluido.

O parâmetro  $m$  representa a viscosidade aparente do fluido quando a taxa de deformação possui seu valor unitário. O parâmetro  $n$  indica o desvio do comportamento do fluido em comparação com fluido newtoniano. Se  $n < 1$ , o fluido exibe propriedades pseudoplásticas. Se  $n > 1$ , o fluido se comporta como dilatante. Quando  $n = 1$ , o apresenta comportamento newtoniano.

Segundo Chhabra e Richardson (2008), este modelo é indicado para faixas intermediárias de taxas de deformação, perdendo a precisão próximo aos valores da viscosidade de deformação zero ( $\mu_0$ ) e viscosidade de deformação infinita ( $\mu_\infty$ ), como pode ser observado na Figura 2.4. Além disso, o modelo de *Power-law* não descreve o comportamento de fluidos que possuem tensão crítica de cisalhamento ( $\tau_0$ ).

b) Modelo de Herschel-Bulkey

Segundo Sochi (2010), o modelo de Herschel-Bulkey, apesar da sua simplicidade, pode descrever o comportamento de fluidos newtonianos e diversos tipos de fluidos não-newtonianos independentes do tempo.

Este modelo utiliza três parâmetros e se diferencia do modelo de *Power-law* pela adição de um parâmetro que representa a tensão crítica de escoamento dos fluidos viscoplásticos. O modelo de Herschel-Bulkey é descrito pela Equação (2.6).

$$\tau_{yx} = \tau_0 + m(\gamma_{yx})^n \quad (2.6)$$

em que  $\tau_0$ ,  $m$  e  $n$  são os parâmetros do modelo e representam, respectivamente, a tensão crítica de escoamento, o índice de consistência e o índice de comportamento.

Observa-se que o modelo de Herschel-Bulkey se reduz ao modelo de *Power-law* quando  $\tau_0 = 0$ , e se reduz a lei da viscosidade de Newton para  $\tau_0 = 0$  e  $n = 1$ .

## 2.2 Fluido de perfuração

A exploração bem-sucedida de um poço de petróleo depende da aplicação dos fluidos de perfuração (CAENN et al., 2011). Segundo Thomas (2001), fluidos de perfuração são misturas complexas de sólidos, líquidos, produtos químicos e, por vezes, gases. Eles podem assumir aspectos de suspensão, dispersão coloidal ou emulsão, dependendo do estado físico dos seus componentes.

Os fluidos de perfuração exercem diversas funções no processo de perfuração do poço de petróleo, algumas delas estão citadas a seguir (BOURGOYNE Jr. et al., 1986; JONES; HUGHES, 1996; CAENN, et al., 2011).

- Limpar o fundo do poço, transportando os cascalhos gerados pela broca até a superfície;
- Resfriar e lubrificar a broca durante a perfuração;
- Exercer pressão hidrostática sobre a formação rochosa, estabilizando as paredes do poço e impedindo o influxo de fluidos indesejáveis da formação ao poço;
- Auxiliar na coleta de informações geológicas e avaliação da formação rochosa.

Segundo Thomas (2001), os fluidos devem ser especificados para garantir uma perfuração rápida e segura, sendo desejável que apresente certas características como:

- Ser quimicamente estável;
- Ser bombeável;
- Facilitar a separação dos cascalhos na superfície;
- Manter os sólidos em suspensão quando estiver em repouso;
- Apresentar baixo grau de corrosão e abrasão aos equipamentos e coluna de perfuração.

Para que se observem essas características, aditivos são aplicados aos fluidos de perfuração, conferindo as propriedades desejadas. Alguns tipos de aditivos estão citados abaixo (PETROBRAS, 2011).

- Viscosificantes: Alteram o comportamento reológico dos fluidos, conferindo características pseudoplásticas e tixotrópicas. Podem ser citados como exemplos goma xantana e carboximetil celulose;
- Adensantes: Modificam a densidade do fluido, aumentando o seu peso, para conferir maior estabilidade ao poço, exercendo pressão nas paredes da formação rochosa. Exemplos de adensantes utilizados são a hematita e a barita.
- Obturantes: São utilizados para selar formações porosas, a fim de evitar a perda de fluido para a formação rochosa e minimizar problemas de desmoronamento e prisão da coluna. Carbonato de cálcio é um exemplo de agente obturante utilizado.

O fluido de perfuração é formulado a partir de uma fase contínua e uma fase dispersa. A fase dispersa consiste nos aditivos e sólidos presentes no fluido para conferir propriedades específicas. A classificação do fluido de perfuração é realizada a partir da sua fase contínua, sendo esta base água, base óleo ou base ar (SHAH et al., 2010).

a) Fluidos à base de ar:

A utilização de fluidos à base de ar é recomendada em zonas de perda de circulação severa e em formações que apresentam pressões muito baixas, mais susceptíveis a danos (THOMAS, 2001).

A vantagem da utilização de fluidos de perfuração com base ar reside em suas altas taxas de penetração, quando comparados com fluidos de base água ou base óleo. Desta forma, os cascalhos são literalmente soprados até a superfície, por estar submetido a consideráveis diferenciais de pressão. Além disso, este tipo de fluido não apresenta riscos de contaminação ambiental, não danifica a formação rochosa e não possui perdas de circulação. No entanto, o alto diferencial de pressão produzido pode permitir a invasão de fluidos provenientes da formação rochosa ao poço (AMOCO, 2010; SHAH et al., 2010).

b) Fluidos à base de água:

Fluidos à base de água são os fluidos de perfuração mais utilizados. São geralmente de fácil produção, baixo custo de manutenção e podem ser formulados para superar a maioria dos problemas da perfuração (AMOCO, 2010).

Este tipo de fluido consiste em uma mistura de componentes em água, a fase contínua e principal componente. Os sólidos são adicionados como modificadores das propriedades do

fluido, conferindo as características requeridas para a aplicação na perfuração (THOMAS, 2001).

Os sólidos normalmente encontrados na formulação de fluidos de perfuração à base de água são argilas ou polímeros solúveis em água, que funcionam como modificadores reológicos, e agentes adensantes, como barita ou hematita (BOURGOYNE Jr. et al., 1986; JONES; HUGHES, 1996; SHAH et al., 2010; CAENN et al., 2011).

c) Fluidos à base de óleo:

São fluidos de perfuração que apresentam como fase contínua uma fase óleo, geralmente composta de hidrocarbonetos líquidos. Sua formulação é mais complexa e de maior custo em comparação com fluidos à base de água. Fluidos à base de óleo tem sido desenvolvidos para superar certos comportamentos indesejáveis observados em fluidos de base aquosa (AMOCO, 2010; SHAH et al., 2010; CAENN et al., 2011).

Fluidos de perfuração à base de óleo apresentam algumas vantagens em comparação com outras bases, podendo ser citadas alto grau de lubricidade, maior resistência a corrosão, baixa solubilidade de sais inorgânicos. Também apresentam maior estabilidade frente a variações de temperatura e pressão, suportando condições mais extremas sem provocar danos a formação (BOURGOYNE Jr. et al., 1986; SHAH et al., 2010; CAENN et al., 2011).

O uso deste tipo de fluido tem como desvantagens o alto custo inicial, menores taxas de penetração, maiores preocupações com poluição e descarte e dificuldade de identificação do influxo de gás no poço, devido sua solubilidade na fase contínua (BOURGOYNE Jr. et al., 1986; THOMAS, 2001; SHAH et al., 2010).

Nos últimos anos têm sido desenvolvidos fluidos sintéticos, à base de olefinas e parafinas, como alternativa a fase contínua de base óleo. Estes fluidos são menos tóxicos em comparação os fluidos de base óleo, oferecendo menos riscos ao ambiente (THOMAS, 2001; SHAH et al., 2010).

### **2.3 Sedimentação**

A sedimentação é um processo de separação sólido-fluido devido à ação da força de campo gravitacional. Esta operação unitária é aplicada em vários segmentos da indústria e, por isso, tem sido amplamente estudada ao longo dos anos.



Um dos primeiros estudos dos mecanismos da sedimentação em batelada foi realizado por Coe e Clevenger (1916). Os autores propuseram uma metodologia para determinar a capacidade de um sedimentador industrial contínuo baseado em testes de sedimentação em proveta. Os ensaios de sedimentação em proveta eram realizados em uma faixa de concentrações que variava da concentração de alimentação do sedimentador à concentração da retirada da lama. Desta forma, a partir do balanço de material no sedimentador, os autores desenvolveram uma equação para determinar a capacidade do sedimentador (Equação 2.7).

$$q_s = \frac{v_{s0}}{\frac{1}{\varepsilon_{s0}} - \frac{1}{\varepsilon_{su}}} \quad (2.7)$$

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

Kynch (1952) desenvolveu a primeira teoria sobre sedimentação baseada em princípios cinemáticos. O autor utilizou as hipóteses a seguir no desenvolvimento do modelo.

1. Fenômeno unidimensional;
2. Todas as partículas são pequenas, do mesmo tamanho, forma e densidade;
3. O sólido e fluido na mistura são incompressíveis;
4. Para  $t = 0$ , a concentração de sólidos é a mesma em todos os pontos da suspensão;
5. A concentração aumenta com o tempo no sentido da base do recipiente de testes;
6. A velocidade de sedimentação tende a zero quando a concentração tende ao seu valor máximo;
7. A velocidade relativa entre o sólido e o fluido na mistura é função apenas da concentração local de sólidos;
8. Os efeitos de parede são desprezíveis;
9. A concentração de partículas é constante para o plano horizontal da coluna de sedimentação.

Kynch (1952) propôs um equacionamento simples para o processo de sedimentação, a partir da equação da continuidade para o componente sólido:

$$\frac{\partial \varepsilon_s}{\partial t} = \frac{\partial q_s}{\partial z}, \quad q_s = \varepsilon_s v_s \quad (2.8)$$

em que  $\varepsilon_s$  representa a concentração volumétrica de sólidos,  $q_s$  é a velocidade superficial dos sólidos,  $t$  é o tempo de sedimentação e  $z$  indica a posição medida a partir da base da coluna de suspensão de altura  $L$ .

A solução do modelo de Kynch (1952) é a representação matemática de ondas de equi-concentração que se propagam do fundo do recipiente até a interface clarificada. A Figura 2.7 representa o processo de sedimentação descrito pelo autor.

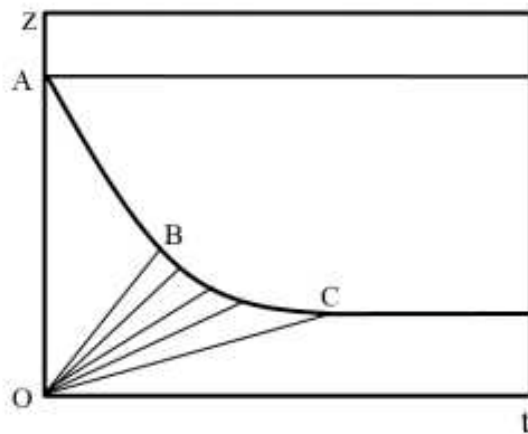


Figura 2.7 - Curva de sedimentação em batelada, mostrando as linhas de equi-concentração conforme o modelo de Kynch (MOREIRA, 2014).

Kynch (1952) também identificou que após a homogeneização da suspensão, a concentração se mantém constante por todo o volume do recipiente e, após certo tempo, é observada a formação de quatro regiões de sedimentação distintas, observadas na Figura 2.7.

- Região do líquido clarificado, acima da curva ABC: a concentração de partículas tende a zero;
- Região de sedimentação livre, demarcada pela curva AOB: a concentração de sólidos é a mesma que a concentração inicial;
- Região de transição, delimitada pelas curvas BOC: a concentração de partículas varia entre a concentração inicial da suspensão e a concentração da região de compressão;
- Região de compactação ou compressão, abaixo da curva OC: nesta região ocorre a formação do sedimento. As partículas maiores em suspensão alcançam a base do recipiente mais rapidamente e, em seguida, partículas menores sedimentam preenchendo os interstícios vazios. Esta região apresenta a concentração máxima de sólidos no processo.

A Figura 2.8 mostra as quatro regiões verificadas durante a sedimentação em batelada segundo o modelo de Kynch (1952).

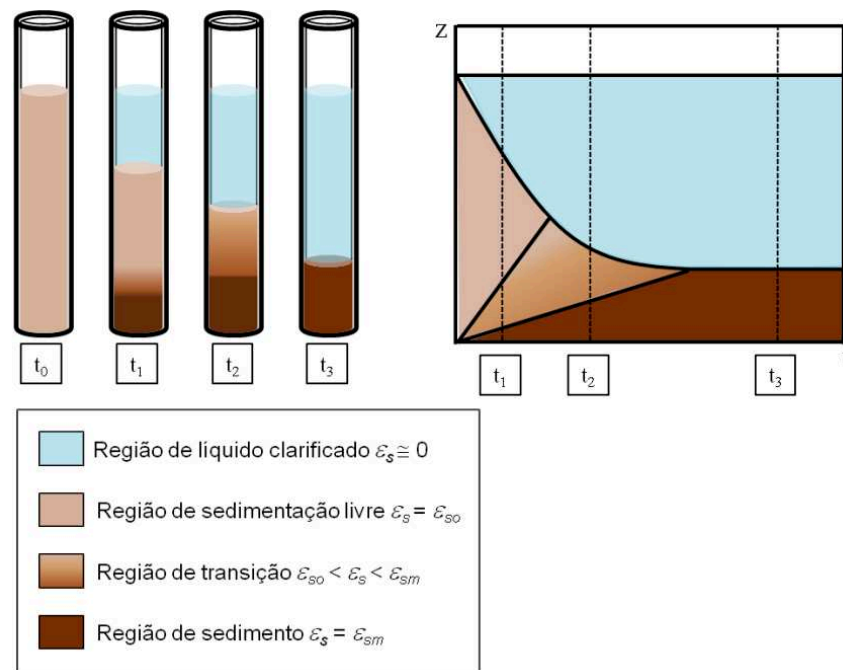


Figura 2.8 - Representação das regiões de sedimentação em batelada segundo Kynch (1952) (MOREIRA, 2014).

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

Em 1976, D'Ávila apresentou um equacionamento mais rigoroso para descrever a sedimentação em batelada, que previa o deslocamento de duas interfaces, uma ascendente e outra descendente. O autor demonstrou que este processo pode ser abordado apenas pela resolução das equações da continuidade e do movimento relativas ao sólido adotando equações constitutivas relativas à tensão nos sólidos e à força resistiva a fim de tornar o sistema determinado. Segundo D'Ávila (1976), tais equações constitutivas são funções exclusivas da concentração do meio.

D'Ávila e Sampaio (1977a, 1977b e 1977c) enunciaram teoremas de representação de tensão nos sólidos e da força resistiva. Os autores demonstraram que, se a pressão nos sólidos

é função exclusiva da porosidade local, ela apresenta somente termos relacionados à compressão.

Hamacher (1978) realizou testes de sedimentação em batelada utilizando a Técnica de Atenuação de Raios Gama, obtendo distribuições de concentrações ao longo das colunas de sedimentação. O autor determinou equações empíricas para descrever a variação da concentração como uma função da posição e do tempo. Seus trabalhos focaram nas regiões de sedimentação livre e de compactação e, a partir do desenvolvimento das equações da continuidade e do movimento concluiu que a velocidade de sedimentação e a pressão nos sólidos não podiam ser expressas apenas como funções da concentração local de sólidos (AROUCA, 2007).

Tiller e Leu (1980) sugeriram um conjunto de equações constitutivas para tensão nos sólidos e permeabilidade do meio para sedimentos compressíveis. Os autores realizaram experimentos de adensamento em células de compressão e permeabilidade determinando os parâmetros envolvidos nas equações constitutivas. A equação constitutiva para pressão nos sólidos proposta por Tiller e Leu (1980) está mostrada abaixo.

$$P_s = P_a \left[ \left( \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_{sc}} \right)^{1/\beta} - 1 \right] \quad (2.9)$$

na qual  $P_a$ ,  $\varepsilon_{sc}$  e  $\beta$  são os parâmetros do modelo, determinados experimentalmente.

Wakeman e Holdich (1984), através de uma técnica não destrutiva baseada em medidas da diferença de potencial elétrico ao longo do recipiente, determinaram valores de pressão nos sólidos a partir da concentração de sólidos em função da posição e do tempo em ensaios de sedimentação em batelada. Através da variação da concentração, os autores determinaram a velocidade de sedimentação e pressão nos sólidos. Assim como Hamacher (1978), os autores concluíram que as forças inerciais da equação do movimento podem ser desprezadas em relação aos demais termos da equação e observaram ainda que seus resultados para a pressão nos sólidos só eram confiáveis na região de compressão.

Concha e Bustos (1987) propuseram uma modificação na teoria de Kynch (1952), visando levar em consideração as características compressíveis do sistema.

$$(z = 0, t), \quad \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial z} = \frac{(\rho_s - \rho_f)g\varepsilon_s}{\frac{dP_s}{d\varepsilon_s}} \quad (2.10)$$

em que  $\varepsilon_s$  indica a concentração volumétrica de sólidos,  $\rho_s$  a massa específica de sólidos,  $\rho_f$  a densidade do líquido,  $g$  a gravidade local e  $P_s$  a pressão nos sólidos. Tal condição foi estabelecida utilizando-se a equação do movimento para o sólido em  $z = 0$ , onde a velocidade dos sólidos é nula. Os resultados encontrados pelos autores mostraram que a teoria de Kynch (1952) só é válida para concentrações menores que uma concentração crítica. Eles concluíram que sua abordagem descrevia melhor a sedimentação em batelada, mostrando que, no caso de suspensões muito compressíveis as curvas de equi-concentrações não são linhas retas, como sugerido por Kynch (1952).

Damasceno et al. (1991) utilizaram a técnica da atenuação de raios gama para determinar os parâmetros das equações constitutivas de pressão nos sólidos e permeabilidade do meio, supostas funções apenas da concentração de sólidos local. Os resultados para tensão nos sólidos encontrados pelos autores apresentaram alto grau de reprodutibilidade e baixo desvio padrão.

Damasceno (1992) desenvolveu um modelo matemático para descrever o problema de sedimentadores contínuos. O autor determinou relações constitutivas para tensão nos sólidos e permeabilidade do meio poroso utilizando a técnica da atenuação de raios gama, admitindo que essas variáveis só dependem da porosidade local. O autor concluiu que a altura do sedimento é um parâmetro de grande importância no projeto de sedimentadores. Concluiu também que os termos inerciais da equação do movimento podem ser desprezados para o caso do espessamento contínuo.

Ruiz et al. (1997a e 1997b) utilizou a técnica de atenuação de raios gama para analisar o fenômeno da sedimentação em batelada no intuito de obter medidas indiretas da concentração de sólidos como função da posição vertical e do tempo. Segundo o autor, os resultados obtidos permitiram a identificação das quatro regiões apresentadas por Kynch (1952).

Burger e Concha (1998) desenvolveram um modelo fenomenológico para a sedimentação em campo gravitacional de suspensões floculentas. O modelo consiste em uma equação diferencial parcial hiperbólica de primeira ordem para a sedimentação e uma equação diferencial parcial de segunda ordem com caráter parabólico para concentrações locais superiores a concentração crítica do material sólido utilizado na separação. Os autores conseguiram um grande avanço no desenvolvimento de seu modelo pelo fato de que os problemas contínuos e em batelada podem ser resolvidos sem haver a necessidade de divisão do problema em subdomínios de espaço e de tempo. Para o processo em batelada, os resultados

numéricos obtidos foram comparados com resultados experimentais e apresentaram boa concordância.

Ruiz (2000) estudou a sedimentação em batelada para suspensões aquosas com concentrações volumétricas iniciais variando entre 2 a 3% em volume, por meio da técnica de atenuação de raios gama. O autor obteve as distribuições de concentrações com a posição e o tempo durante ensaios de sedimentação em batelada e a partir do conhecimento do perfil de concentrações empregou técnicas numéricas na análise das equações da continuidade e do movimento para o sólido. Os resultados indicaram que a velocidade de sedimentação dos sólidos só pode ser dita como função única da concentração local para sedimentos pouco compressíveis. O autor concluiu também que a pressão nos sólidos é função exclusiva da concentração local de sólidos apenas para baixas concentrações volumétricas.

Utilizando a técnica de atenuação de raios gama, Arouca (2003) estudou o fenômeno da sedimentação em batelada utilizando suspensões aquosas de caulim, obtendo a distribuição de concentrações dos sedimentos através de ensaios estáticos. Partindo dos dados experimentais, o autor determinou os parâmetros das equações constitutivas de pressão nos sólidos e permeabilidade do meio, admitindo que tais variáveis eram funções exclusivas da concentração local de sólidos.

Arouca e Damasceno (2005a, 2005b e 2005c) utilizaram a técnica da atenuação de raios gama em testes dinâmicos de sedimentação em batelada para monitorar as concentrações de sólidos em função da posição e do tempo. Os resultados obtidos pelos autores permitiram um mapeamento completo da coluna de sedimentação e a caracterização de regiões distintas do fenômeno. Os resultados permitiram a validação de modelos matemáticos para a sedimentação unidimensional.

Arouca (2007) desenvolveu um novo modelo fenomenológico que, além de considerar a compressibilidade do sedimento, descreveu adequadamente o fenômeno físico em todo o seu domínio, sem que houvesse a necessidade do uso de condições de salto nas fronteiras móveis. Para a validação dos resultados simulados, foram realizados ensaios experimentais de sedimentação em batelada de suspensões aquosas de diferentes materiais sólidos, utilizando a técnica não destrutiva de atenuação de raios gama. Os resultados das simulações numéricas mostraram que o modelo misto hiperbólico-parabólico proposto descreveu a sedimentação de maneira consistente com o fenômeno físico.

## 2.4 Sedimentação em fluidos não-newtonianos

A sedimentação de sólidos em fluidos não-newtonianos apresenta comportamento consideravelmente diferente do estudado para fluidos newtonianos. Neste trabalho será abordado o fenômeno da sedimentação em fluidos pseudoplásticos com efeitos de memória.

Allen e Uhlherr (1989) avaliaram qualitativamente a sedimentação em fluidos newtonianos e fluidos pseudoplásticos com moderados e fortes efeitos elásticos. Os autores observaram que enquanto a sedimentação em fluido newtoniano ocorria de maneira homogênea ao longo do recipiente de teste (Figura 2.9a), para os fluidos não-newtonianos observou-se a formação de aglomerados de partícula. Para fluidos com moderados efeitos elásticos, verificou-se a formação de bolsões de líquido com regiões de elevadas concentrações de partículas (Figura 2.9b). Na sedimentação em fluidos com fortes efeitos viscoelásticos houve a formação de canais de sedimentação separados por regiões de líquido clarificado (Figura 2.9c). Os resultados observados pelos autores mostraram que o fenômeno da aglomeração de partículas provocou o aumento nas taxas de sedimentação dos sólidos.

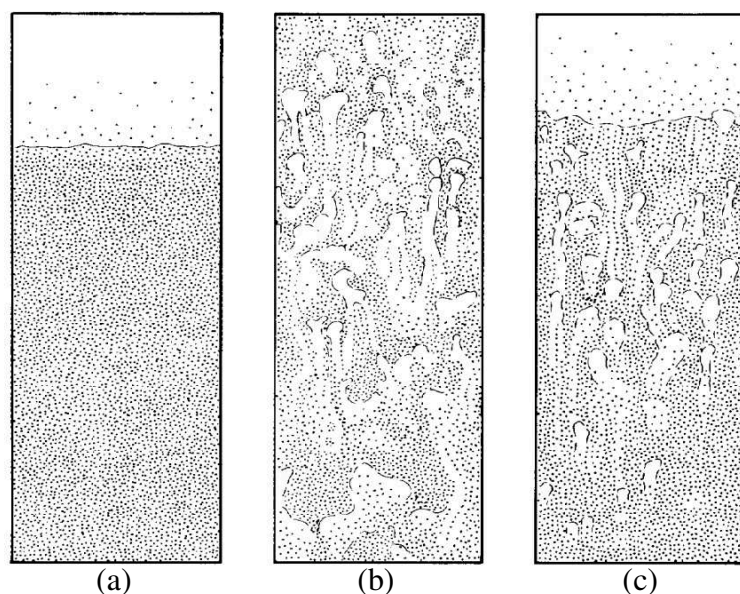


Figura 2.9 - Representação da sedimentação em leito bidimensional. (a) Fluido newtoniano. (b) Fluido com moderados efeitos pseudoplásticos. (c) Fluido com fortes efeitos pseudoplásticos (ALLEN; UHLHERR, 1989).

Bobroff e Phillips (1998) estudaram a sedimentação de partículas em fluidos não-newtonianos utilizando imagens obtidas por ressonância magnética nuclear. Os resultados obtidos mostraram que as taxas de sedimentação em fluidos pseudoplásticos apresentam

dependência com o tempo. Os autores concluíram que a sedimentação é mais rápida no início do processo, reduzindo progressivamente com o passar do tempo.

Assim como relatado por Allen e Uhlherr (1989), Bobroff e Phillips (1998) observaram a formação de colunas de partículas sedimentando separada por regiões de líquido clarificado durante a sedimentação em fluido pseudoplástico, fenômeno que não ocorria em fluido newtoniano.

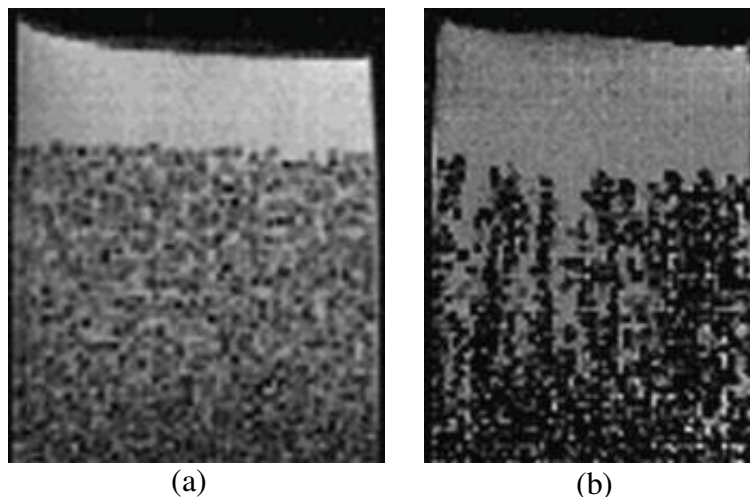


Figura 2.10 - Imagens obtidas por ressonância magnética do processo de sedimentação. (a) Fluido newtoniano. (b) Fluido pseudoplástico (Adaptado de BOBROFF; PHILLIPS, 1998).

Daugan et al. (2002a e 2002b) analisaram quantitativamente a sedimentação de duas e três partículas esféricas em fluidos pseudoplásticos e tixotrópicos. Observaram que a primeira partícula, ao sedimentar, deforma o fluido gerando uma região de viscosidade reduzida. Assim, a segunda partícula lançada no sistema está submetida a uma condição de menor resistência, sedimentando com velocidade maior em comparação com a primeira. Desta forma, após certo tempo as partículas tendem a se encontrar, sedimentando juntas com velocidade superior à das esferas isoladas. Este estudo confirmou a formação de canais de sedimentação com viscosidade reduzida, previstos por outros autores anteriormente.

Daugan et al. (2002a e 2002b) observaram a existência de uma distância crítica de separação para ocorrer a aglomeração de partículas ( $d_c$ ). Caso a separação entre as esferas fosse maior que a distância crítica ( $d > d_c$ ), a sedimentação das partículas acontece como se estivessem isoladas. Este fenômeno também foi registrado por Gueslin et al. (2006).



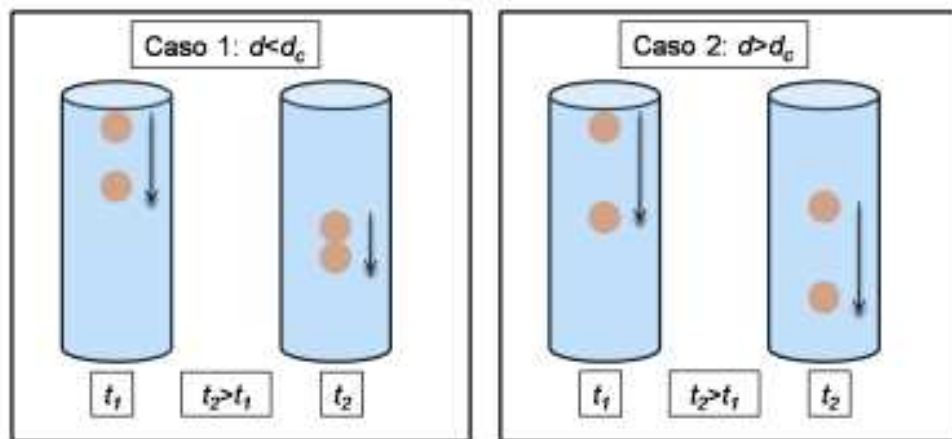


Figura 2.11 - Fenômeno da aproximação das partículas que ocorre em fluidos pseudoplásticos com efeito de memória (MOREIRA, 2014).

Daugan et al. (2004) estudaram a sedimentação em suspensões pseudoplásticas com efeito de memória utilizando a técnica de atenuação de luz para determinar a concentração volumétrica de sólidos em função do tempo. Registraram também imagens fotográficas da suspensão ao longo do tempo, Figura 2.12. Os autores concluíram que a sedimentação de partículas na suspensão pseudoplástica estudada pode ser dividida em três fases:

Fase 1: A suspensão se mantém homogênea enquanto se inicia o processo de aglomeração de partículas (Figura 2.12a).

Fase 2: Formação de colunas de sedimentação na direção da base da proveta. A concentração volumétrica de sólidos reduz rapidamente devido a sedimentação dos aglomerados de partícula formados (Figuras 2.12b a 2.12d).

Fase 3: Desaparecimento dos canais de viscosidade reduzida, fazendo com que a sedimentação das partículas remanescentes seja lenta.

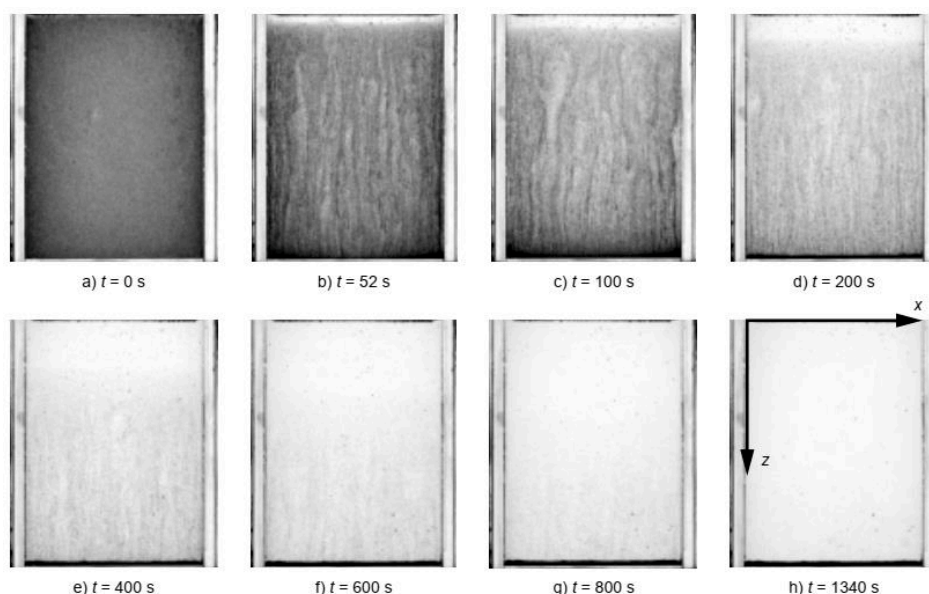


Figura 2.12 - Sedimentação de suspensão pseudoplástica em diferentes tempos de experimento (DAUGAN et al., 2004).

Daugan et al. (2004) perceberam que os canais de sedimentação formados permaneciam em número constante e a distância entre as colunas era grande em comparação com o tamanho das partículas. Os autores concluíram também que o número de canais aumentou com o aumento da concentração volumétrica inicial da suspensão.

Moreira (2014) e Moreira et al. (2017) estudaram a sedimentação de partículas em suspensões newtonianas e suspensões pseudoplásticas com efeito de memória através da técnica da atenuação de raios gama. Os resultados obtidos pelos autores mostraram que as características reológicas das suspensões influenciaram de forma significativa nas taxas de sedimentação. Para o fluido pseudoplástico, verificou-se que a formação do sedimento ocorreu de forma mais rápida no início do processo, em comparação com o fluido newtoniano. Isso ocorreu devido ao fenômeno de aglomeração de partículas e formação de canais de viscosidade aparente reduzida. No entanto, a finalização do processo de sedimentação se deu mais rapidamente no fluido newtoniano, pelo reestabelecimento das forças géis no fluido tixotrópico.

Fagundes (2015) e Fagundes et al. (2018) estudaram a estabilidade do fluido de perfuração sintético de base parafina com propriedades pseudoplásticas e tixotrópicas. Os autores empregaram a técnica de atenuação de raios gama para determinar o perfil de concentração de sólidos constituintes do fluido de perfuração em função do tempo e da posição do recipiente de teste. Observou-se a formação de duas regiões: uma de líquido clarificado e outra de sedimentos, e o sistema apresentou elevada estabilidade fluidodinâmica. Embora o

fluido apresentasse comportamento pseudoplástico e tixotrópico, o perfil de sedimentação foi semelhante ao que normalmente ocorre em fluidos newtonianos. Este comportamento foi associado ao efeito da concentração de sólidos no processo e a alta estabilidade do fluido.

Santos (2017) e Santos et al. (2018) estudaram fluidos de perfuração olefinicos com diferentes razões óleo/água e diferentes concentrações de carbonato de cálcio. A distribuição de concentração de sólidos em função do tempo e da posição nas suspensões foi obtida pela técnica da atenuação de raios gama. Apesar dos fluidos possuírem características pseudoplásticas e tixotrópicas, os autores observaram que o fenômeno da sedimentação apresentou comportamento semelhante a sedimentação em fluidos newtonianos, assim como registrado por Fagundes et al. (2018).

Fagundes (2019) estudou o efeito da concentração do agente viscosificante carboximetil celulose (CMC) em fluidos de perfuração aquosos e o efeito da concentração do agente adensante hematita em fluidos de perfuração olefinicos. Os fluidos utilizados possuíam características pseudoplásticas e tixotrópicas. A autora realizou ensaios de sedimentação monitorados pela técnica da atenuação de raios gama.

Fagundes (2019) observou que a concentração do agente viscosificante influenciou na sedimentação de partículas: os sólidos sedimentaram mais rapidamente nos fluidos menos viscosificados. Percebeu também que suspensões com maiores concentrações de CMC apresentaram efeitos de aglomeração de partículas. Além disso, ela observou que a concentração de adensante influenciou na distribuição de concentração volumétrica dos sólidos em função do tempo. O fluido com maior concentração de hematita apresentou maior estabilidade na manutenção de partículas em suspensão. A autora também propôs equações constitutivas para determinação da tensão nos sólidos e permeabilidade do meio, que apresentaram bons ajustes aos dados experimentais.

## **2.5 Técnica da atenuação de raios gama**

A técnica da atenuação de raios gama (TARG) é uma abordagem não destrutiva baseada na relação entre a energia de um feixe de raio gama ( $\gamma$ ) emitido por um radioisótopo e a energia do feixe recebido no sistema de detecção. A diferença de energia desses feixes se deve a passagem deles por um meio atenuante.

Para a utilização desta técnica é necessário um radioisótopo e um sistema de detecção dos raios gama. As fontes de raios gama mais utilizadas são Amerício-241 e Césio-137. O pico

mais energético de raios gama desses radioisótopos apresentam 60 e 660 keV, respectivamente. Além da energia emitida em cada feixe de radiação, avalia-se também a atividade da fonte, ou seja, a quantidade de feixes de radiação emitidos (DAMASCENO, 1992; GARDNER; ELY-JR, 1967).

O sistema de detecção de radiação é composto por um cristal cintilador que recebe os raios gama e os transforma em fótons de luz devido à movimentação dos elétrons nas camadas de valência. Acoplado ao cristal, tem-se um equipamento eletrônico de forma a transformar os fótons de luz em pulsos elétricos (GARDNER; ELY-JR, 1967).

Gardner e Ely-Jr (1967) dizem que a atenuação dos feixes de radiação está relacionada com o coeficiente de atenuação mássico, a densidade e a espessura do meio físico. A equação de Lambert (Equação 2.11) mostra essa relação.

$$I(E) = I_0 \exp(-\sigma(E)\rho y) \quad (2.11)$$

onde  $I_0$  e  $I$  são, respectivamente, as intensidades do feixe de radiação antes e após a atenuação,  $\sigma(E)$  é o coeficiente de atenuação mássico do meio,  $\rho$  é a densidade e  $y$  representa a espessura do meio.

Para o caso particular em que o meio atenuante é uma suspensão sólido-líquido e o estado de referência é uma solução sem sólidos suspensos, a equação de Lambert toma a seguinte forma (GARDNER; ELY-JR, 1967):

$$\ln\left(\frac{I_0}{I}\right) = \beta \varepsilon_s \quad (2.12)$$

em que  $\beta$  é um parâmetro que deve ser determinado experimentalmente, e  $\varepsilon_s$  é a concentração volumétrica de sólidos no sistema.

Outro parâmetro importante, relacionado ao sistema de detecção, é o tempo de resolução do sistema, ou tempo morto ( $\tau'$ ). Este equivale ao período no qual o sistema de detecção não consegue distinguir se a radiação que chega até ele pertence a uma ou várias emissões da fonte (AROUCA, 2007).

Gardner e Ely-Jr (1967) propuseram uma metodologia para determinar o tempo de resolução do sistema utilizando duas fontes de radiação. Damasceno (1992) sugeriu um procedimento alternativo utilizando duas placas de acrílico de forma a simular as duas fontes

de radiação com diferentes energias. Este procedimento será apresentado no capítulo 3 (Materiais e Métodos). O cálculo do tempo morto é realizado pela Equação (2.13).

$$\tau' = \frac{I_{AB} - I_A - I_B + I_{BG}}{I_A^2 + I_B^2 - I_{BG}^2} \quad (2.13)$$

onde  $I_{AB}$  indica a radiação emitida pelas duas fontes combinadas,  $I_A$  é a intensidade da radiação emitida pela fonte A,  $I_B$  é a intensidade de radiação emitida pela fonte B e  $I_{BG}$  representa a radiação detectada pelo sistema com as duas fontes lacradas.

Segundo Gardner e Ely-Jr (1967), a intensidade de radiação que chega ao sistema detecção deve ser corrigida pelo tempo de resolução do sistema. A contagem de pulsos de radiação corrigida é obtida pela Equação (2.14).

$$R_i = \frac{I_i}{(1 - I_i \tau')} \quad (2.14)$$

na qual  $R_i$  e  $I_i$  correspondem, respectivamente, a intensidade de radiação detectada com e sem a correção pelo tempo morto do sistema.

Substituindo a contagem de pulsos corrigida pela Equação (2.14) na Equação (2.12), encontra-se a equação de Lambert modificada (2.15).

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

onde  $R$  e  $R_0$  são, respectivamente, a contagem corrigida de pulsos que chegam ao sistema de detecção com e sem sólidos.

Neste capítulo foram apresentadas os principais conceitos e publicações que guiaram o desenvolvimento desta dissertação.

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste capítulo, são descritas as metodologias adotadas para realização desta dissertação. Primeiramente são apresentadas as caracterizações das amostras de sólidos e fluidos utilizados, em seguida estão descritos os procedimentos experimentais para estudo de reologia e da sedimentação em batelada.

Este trabalho consiste em avaliar a influência do agente viscosificante goma xantana em comparação com a glicerina e avaliar o efeito da concentração do adensante hematita na reologia e na sedimentação gravitacional em batelada de partículas, além da determinação das equações constitutivas de pressão nos sólidos. O estudo do efeito do viscosificante foi realizado em fluidos de perfuração aquosos com 9% v/v de microesferas de vidro e preparados no Laboratório de Separação Sólido-Líquido (LabSep) da Universidade Federal de Uberlândia. Por outro lado, o efeito do adensante foi avaliado utilizando fluidos de perfuração complexos cedidos pela Petrobras.

#### **3.1 Preparo e caracterização dos fluidos**

##### **3.1.1 Fluidos de perfuração de base aquosa**

Durante os ensaios de sedimentação realizados neste estudo foram utilizadas soluções aquosas de glicerina a 92% v/v (GLI) e soluções aquosas de goma xantana a 0,2% m/m (GX).

A glicerina P.A. - ACS ( $C_3H_5(OH)_3$ ) foi fornecida pela empresa Dinâmica Química Contemporânea Ltda. Diluiu-se a glicerina em água na proporção 92% v/v a fim de diminuir a viscosidade da solução, permitindo a homogeneização das suspensões durante o estudo experimental.

As soluções de glicerina foram utilizadas para comparar o comportamento das suspensões sedimentando em fluidos newtonianos e fluidos pseudoplásticos (goma xantana 0,2% m/m).

A goma xantana G2130.08.AH (200 mesh) foi adquirida da empresa LABSYNTH Produtos para Laboratórios Ltda. A goma xantana é um biopolímero que, quando em solução, apresenta alto grau de pseudoplasticidade, formando soluções com alta viscosidade mesmo em baixas concentrações. Este composto tem sido utilizado na indústria petrolífera como agente viscosificante no desenvolvimento de fluidos de perfuração (MOREIRA, 2014).

O preparo das soluções de goma xantana se deu conforme procedimento realizado por Moreira (2014), a ordem e as quantidades dos aditivos da Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Preparo das soluções de GX 0,2% m/m.

Componente	Quantidade
Água destilada	499 mL
Formaldeído 36,5 - 38% m/m	1 mL
Goma xantana	1 g

O formaldeído foi adicionado à solução para atuar como biocida, impedindo a proliferação de microrganismos. Esse aditivo retarda a degradação da solução, mantendo suas características reológicas por um tempo maior.

A adição da goma xantana foi feita lentamente e sob agitação em 1500 rpm utilizando o agitador de hélice modelo RW20D2Mn da marca Ika Labortechnik, para garantir a dispersão da mesma e evitar a formação de flocos. Manteve-se o sistema em agitação durante 10 minutos para garantir a sua completa dissolução. Ao final do preparo da solução, o recipiente era vedado e deixado em repouso por 24 horas para hidratação do polímero e estabilização da viscosidade aparente da solução.

### 3.1.2 Fluidos de perfuração olefinicos

Os procedimentos para caracterização dos fluidos de perfuração olefinicos se diferenciou da utilizada para os fluidos aquosos formulados com goma xantana e com glicerina pelo fato deles terem sido produzidos nos laboratórios do Centro de Pesquisa da Petrobras.

Neste trabalho foram utilizados dois fluidos de perfuração sintéticos de base olefina. Na formulação destes fluidos foram utilizados certos aditivos como viscosificantes, emulsificantes redutores de filtrado, entre outros. Os fluidos se diferenciavam apenas pela quantidade de material adensante, hematita, nas suas composições. Os fluidos foram identificados como fluido O1, que possuía maior concentração de hematita, e fluido O2, com menor concentração de hematita.

#### 3.1.2.1 Hematita

O agente adensante tem a função de aumentar a densidade do fluido de perfuração afim de conferir estabilidade ao poço, exercendo pressão contra a formação rochosa. Os adensantes

mais comuns utilizados em fluidos de perfuração são a barita e a hematita (PETROBRAS, 2011).

A hematita é um material de alta massa específica, utilizada como aditivo adensante em fluidos de perfuração. Em comparação com a barita, a hematita possui maior massa específica, sendo necessário menores quantidades deste material para que o fluido de perfuração alcance um determinado peso. Quando em suspensão, a hematita também apresenta melhores propriedades reológicas e menores taxas de sedimentação, além de maiores taxas de penetração na formação rochosa, o que diminui perdas de fluido durante a circulação e diminui o custo de operação (GEO, 2017; RANJAN; DUTTA, 2017).

### 3.1.3 Densidade dos fluidos aquosos

A densidade de cada solução foi determinada a partir da picnometria, utilizando um picnômetro de 25 mL, água destilada (à temperatura de 20 °C,  $\rho_a=998,204 \text{ kg/m}^3$ ) e balança analítica marca Shimadzu modelo AY220.

Primeiramente pesou-se o picnômetro vazio e anotou-se a massa ( $m_p$ ). Em seguida, encheu-se o picnômetro com a água e o pesou ( $m_a$ ). Por fim, encheu-se o picnômetro com a suspensão novamente e o pesou, registrando a nova massa ( $m_f$ ). A densidade da suspensão foi determinada a partir da Equação (3.1), considerando que o volume do picnômetro foi completamente preenchido tanto com a suspensão quanto com água. A densidade de cada solução está apresentada na Tabela 3.2.

$$\rho_f = \frac{(m_f - m_p)}{(m_a - m_p)} \rho_a \quad (3.1)$$

Tabela 3.2 - Densidade e desvio padrão dos fluidos aquosos.

Solução	Densidade ( $g/cm^3$ )	Devio padrão ( $g/cm^3$ )
GX 0,2% m/m	0,999	$8,529 \times 10^{-5}$
GLI 92% v/v	1,243	$6,723 \times 10^{-5}$

### 3.1.4 Massa específica dos sólidos

A densidade das microesferas de vidro foi determinada a partir da técnica de picnometria a gás hélio, utilizando o aparelho Gas Pycnometer da Micromeritics, modelo AccuPyc 1330 do Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade



Federal de Uberlândia. Este aparelho opera realizando cinco medidas distintas da densidade de uma mesma amostra de sólido, retornando a média e o desvio padrão entre elas, dados dispostos na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Massa específica e desvio padrão dos sólidos.

Material	Massa específica ( $g/cm^3$ )	Desvio padrão ( $g/cm^3$ )
Microesferas de vidro	2,470	0,001

### 3.1.5 Granulometria dos sólidos

A distribuição granulométrica dos sólidos utilizados foi obtida com o uso do granulômetro Malvern Mastersizer Microplus MAF 5001. Os diâmetros volumétricos das partículas correspondentes a 10% ( $D_{0,1}$ ), 50% ( $D_{0,5}$ ), 90% ( $D_{0,9}$ ), assim como o diâmetro médio de Sauter ( $D_{3,2}$ ) da distribuição cumulativa estão dispostos na Tabela 3.4. Em posse da distribuição granulométrica da amostra, fez-se o ajuste dos dados pelo modelo de Rosin-Rammler-Bennet (RRB).

$$X = 1 - \exp\left(-\left(\frac{D}{D'}\right)^n\right) \quad (3.2)$$

em que  $X$  representa a fração volumétrica de partículas com diâmetro menor ou igual ao diâmetro  $D$ .  $D'$  e  $n$  são parâmetros do modelo. Segundo Peçanha (2014), o parâmetro  $D'$  tem dimensão de comprimento e corresponde a um diâmetro de partícula tal que 63,2% da massa da amostra referem-se a partículas menores que  $D'$ . Já parâmetro  $n$  é adimensional e não tem nenhum significado físico.

Tabela 3.4 - Diâmetro volumétrico das microesferas de vidro.

$D_{0,1} (\mu m)$	$D_{0,5} (\mu m)$	$D_{0,9} (\mu m)$	$D_{3,2} (\mu m)$
78,77	149,64	394,01	135,31

A Figura 3.1 mostra a distribuição granulométrica cumulativa das partículas de microesferas de vidro juntamente com o ajuste pelo modelo RRB.

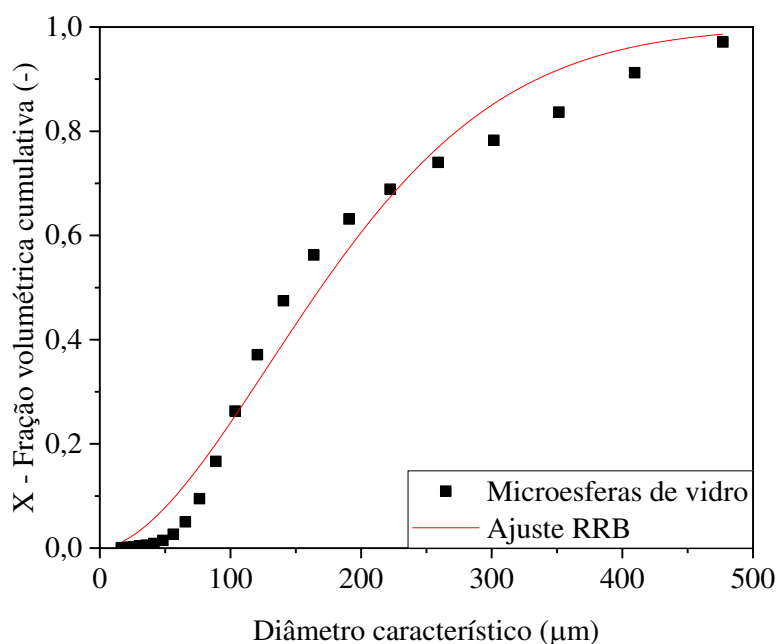


Figura 3.1 - Distribuição de tamanho de partículas e ajuste RRB para as microesferas de vidro.

Os parâmetros ajustados do modelo RRB são mostrados pela Tabela 3.5.

Tabela 3.5 - Parâmetros do modelo RRB.

Parâmetro	Valor
$D' (\mu m)$	208,352
$n$	1,758
$r^2$	0,979

O parâmetro  $r^2$  representa o coeficiente de determinação, o qual indica a precisão do modelo utilizado para descrever os dados experimentais coletados sendo que, quanto mais próximo da unidade ( $r^2 = 1$ ), melhor foi o ajuste dos dados. Desta forma, o ajuste dos dados de tamanho de partícula pelo modelo RRB foi adequado, evidenciado pelo coeficiente de determinação ( $r^2$ ) próximo de 1.

### 3.1.6 Densidade das suspensões dos fluidos de perfuração de base aquosa

Para os ensaios de sedimentação conduzidos durante este estudo foram preparadas suspensões contendo a concentração volumétrica inicial de sólidos de  $\varepsilon_s = 9\%$ . A concentração volumétrica de sólidos foi selecionada de acordo com o trabalho de Moreira et al. (2017), no

qual os autores avaliaram a sedimentação em batelada em suspensões aquosas de glicerina e suspensões aquosas de goma xantana contendo 9% de teor de sólidos.

A determinação da densidade das suspensões obtidas seguiu o procedimento descrito no item 3.1.3 e os resultados estão dispostos na Tabela 3.6.

Tabela 3.6 - Densidade e desvio padrão das suspensões aquosas.

Suspensão	Densidade ( $g/cm^3$ )	Desvio padrão ( $g/cm^3$ )
GX 0,2% m/m	1,149	0,004
GLI 92% v/v	1,341	0,003

### 3.1.7 Caracterização dos fluidos de perfuração adensados com hematita

Para caracterizar os fluidos de perfuração adensados com hematita determinou-se a densidade dos fluidos, a densidade dos sólidos e teor inicial de sólidos para cada suspensão.

A densidade dos fluidos foi determinada por picnometria em picnômetro de vidro, seguindo procedimento descrito no item 3.1.3.

Para se obter a densidade dos sólidos e o teor inicial de sólidos foi necessário realizar o teste de retorta.

Para realização desse procedimento utilizou-se o Kit Retorta marca FANN e modelo 210463 de capacidade de 50 mL, balança marca Gehaka modelo BK3000II, e as amostras foram analisadas em triplicata.

Segundo Santos (2017), o ensaio de retorta fundamenta-se na destilação de uma amostra fluida: a suspensão foi colocada em uma célula de teste e esta foi levada ao aquecimento a aproximadamente 400 °C por 60 minutos para que seus componentes voláteis fossem evaporados e após passar por um condensador foram recolhidos em uma proveta. Os sólidos remanescentes na célula de teste foram então coletados.

A densidade dos sólidos foi realizada por picnometria a gás hélio, de maneira análoga a seção 3.1.4. O teor inicial de sólidos foi determinado a partir da Equação (3.3):

$$\varepsilon_s = \frac{m_s/\rho_s}{m_f/\rho_f} \quad (3.3)$$

em que  $\varepsilon_s$  representa a concentração volumétrica de sólidos,  $m_s$  é a massa de sólidos,  $\rho_s$  é a densidade dos sólidos,  $m_f$  é a massa do fluido e  $\rho_f$  é a densidade do fluido.

Os valores de densidade do fluido, densidade dos sólidos e concentração volumétrica de sólidos são mostrados pela Tabela 3.7.

Tabela 3.7 - Parâmetros dos fluidos de perfuração adensados com hematita.

Parâmetro	Fluido O1	Fluido O2
Densidade do fluido ( $g/cm^3$ )	3,555	2,792
Densidade dos sólidos ( $g/cm^3$ )	1,479	1,238
Teor inicial de sólidos (%)	9,28	7,27

### 3.2 Reologia

Os ensaios reológicos pretenderam analisar a diferença nas características dos fluidos newtonianos e não-newtonianos utilizados neste trabalho. Desta forma, as técnicas empregadas para caracterização dos fluidos visavam determinar:

- Curvas de escoamento e diagramas de viscosidade *versus* taxa de deformação;
- Dependência da viscosidade aparente com o tempo, curva de histerese;
- Picos de tensão.

Os testes foram realizados utilizando o viscosímetro Brookfield, modelo DV2TLV, com acoplamento para amostras pequenas e geometria cone rotativo e placa fixa, e um banho termostático para controle de temperatura, 25 °C. Os *spindles* utilizados durante os experimentos foram o SC4-18, para os fluidos olefínicos, e o SC4-34, para os fluidos de base aquosos.



Figura 3.2 - Viscosímetro e banho termostático.

A aquisição de dados foi realizada pelo *software* Rheocalc T, e os testes foram feitos em triplicata, sendo que cada teste foi feito com uma amostra nova.

### 3.2.1 Curvas de escoamento

A obtenção de curvas de escoamento para fluidos não-newtonianos, em especial fluidos com características reológicas dependentes do tempo, seguiu alguns procedimentos diferenciados. Mendes (2013) afirmou que as curvas de escoamento e viscosidade para um fluido não-newtoniano devem ser obtidas somente quando a resposta reológica do fluido estiver em regime permanente. Segundo o autor, o tempo necessário para a tensão de cisalhamento atingir condições estacionárias varia com a grandeza da taxa de deformação, sendo aproximadamente  $t_e = 1/\dot{\gamma}$ .

A etapa inicial dos testes consistiu em um pré-cisalhamento em taxa de deformação constante de  $100 \text{ s}^{-1}$  por 2 minutos para quebrar as possíveis estruturas gelificadas presentes nas suspensões, seguido de um repouso de 5 minutos para reorganização molecular. Em seguida, aplicou-se a taxa de deformação no fluido durante 10 minutos, tempo suficiente para garantir o estado estacionário do sistema.

Para as soluções de GX 0,2% m/m, os reogramas e curvas de escoamento foram obtidos para taxas de deformação que variaram de 1 a  $100 \text{ s}^{-1}$ . Para as soluções de GLI 92% v/v, por questões de sensibilidade do equipamento, os testes foram realizados com taxas de deformação no intervalo de 1 a  $15 \text{ s}^{-1}$ .

Para o fluido O1, os reogramas e curvas de escoamento foram obtidos para taxas de deformação variando de 1 até  $25 \text{ s}^{-1}$ , enquanto para o fluido O2 o intervalo estudado foi de 1 a  $40 \text{ s}^{-1}$ . A diferença nas faixas de taxas de deformação estudadas se deu pela concentração de sólidos em cada fluido. Para o fluido O1, mais concentrado, a precisão da medida do equipamento foi menor para valores de taxa de deformação acima de  $25 \text{ s}^{-1}$ .

### 3.2.2 Histerese

Segundo Mewis e Wagner (2009), a histerese é uma técnica que consiste em aumentar a taxa de deformação de zero até um valor máximo e em seguida diminuir a taxa até novamente o valor inicial. Desta forma, caso a amostra possua características tixotrópicas, verifica-se um ciclo de histerese para a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação.

Para a realização dos testes para obtenção da curva de histerese, foi aplicado um pré-cisalhamento de  $100 \text{ s}^{-1}$  durante 1 minuto na amostra já na temperatura de  $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Após esse

período, realizou-se um repouso de 30 segundos e, em seguida, foi iniciado o cisalhamento crescente de um valor inicial até um máximo e logo em seguida a taxa de deformação foi reduzida novamente até o valor inicial. O cisalhamento foi realizado por um período de 1 minuto em cada taxa. A Tabela 3.8 mostra os intervalos da taxa de deformação aplicados em cada fluido durante os ensaios de histerese.

Tabela 3.8 - Taxas de deformação aplicadas nos testes de histerese.

Fluido	Taxa de deformação
GX 0,2% m/m	15 a 100 s <sup>-1</sup>
GLI 92% v/v	1 a 15 s <sup>-1</sup>
Fluido O1	1 a 25 s <sup>-1</sup>
Fluido O2	1 a 40 s <sup>-1</sup>

### 3.2.3 Picos de tensão

Nos testes de picos de tensão a amostra, previamente em repouso, é sujeita a uma taxa de deformação constante. Para fluidos tixotrópicos, a aplicação de uma taxa de deformação resultará em pico de tensão, seguida por uma queda gradual em direção ao estado estacionário. O pico de tensão após o início do cisalhamento pode ser estudado em função do tempo em que a amostra esteve em repouso. Assim, a análise do gráfico do pico de tensão em função da taxa de deformação para diferentes tempos de repouso da amostra permite avaliar a recuperação da viscosidade aparente do fluido com o tempo (MEWIS; WAGNER, 2009).

Desta forma, a avaliação do comportamento do fluido após diferentes tempos de repouso permite classificar o fluido quanto à dependência com o tempo. Para tanto, foi aplicado um pré-cisalhamento em 100 s<sup>-1</sup> durante 1 min, em seguida um repouso, e, por fim, um cisalhamento em taxa constante de 0,5 s<sup>-1</sup> por 1 min. Os tempos de repouso escolhidos foram 10 segundos, 10 minutos e 30 minutos. O pré-cisalhamento tinha como objetivo quebrar qualquer estrutura gelificada existente no fluido.

### 3.3 Sedimentação

Essa seção apresenta as metodologias realizadas nos ensaios de sedimentação.

Para os fluidos aquosos, os ensaios de monitoramento da concentração de sólidos ao longo do tempo foram realizados com o intuito de compreender melhor o efeito do agente viscosificante no processo de sedimentação em batelada das suspensões. Já para os fluidos

olefínicos, esperou-se analisar o efeito de diferentes concentrações do material adensante na estabilidade do fluido.

### 3.3.1 Unidade de aplicação de radioisótopos

Os monitoramentos da sedimentação e da pressão nos sólidos utilizaram a Técnica de Atenuação de Raios Gama (TARG). Esta é uma técnica não-destrutiva, se mostrando uma alternativa viável para a análise da sedimentação quando não se pode interferir na configuração e estabilidade do meio, pois consiste na medida indireta da concentração local de sólidos em uma suspensão.

A unidade de aplicação de radioisótopos, mostrada na Figura 3.3, é formada por uma fonte de raios gama ( $\gamma$ ) e um sistema de detecção acoplados a uma estrutura metálica. Essa estrutura metálica possui uma plataforma móvel que permitiu o ajuste quanto à posição vertical do sistema direcionamento/detecção de radiação.

A fonte de raios gama consiste em uma pastilha de amerício ( $\text{Am}^{241}$ ) enclausurado em um bloco de chumbo com dimensões 10 cm x 10 cm x 7 cm, com um orifício de 5 mm de diâmetro em sua face frontal. Este orifício funcionava como colimador dos raios gama, os direcionando através do tubo de teste para outro bloco de chumbo com um orifício de mesma dimensão, devidamente alinhando, contendo o sistema de detecção.

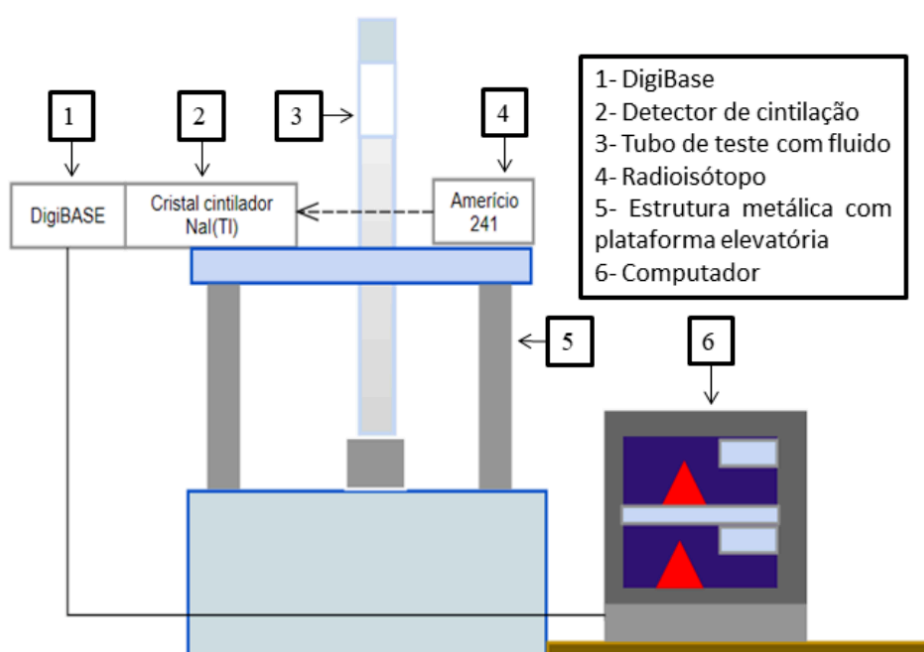


Figura 3.3 - Ilustração da unidade de aplicação de radioisótopos (FAGUNDES, 2019).

Segundo Arouca (2007), o amerício foi selecionado como fonte de radiação pelos seguintes fatores:

- A radiação gama produzida pelo radioisótopo é capaz de atravessar vários centímetros de material líquido ou sólido;
- O amerício-241 possui elevado tempo de meia vida, o que elimina a necessidade de correções na contagem de pulsos devido ao decaimento radioativo, garantindo emissão de raios gama constante durante os experimentos;
- A energia emitida pelo amerício-241 permite boa sensibilidade mesmo a pequenas variações de concentração, mesmo sendo considerada relativamente baixa, 60 keV.

O sistema de detecção era composto por:

Cristal cintilador de iodeto de sódio (NaI) ativado por Tálcio: ao receber a radiação gama, o cristal cintilador emite energia eletromagnética na faixa da luz visível, com energia proporcional aquela cedida pela radiação gama.

DigiBase: aparelho eletrônico que combina um pré-amplicador e detector de altas voltagens com um analisador digital de canais. Este aparelho recebe a energia luminosa proveniente do cristal cintilador e a transforma em um sinal elétrico.

Computador com *software* Maestro: determina a intensidade da radiação detectada pelo cristal cintilador a partir do cálculo da área do pico energético recebido através do DigiBase.

### **3.3.2 Monitoramento da distribuição de concentrações de sólidos em função do tempo e da posição**

No preparo das suspensões, inicialmente as amostras foram homogeneizadas com o agitador em hélice, modelo RW20D2Mn da marca Ika Labortechnik, por 1 hora. Para os fluidos de perfuração de base aquosa, primeiramente fez-se a adição das microesferas de vidro respeitando o teor inicial de sólidos previamente estabelecido de  $\varepsilon_s = 9\%$ . Em seguida procedeu-se com a homogeneização das amostras utilizando o misturador em hélice em 1500 rpm por 5 minutos.

Após a homogeneização, 500 mL de suspensão foram vertidos nos recipientes de teste. Em seguida, realizou-se agitação manual um agitador axial perfurado de geometria cilíndrica (Figura 3.4), desenvolvido por Ruiz (2000), durante 2 minutos para completa homogeneização da concentração de sólidos da suspensão. É importante ressaltar que no movimento ascendente



de homogeneização o agitador não ultrapassou o topo da coluna de suspensão, para evitar a entrada de ar no sistema. Por fim, os tubos foram posicionados na unidade de aplicação de radioisótopos e submetidos à radiação gama.



Figura 3.4 - Ilustração do agitador axial utilizado na homogeneização (MOREIRA, 2014).

O monitoramento dos fluidos de perfuração de base aquosa foi realizado em quatro diferentes posições, medidas a partir da base do tubo de teste.

Os testes foram realizados a partir da contagem de pulsos de radiação gama de 20 segundos, encerrando o experimento quando se observou a estabilização da contagem, o que indicou o fim da sedimentação. Para as suspensões de GLI 92% v/v, cada ensaio teve duração de 30 minutos, enquanto para as suspensões contendo goma xantana (GX 0,2% m/m), os ensaios tiveram duração de 3 horas. Os testes foram realizados em triplicata e para cada teste foi feita uma nova suspensão.

O monitoramento dos fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita foi realizado por um período de 90 dias fazendo 6 medidas em cada posição 5 vezes por semana. Esta diferença de procedimento se deve formulação complexa dos fluidos olefínicos, o que confere maior estabilidade ao fluido, desta forma demanda mais tempo para ocorrer a sedimentação. Para cada repetição, em cada posição e em cada tempo experimental foram obtidas 6 contagens de pulsos de 20 segundos cada.

### **3.3.3 Determinação do tempo de resolução do sistema**

A determinação do tempo de resolução do sistema seguiu procedimento proposto por Damasceno (1992). Este método utiliza de duas placas de acrílico de diferentes espessuras para simular a utilização de duas fontes diferentes de radiação. Durante este procedimento foram realizados os seguintes passos:

1. Mediu-se a contagem de pulsos que alcançam o sistema de detecção sem que houvesse nenhum obstáculo entre a fonte e o detector ( $i_0$ );
2. Mediu-se a contagem de pulsos obtida com as duas placas juntas como meio atenuante ( $i_{AB}$ );
3. Mediu-se a contagem de pulsos com apenas uma placa como meio atenuante ( $i_A$ );
4. Repetiu-se o passo anterior com o outro bloco de acrílico, registrando a nova contagem ( $i_B$ );
5. Mediu-se a contagem de pulsos que chega no sistema de detecção com o bloco de chumbo selado ( $I_{BG}$ );
6. Subtraiu-se dos valores de  $i_{AB}$ ,  $i_A$  e  $i_B$  o valor da contagem sem meio atenuante ( $i_0$ ), obtendo assim  $I_{AB}$ ,  $I_A$  e  $I_B$ , respectivamente.

Aplicando os valores na Equação 2.13, obteve-se o valor do tempo de resolução  $\tau'$ .

$$\tau' = \frac{I_{AB} - I_A - I_B + I_{BG}}{I_A^2 + I_B^2 - I_{BG}^2} \quad (2.13)$$

A Tabela 3.9 traz os valores das contagens de pulso utilizadas para determinar o tempo de resolução do equipamento.

Tabela 3.9 - Parâmetros para cálculo do tempo de resolução.

Parâmetro	Contagem de pulsos ( $s^{-1}$ )
$I_{AB}$	2990,83
$I_A$	1548,35
$I_B$	1923,99
$I_{BG}$	1,68

Substituindo os valores da Tabela 3.8 na Equação 2.13, o tempo de resolução do sistema foi determinado como  $\tau' = 3,68 \times 10^{-4} s$ .

### 3.3.4 Determinação da curva de calibração

Para determinar a concentração volumétrica de sólidos a partir da contagem da atenuação de raios gama foi necessário obter uma curva de calibração que descreva o sistema estudado. Segundo a Equação 2.15, a relação entre o logaritmo normal das contagens corrigidas e a concentração volumétrica de sólidos segue uma equação de primeiro grau, desta forma são

necessários dois pontos conhecidos para se fazer a regressão linear necessária e determinar o parâmetro  $\beta$ .

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

Assim, a determinação da curva de calibração do sistema seguiu o procedimento proposto por Fagundes (2015), utilizando dois resultados experimentais obtidos durante a sedimentação gravitacional em batelada:

1. Concentração volumétrica inicial de sólidos ( $\varepsilon_{si}$ ) e  $\ln\left(\frac{R_0}{R_i}\right)$ ;
2. Concentração volumétrica de sólidos no líquido clarificado ( $\varepsilon_s = 0$ ) e  $\ln\left(\frac{R_0}{R_0}\right) = 0$ .

A Tabela 3.10 traz os valores do parâmetro de calibração  $\beta$  para cada sistema estudado.

Tabela 3.10 - Parâmetro  $\beta$  das suspensões.

Suspensão	$\beta$ (-)
GX 0,2% m/m	3,59
GLI 92% v/v	2,81
Fluido O1	34,78
Fluido O2	26,93

### 3.4 Curvas de equi-concentração

Em posse dos dados de distribuição de concentrações, foi possível determinar as curvas de equi-concentração dos sistemas.

As curvas de equi-concentração foram obtidas seguindo metodologia proposta por Fagundes (2015), através da análise gráfica dos dados da distribuição da concentração com a posição e com o tempo. Buscou-se determinar quanto tempo levou para que cada posição de monitoramento atingisse determinadas concentrações. A Figura 3.6 exemplifica a metodologia seguida para obtenção das curvas de equi-concentração.

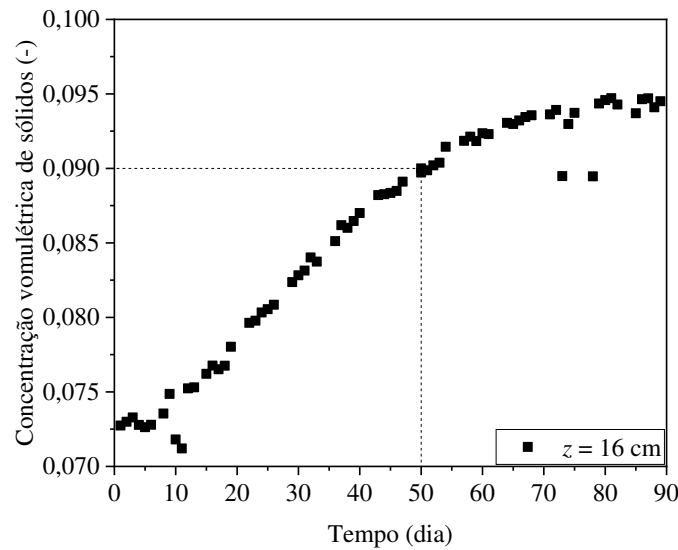


Figura 3.5 - Obtenção dos dados para construção das curvas de equi-concentração.

A partir da análise gráfica, notou-se que a posição de monitoramento  $z = 16$  cm da base do recipiente levou 50 dias para atingir a concentração volumétrica de sólidos de  $\varepsilon_s = 0,09$ .

### 3.5 Determinação de equações constitutivas para pressão nos sólidos

Segundo Fagundes (2019), a obtenção das equações constitutivas é necessária para determinar a equação do movimento para sistemas sólido-líquido, possibilitando a simulação do fenômeno de sedimentação gravitacional em batelada.

Damasceno (1992) desenvolveu uma metodologia para determinar equações constitutivas de pressão nos sólidos a partir das seguintes hipóteses:

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

Desta forma, com a adoção dessas considerações, a equação da continuidade para o sólido, a equação da continuidade para o fluido e a equação do movimento para o componente sólido podem ser escritas da seguinte maneira:

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

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

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)}(v_f - v_s) - (\rho_s - \rho_f)\varepsilon_s g \quad (3.6)$$

Substituindo as Equações (3.4) e (3.5) na Equação (3.6), tem-se:

$$\frac{dP_s}{dz} = \frac{\mu \varepsilon_f}{k(\varepsilon_f)}\left(\frac{q_f}{\varepsilon_f} - \frac{q_s}{\varepsilon_s}\right) - (\rho_s - \rho_f)\varepsilon_s g \quad (3.7)$$

Supondo a formação de um meio poroso estático e não havendo percolação de fluido pelo meio poroso, após o tempo de monitoramento, foi possível considerar as velocidades superficiais do sólido e do fluido são nulas ( $q_s = q_f = 0$ ). Assim, a Equação (3.7) pode ser reescrita de forma a obter uma equação para a pressão nos sólidos em função da concentração local de sedimentos.

$$P_s = (\rho_s - \rho_f)g \int_0^L \varepsilon_s(z) dz \quad (3.8)$$

em que  $z$  é a distância vertical medida a partir do topo do sedimento de comprimento  $L$ .

A distribuição de concentrações em função da posição foi obtida através dos procedimentos descritos na seção 3.3.2, e a integração foi feita a partir do método numérico dos trapézios.

A partir dos dados de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos obtidos pela Equação (3.8), fez-se um ajuste pelo modelo empírico proposto por Arouca (2007).

$$P_s = a \varepsilon_s^b \quad (3.9)$$

em que  $a$  e  $b$  são parâmetros estimados do modelo.

Neste capítulo foram descritos os materiais, equipamentos e metodologias experimentais utilizadas no desenvolvimento desta dissertação.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Este capítulo visa apresentar e discutir os principais resultados obtidos através dos ensaios experimentais deste trabalho. Primeiramente serão apresentados todos os resultados relacionados ao estudo da influência da adição de goma xantana e glicerina em fluidos de base aquosa e, em seguida, os resultados referentes à avaliação do adensante hematita.

### **4.1 Fluidos de perfuração aquosos**

Nesta seção estão descritos os resultados obtidos nos experimentos envolvendo os fluidos de perfuração de base aquosa, representados neste trabalho pelas soluções de GX 0,2% m/m e soluções de GLI 92% v/v.

#### **4.1.1 Estudo reológico**

A classificação reológica dos fluidos de perfuração de base aquosa foi realizada a partir da construção de reogramas e curvas de escoamento, a fim de se estudar a variação da viscosidade aparente com a taxa e deformação, e da dependência da viscosidade dos fluidos com o tempo, avaliada pelas curvas de histerese e pela técnica dos picos de tensão.

##### **4.1.1.1 Curvas de escoamento das soluções de GX e das soluções de GLI**

Os gráficos que relacionam a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação atuantes sobre um fluido são denominados curvas de escoamento ou reogramas. Para um fluido newtoniano, estes gráficos tomam a forma de retas partindo da origem com inclinação correspondente a viscosidade absoluta do fluido ( $\mu$ ). Para os fluidos não-newtonianos, o reograma deve apresentar comportamento não linear, ou tendência linear que não passa pela origem.

As soluções de glicerina mostraram tendência linear partindo da origem (Figura 4.1). Esta tendência indicou que a viscosidade das soluções de glicerina não variou com a taxa de deformação, comportamento típico de fluido newtoniano.

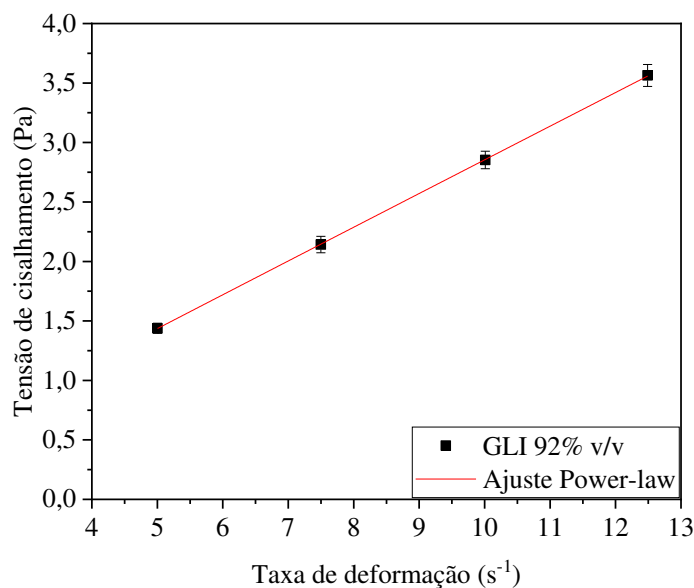


Figura 4.1 - Curva de escoamento para solução de GLI 92% v/v.

Para confirmar essa observação, construiu-se o diagrama de viscosidade em função da taxa de deformação (Figura 4.2) e foi possível observar que a viscosidade da glicerina não sofreu variações significativas com o aumento da taxa de deformação, sendo assim um fluido newtoniano.

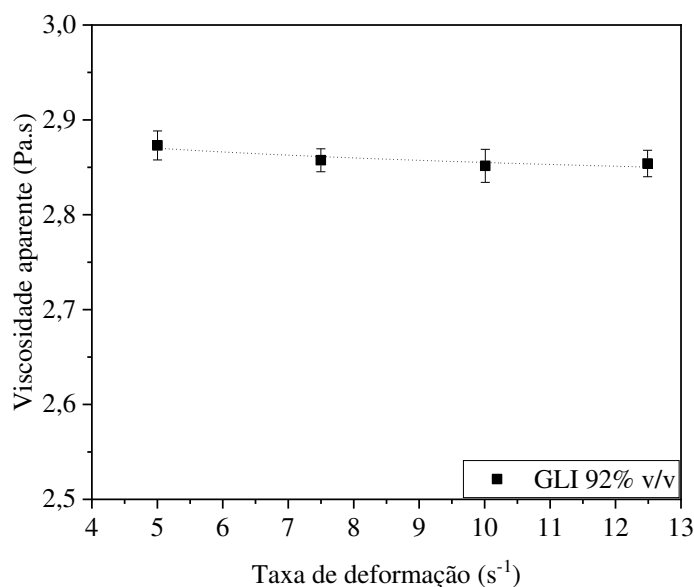


Figura 4.2 - Curva de viscosidade das soluções de GLI 92% v/v.

Em contrapartida, analisando a Figura 4.3, notou-se que a curva de escoamento para as soluções contendo o agente viscosificante goma xantana apresentou uma tendência não linear, diminuindo a inclinação da curva com o aumento da taxa de deformação. Este comportamento permitiu classificar o fluido como não-newtoniano.

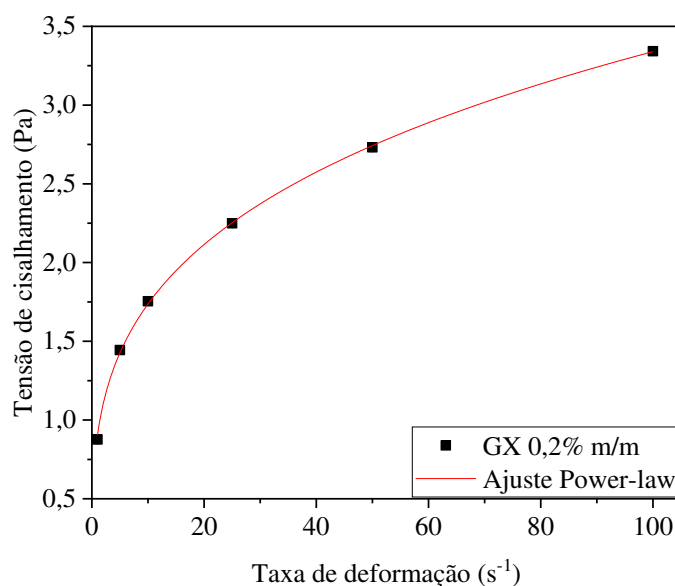


Figura 4.3 - Curva de escoamento para solução de GX 0,2% m/m.

A classificação reológica das soluções de goma xantana foi realizada a partir da análise do seu diagrama de viscosidade em função da taxa de deformação (Figura 4.4). Percebeu-se que com o aumento da taxa de deformação, a viscosidade das soluções diminui. Esse fenômeno ocorreu devido a adição do agente viscosificante goma xantana que, em meio aquoso, conferiu características pseudoplásticas a solução. Sendo assim, a solução de GX 0,2% m/m foi classificada como fluido pseudoplástico.

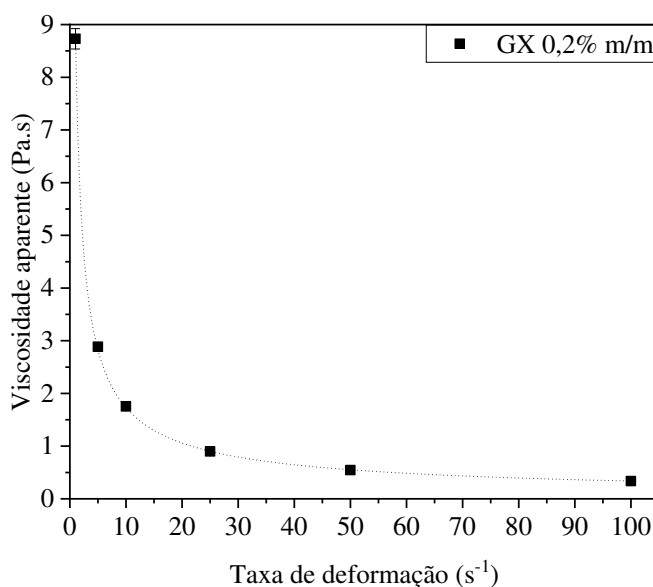


Figura 4.4 - Curva de viscosidade das soluções de GX 0,2% m/m.

A diferença nos comportamentos dos fluidos se deu pela presença da goma xantana. A adição da goma xantana alterou as propriedades estruturais do meio, conferindo características



pseudoplásticas à solução que contém o polímero. Como as soluções de glicerina estavam isentas do polímero, estas apresentaram características de fluidos newtonianos.

A fim de se estimar a viscosidade das soluções, as curvas de escoamento obtidas foram ajustadas pelo modelo bi-paramétrico de *Power-law* (Equação 2.4).

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

A Tabela 4.1 apresenta os parâmetros ajustados do modelo.

Tabela 4.1 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de *Power-law*.

Parâmetro	GX 0,2% m/m	GLI 92% v/v
$m$ (Pa.s <sup>n</sup> )	$0,903 \pm 0,011$	$0,290 \pm 0,002$
$n$	$0,284 \pm 0,003$	$0,994 \pm 0,004$
$r^2$	0,999	0,999

O índice de consistência do modelo de *Power-law* ( $m$ ) indica a viscosidade aparente do fluido para uma deformação unitária. Desta forma, percebeu-se que a GX 0,2% m/m apresentou maior resistência ao escoamento quando comparada a GLI 92% v/v.

O índice de comportamento (parâmetro  $n$ ) do modelo de *Power-law* indica o comportamento do fluido estudado como pseudoplástico (para  $n < 1$ ), dilatante (para  $n > 1$ ) ou newtoniano (para  $n = 1$ ). Assim, pôde-se afirmar que as soluções de GX se apresentaram como fluidos pseudoplásticos, com índice de comportamento menor que 1, e as soluções de GLI mostraram comportamento newtoniano, com índice de comportamento próximo da unidade. Esta análise corrobora o que foi observado anteriormente.

#### 4.1.1.2 Curvas de histerese

Para avaliar a presença de tixotropia nos fluidos estudados, foi aplicada a técnica da histerese. Mewis e Wagner (2009) afirmam que os fluidos tixotrópicos exibem diferença entre as curvas crescentes e decrescentes quando se conduz a técnica de histerese com variação na taxa de deformação.

Segundo Machado (2002), as partículas constituintes de fluidos tixotrópicos apresentam uma interação entre elas em função do tempo formando, quando em repouso, uma estrutura tridimensional, denominada gel, que eleva a viscosidade aparente e que deve ser rompida para que o escoamento ocorra. Desta forma, devido a necessidade de quebrar as estruturas géis

presentes no fluido inicialmente em repouso, a viscosidade na etapa inicial do escoamento apresentou valores superiores à etapa final, apesar de ambas etapas terem sido submetidas às mesmas taxas de deformação. Para ambas as soluções, os dados foram coletados com 12 segundos de deformação em cada taxa, antes dos sistemas atingirem estado estacionário.

A Figura 4.5 mostra o ciclo de histerese para a solução de GLI 92% v/v.

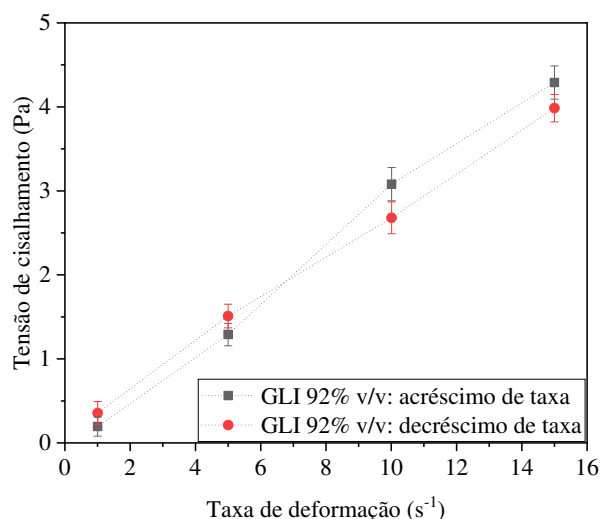


Figura 4.5 - Avaliação da dependência com o tempo para a soluções de GLI 92% v/v.

Para as soluções de GLI, observa-se que não houve a formação do ciclo de histerese, visto que a diferença entre as curvas durante o acréscimo e o decréscimo de taxa foi insignificante. Como a solução de glicerina consiste em um fluido newtoniano, sua viscosidade não deve apresentar variações com o tempo de experimento, desta forma, a ausência do ciclo de histerese confirma o que se esperava para esse tipo de fluido.

A Figura 4.6 apresenta o ciclo de histerese para a solução de GX 0,2% m/m.

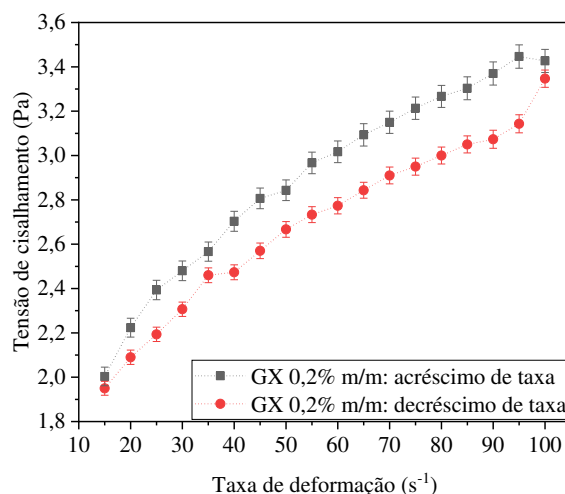


Figura 4.6 - Avaliação da dependência com o tempo para a soluções de GX 0,2% m/m.

Analisando a Figura 4.6 foi possível observar que a viscosidade aparente da solução de GX apresentou valores maiores durante o acréscimo de taxa em comparação com o decréscimo da taxa de deformação. Assim, houve a formação de uma área de histerese para as soluções de GX, indicando que este é um fluido tixotrópico.

Com o auxílio do *software* Origin 2018, foi possível determinar a área dos ciclos de histerese para cada um dos fluidos, mostrados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Área do ciclo de histerese dos fluidos de perfuração aquosos.

Fluido	Área (%)
GX 0,2% m/m	18,367
GLI 92% v/v	1,450

A Tabela 4.2 corroborou as observações feitas nas Figuras 4.5 e 4.6. Percebeu-se que a GX 0,2% m/m apresentou uma curva 18,367% maior na fase de acréscimo de taxa em comparação com o decréscimo de taxa. Enquanto a GLI 92% v/v apresentou área muito de histerese muito pequena, na mesma ordem do desvio padrão do experimento.

#### 4.1.1.3 Picos de tensão

Outra forma de se avaliar a tixotropia são os testes de picos de tensão, mantendo a taxa de deformação constante e variando o tempo de repouso do fluido. A Figura 4.7 apresenta os resultados do experimento de picos de tensão para a solução de GLI 92% v/v.

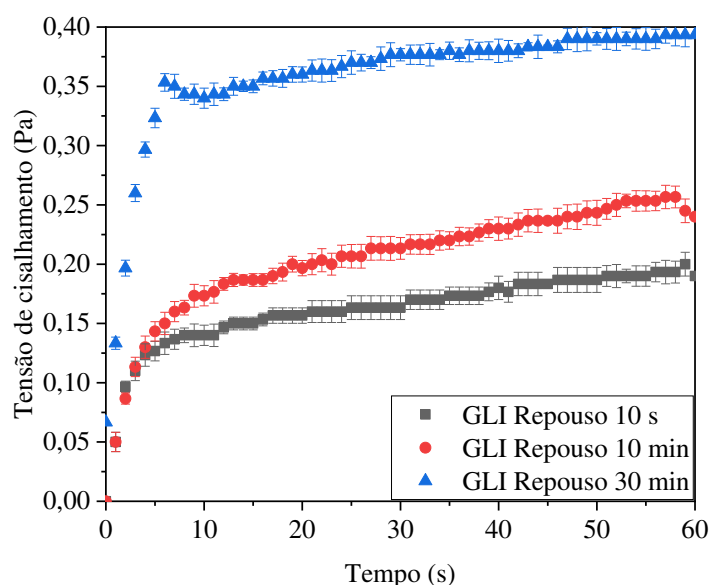


Figura 4.7 - Resposta reológica das soluções de GLI após diferentes tempos de repouso.

Para as soluções de GLI 92% v/v (Figura 4.7), como estas possuem comportamento de fluido newtoniano, não apresentaram formação de estruturas géis no seu interior. Desta forma, não foi observada a ocorrência de picos de tensão durante o escoamento destas soluções.

A Figura 4.8 mostra os picos de tensão para a solução de GX 0,2% m/m.

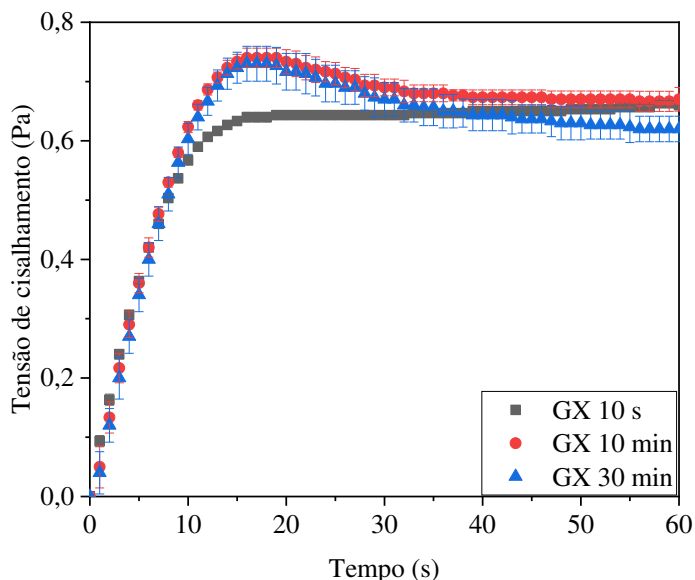


Figura 4.8 - Resposta reológica das soluções de GX após diferentes tempos de repouso.

Conforme mostrado na Figura 4.8, para as soluções de GX 0,2% m/m foi verificado um aumento da tensão de cisalhamento em função do tempo de repouso. Este aumento caracterizou-se por um pico de tensão no início do escoamento, seguido de seu decaimento gradual. Este comportamento indicou que estes fluidos possuíam características tixotrópicas.

Ao comparar as respostas nos diferentes tempos de repouso para as soluções de GX, foi visto que quanto maior o repouso, maior a resistência ao escoamento no início da deformação, o que indicou maior quantidade de estruturas gelificadas no interior do fluido. Após algum tempo, mantendo a taxa de deformação constante, a tensão cisalhante diminuiu até que as três curvas atingiram um valor similar. Isto se deve a quebra e restabelecimento das estruturas géis até, finalmente, o fluido atingir estado de equilíbrio.

#### 4.1.2 Monitoramento da sedimentação

Nesta seção, foi realizada a análise da sedimentação de suspensões em fluidos com características reológicas newtonianas e não-newtonianas através do monitoramento da concentração volumétrica de sólidos ao longo do tempo pela Técnica da Atenuação de Raios Gama (TARG).

Foram utilizadas soluções de glicerina 92% v/v como fluido newtoniano e soluções de goma xantana 0,2% m/m como fluido não-newtoniano pseudoplástico. Utilizou-se microesferas de vidro com teor inicial de 9% em volume como sólidos em suspensão.

A Figura 4.9 exibe a distribuição de concentração volumétrica de sólidos em função do tempo para as suspensões sedimentando em glicerina.

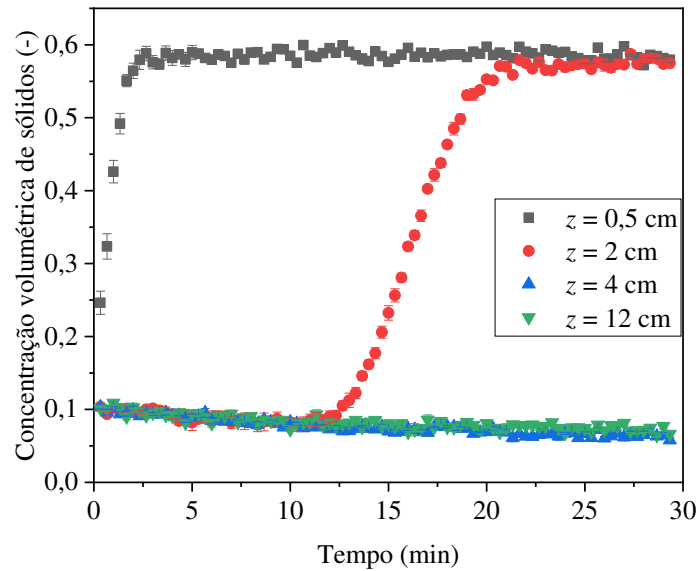


Figura 4.9 - Distribuição da concentração volumétrica de sólidos em GLI 92% v/v.

Ao observar a distribuição de concentrações das microesferas de vidro apresentadas na Figura 4.9, foi possível identificar as três regiões de sedimentação apresentadas por Kynch (1952).

Para as posições  $z = 4$  cm e  $z = 12$  cm, apenas a região de sedimentação livre foi observada, visto que a concentração volumétrica de sólidos em ambas as posições apresentou pouca variação no decorrer do experimento.

Para a posição  $z = 2$  cm, as três regiões de sedimentação foram observadas durante o experimento:

1. Nos 12 minutos iniciais do ensaio, a concentração volumétrica de sólidos manteve-se constante ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$ ), caracterizando a região de sedimentação livre.
2. Entre 12 e 21 minutos de experimento, houve um aumento da concentração volumétrica de sólidos ( $\varepsilon_{s0} < \varepsilon_s < \varepsilon_{sm}$ ), indicando a região intermediária de transição. Este comportamento demonstra a passagem da interface ascendente, ou seja, a chegada de um sedimento compactado na altura do monitoramento.

3. Após 21 minutos de experimento, a concentração volumétrica de sólidos atingiu o seu valor máximo ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{sm}$ ), entrando assim na região de formação do sedimento.

A posição de monitoramento  $z = 0,5$  cm apresentou duas diferentes regiões durante no decorrer da sedimentação:

1. Nos primeiros 3 minutos de experimento, a concentração volumétrica de sólidos nesta posição variou entre a concentração inicial e a concentração máxima ( $\varepsilon_{s0} < \varepsilon_s < \varepsilon_{sm}$ ), indicando a região intermediária da passagem da interface ascendente do sistema sólido-líquido.
2. Após 3 minutos, a concentração volumétrica de sólidos atingiu o seu valor máximo ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{sm}$ ), sendo observada a região de formação do sedimento.

A Figura 4.10 apresenta a distribuição de concentração volumétrica dos sólidos em função do tempo para as suspensões não-newtonianas de goma xantana. Devido as suas propriedades pseudoplásticas, a sedimentação ocorrida nas soluções de GX 0,2% m/m apresentou algumas peculiaridades que a diferenciam do comportamento de fluido newtoniano.

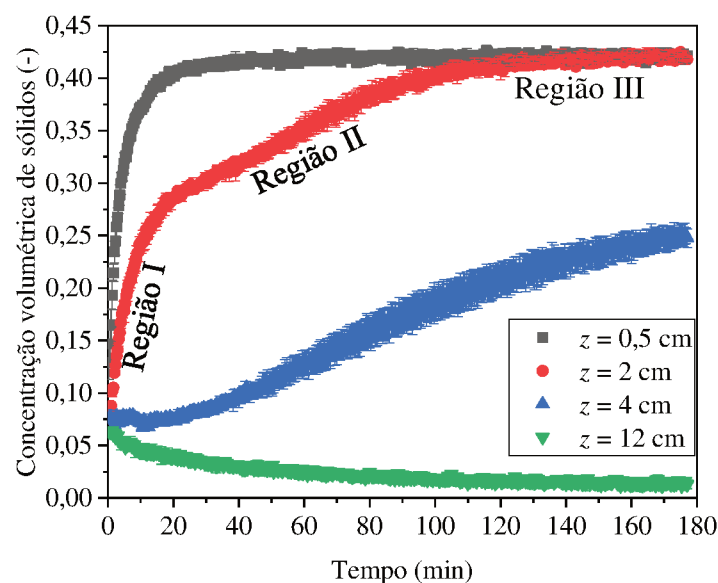


Figura 4.10 - Distribuição da concentração volumétrica de sólidos em GX 0,2% m/m.

Similar ao ocorrido no fluido newtoniano, para a posição  $z = 0,5$  cm observou-se um aumento da concentração volumétrica nos instantes iniciais, caracterizando a passagem da interface sólido-líquido. Passados 10 minutos de sedimentação, esta posição atingiu a concentração volumétrica de sólidos máxima, indicando a região de formação do sedimento.

Para posição  $z = 2$  cm da base do tubo de teste, diferente do que foi observado para o fluido newtoniano, houve um aumento abrupto da concentração volumétrica de sólidos no início do processo, seguido de uma diminuição na taxa de sedimentação. Como indicado na Figura 4.10, o estudo da sedimentação nesta região foi dividido em três regiões.

Na região I, verificou-se um aumento imediato na concentração de sólidos ao longo do tempo. Isso ocorreu devido ao fenômeno da aglomeração de partículas com formação de canais de viscosidade reduzida. As partículas maiores, ao sedimentarem, deformam o fluido reduzindo a sua viscosidade aparente. Devido ao efeito de memória do fluido, as regiões de baixa viscosidade foram mantidas por um período, formando canais de menor resistência a sedimentação. Assim, partículas adjacentes tendem a sedimentar por tais canais, aumentando a sua velocidade de sedimentação e se aproximando das partículas que sedimentaram primeiro, formando aglomerados que sedimentaram com velocidade superior à das partículas isoladas.

A aglomeração de partículas com a formação de regiões de baixa resistência durante a sedimentação de suspensões em fluidos pseudoplástico foi registrada por diversos autores (ALLEN; UHLHERR, 1989; DAUGAN et al., 2004; MOREIRA, 2014; MOREIRA et al., 2017).

Para a região II, como a concentração de sólidos no local havia diminuído, o efeito da aglomeração de partículas também reduziu. Assim, a taxa de sedimentação diminuiu com o passar do tempo, pois as partículas em suspensão passaram a sedimentar como partículas isoladas. Moreira (2014) atribuiu a diminuição na velocidade de sedimentação para a região II à gelificação das soluções de GX. A diminuição nas taxas de sedimentação de partículas reduziu também o fluxo ascendente do líquido, o que favoreceu a gelificação do fluido, causando o aumento na viscosidade aparente deste com o tempo.

Já na região III, observou-se a chegada do sedimento na sua concentração máxima, atingindo a região de formação do sedimento proposta por Kynch (1952). Para a posição  $z = 4$  cm, nos primeiros 20 minutos foi observado comportamento semelhante a região de sedimentação livre, já que a concentração volumétrica de sólidos se manteve constante. Após este período, a sedimentação nesta posição se aproximou ao descrito anteriormente na região II, com a concentração de sólidos local aumentando lentamente, devido à baixa taxa de sedimentação de partículas proporcionada pelos efeitos pseudoplásticos e tixotrópicos da solução de goma xantana.

A concentração de sólidos na posição  $z = 12$  cm de altura em relação a base do tubo reduziu com o passar do tempo, com seu valor tendendo a zero ( $\varepsilon_s = 0$ ). Desta forma, pôde-se dizer que houve a formação do líquido clarificado para esta posição de monitoramento.

A fim de analisar as diferenças entre a sedimentação em fluido newtoniano e não-newtoniano, fez-se a comparação das Figuras 4.9 e 4.10. Notou-se que, apesar de possuírem mesma concentração inicial de sólidos, o tempo de sedimentação em fluido não-newtoniano foi consideravelmente superior em comparação com o fluido newtoniano. Isto ocorreu devido às propriedades pseudoplásticas e tixotrópicas da solução de GX, que oferecem maior resistência ao processo de sedimentação.

Outro fator que influenciou o tempo de sedimentação das suspensões foi a consistência dos fluidos estudados. Conforme mostrado na Tabela 4.1, a solução de GX 0,2% m/m apresentou índice de consistência superior ao da solução de GLI 92% v/v, o que indicou maior viscosidade, e conseqüente resistência ao escoamento, para a solução de GX.

Observou-se também diferenças significativas nas curvas de sedimentação para as posições intermediárias de monitoramento ( $z = 2$  cm e  $z = 4$  cm), estudadas na Figura 4.11.

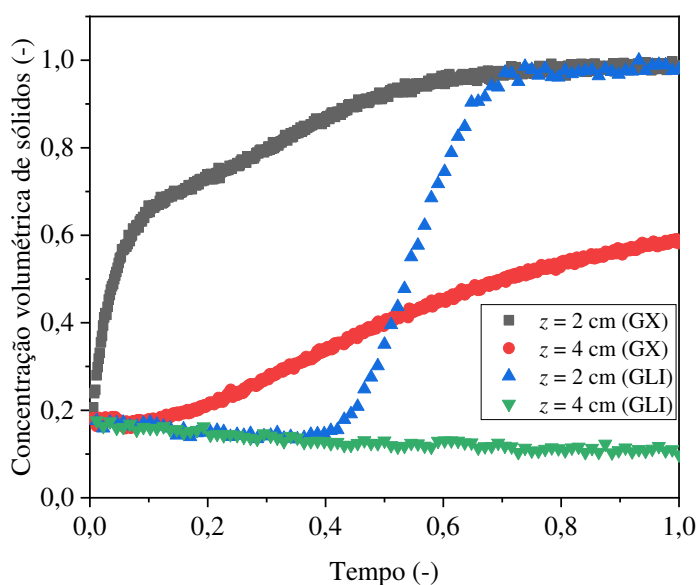


Figura 4.11 - Comparação da distribuição de concentrações entre fluido newtoniano e não-newtoniano.

Para a posição  $z = 2$  cm, percebe-se que a concentração de partículas aumentou mais rapidamente para a solução não-newtoniana de GX. Isto se deve ao fenômeno da aglomeração



de partículas explicado anteriormente. No entanto, a solução newtoniana de GLI atingiu sua concentração volumétrica máxima em menos tempo, devido aos efeitos tixotrópicos e pseudoplásticos da solução de goma xantana que retardam a sedimentação após a passagem do efeito de aglomeração.

Na posição de monitoramento  $z = 4$  cm, enquanto para a solução de GLI a concentração volumétrica de sólidos apresentou variação pequena com o tempo, se mantendo na região de sedimentação livre, a concentração volumétrica de sólidos para o fluido GX aumentou, passando por uma região de transição.

A partir da análise da Figura 4.11, foi possível afirmar que a adição do agente viscosificante goma xantana provocou efeitos significativos no processo de sedimentação gravitacional das suspensões. Foi visto que, além dos efeitos da aglomeração de partículas que causaram desvios importantes nos diagramas de concentração volumétrica dos sólidos para as soluções de GX quando comparadas com as soluções de GLI, o tempo de duração dos ensaios foi muito superior, devido as características pseudoplásticas e tixotrópicas conferidas ao fluido pelo agente viscosificante.

#### **4.1.3 Equações constitutivas de pressão nos sólidos**

A determinação da pressão nos sólidos permitiu que fosse avaliada a compactação das partículas presentes no fluido. Este procedimento foi realizado na condição de meio poroso estático, após três dias de sedimentação, tempo suficiente para garantir que todo o processo de sedimentação fosse finalizado.

Primeiramente fez-se a determinação da distribuição de concentração em função da posição na região de formação do sedimento. A Figura 4.12 apresenta a concentração volumétrica de sólidos em função da posição de monitoramento para as suspensões de GX 0,2% m/m e de GLI 92% v/v.

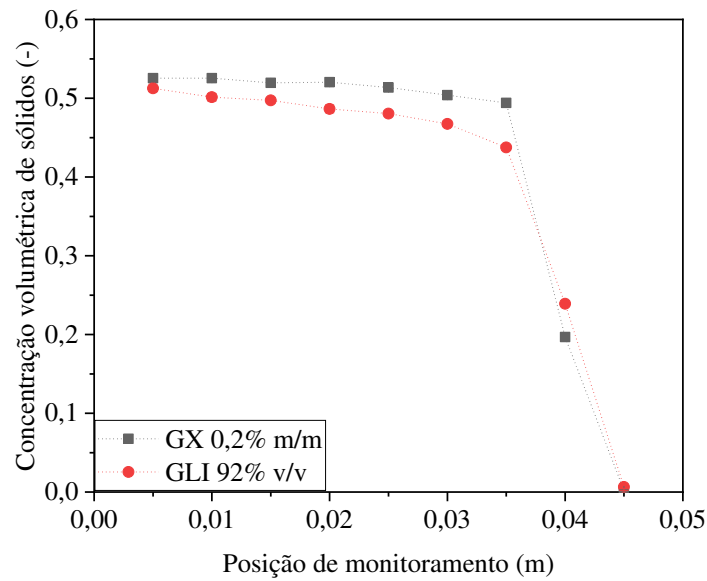


Figura 4.12 - Concentração volumétrica de sólidos em função da posição.

Ao analisar a Figura 4.12, foi possível observar que as suspensões de GX apresentaram maior compactação dos sólidos quando comparada às suspensões de GLI, visto que a concentração volumétrica de sólidos em uma mesma altura na coluna de sedimentos foi maior para a GX. Este comportamento está de acordo com o observado por Moreira (2014). O autor diz que em condições de meio poroso estático, a força de empuxo atuante sobre o sedimento está diretamente relacionada a densidade do fluido. Como a solução de glicerina possui densidade superior à da goma xantana, as partículas presentes em seu meio estão submetidas a uma força de empuxo maior, formando assim um meio poroso menos compactado.

Em posse dos dados da distribuição de concentração volumétrica do sedimento em função da posição, aplicou-se a Equação (3.8) para determinar a pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos, ilustrada pela Figura 4.13.

$$P_s = (\rho_s - \rho_f)g \int_0^L \varepsilon_s(z)dz \quad (3.8)$$

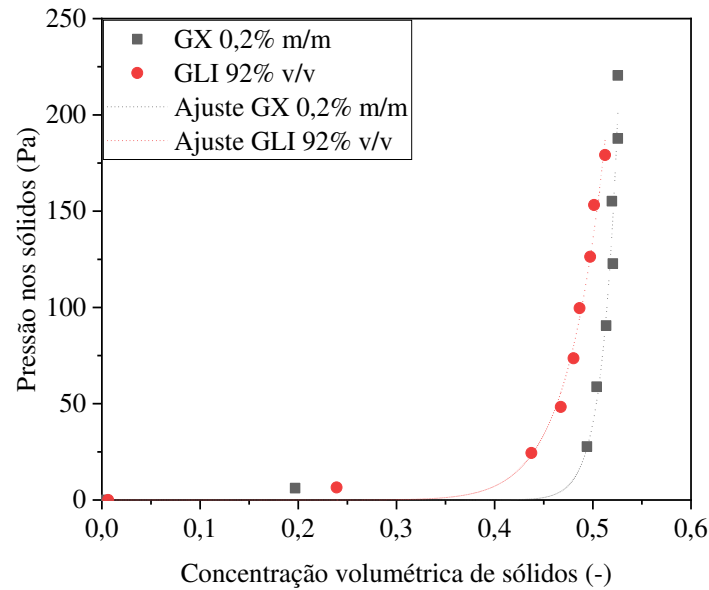


Figura 4.13 - Pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos.

Arouca (2007) afirma que inclinação da curva  $P_s$  versus  $\varepsilon_s$  indica a compressibilidade do sedimento formado. Sistemas incompressíveis apresentam elevada inclinação da curva, a medida que o sistema se torna mais compressível, a inclinação da curva diminui. Desta forma, observando a Figura 4.13, pode-se afirmar que os sedimentos formados em ambos os fluidos possuíam comportamento incompressível, indicado pela alta inclinação das suas curvas de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos.

Ainda analisando a Figura 4.13, notou-se que as suspensões de GX apresentam pressões mais elevadas quando comparadas com as suspensões de GLI. Este comportamento pode ser explicado pela maior compactação do meio poroso formado pelos sedimentos na GX. Santos et al. (2018) observaram que para meios porosos estáticos, a pressão nos sólidos está relacionada com a força de contato sólido-sólido. Sendo assim, um meio poroso mais compactado terá maior contato entre os sólidos, exercendo assim maior pressão.

A determinação da equação constitutiva de pressão nos sólidos foi feita a partir o ajuste das curvas presentes na Figura 4.13 a partir do modelo de Arouca (2007), Equação (3.9). A Tabela 4.3 mostra os parâmetros ajustáveis do modelo.

$$P_s = a\varepsilon_s^b \quad (3.9)$$

Tabela 4.3 - Parâmetros de ajuste e coeficiente de determinação de pressão nos sólidos.

	GX 0,2% m/m	GLI 92% v/v
$a$ (Pa)	$2,598 \times 10^{11}$	$1,210 \times 10^6$
$b$	32,604	13,127
$r^2$	0,971	0,988

## 4.2 Fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita

Nesta seção estão descritos os resultados obtidos nos ensaios experimentais envolvendo os fluidos de perfuração de base olefínica adensados com hematita. Neste trabalho foram tratados dois fluidos formulados com diferentes quantidades de agente adensante denominados fluido O1 e fluido O2.

### 4.2.1 Estudos reológicos

Conforme abordado na seção 4.1.1, a classificação de um fluido quanto à reologia depende do comportamento da viscosidade do mesmo em função da taxa de deformação e a sua dependência quanto ao tempo.

#### 4.2.1.1 Curvas de escoamento dos fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita

Para os fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita, primeiramente obteve-se as curvas de escoamento para cada fluido, presentes nas Figuras 4.14 e 4.15.

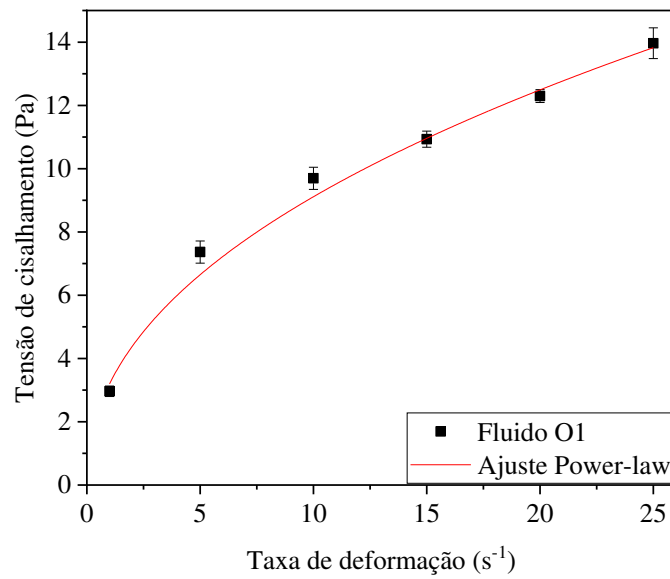


Figura 4.14 - Curva de escoamento do Fluido O1.

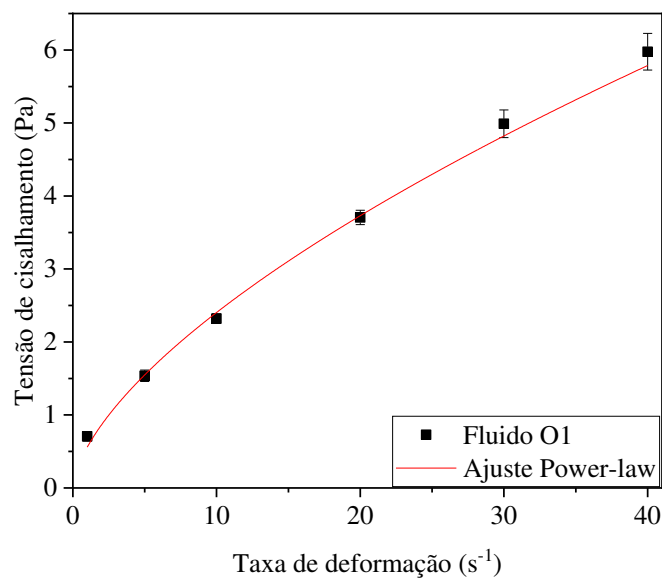


Figura 4.15 - Curva de escoamento do Fluido O2.

Ao analisar as Figuras 4.14 e 4.15, notou-se que para ambos os fluidos a inclinação da curva de tensão de cisalhamento diminui com o aumento da taxa de deformação. Este comportamento indicou a diminuição da viscosidade aparente dos fluidos com o aumento da taxa de deformação, característica pertencente a fluidos pseudoplásticos.

Com a finalidade de se estimar a viscosidade dos fluidos de perfuração, as curvas de escoamento obtidas foram ajustadas pelo modelo bi-paramétrico de *Power-law* (Equação 2.4). A Tabela 4.4 mostra os parâmetros do modelo.

Tabela 4.4 - Parâmetros e coeficiente de determinação do ajuste de *Power-law* para os fluidos olefínicos.

Parâmetro	Fluido O1	Fluido O2
$m$ (Pa.s <sup>n</sup> )	$3,478 \pm 0,273$	$0,530 \pm 0,041$
$n$	$0,424 \pm 0,028$	$0,656 \pm 0,023$
$r^2$	0,991	0,997

Analisando os parâmetros estimados pelo modelo de *Power-law*, pôde-se afirmar que tanto o fluido O1 quanto o fluido O2 são classificados como fluidos pseudoplásticos, visto que seus índices de comportamento foram menores que a unidade ( $n < 1$ ).

Sabendo que o índice de consistência ( $m$ ) representa a viscosidade aparente do fluido para uma taxa de deformação unitária, pôde-se afirmar que o fluido O1, que possui maior concentração de hematita, apresenta maior resistência ao escoamento.

As Figuras 4.16 e 4.17 apresentam as distribuições de viscosidade aparente em função da taxa de deformação para os fluidos O1 e O2, respectivamente.

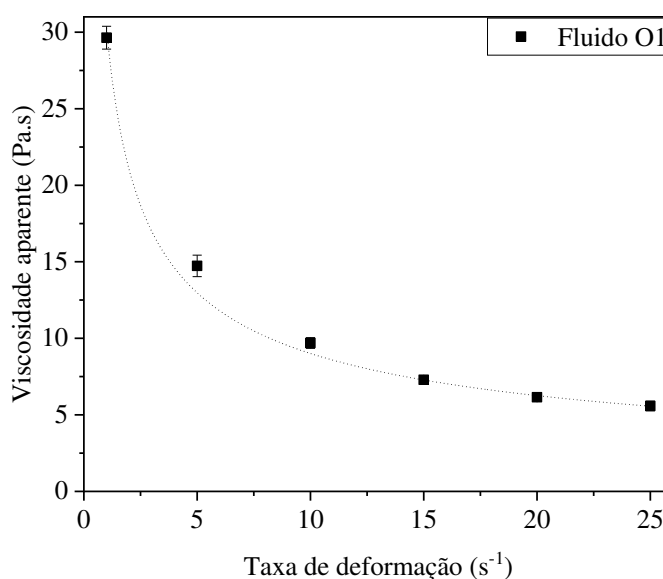


Figura 4.16 - Distribuição de viscosidade em função da taxa de deformação para o fluido O1.

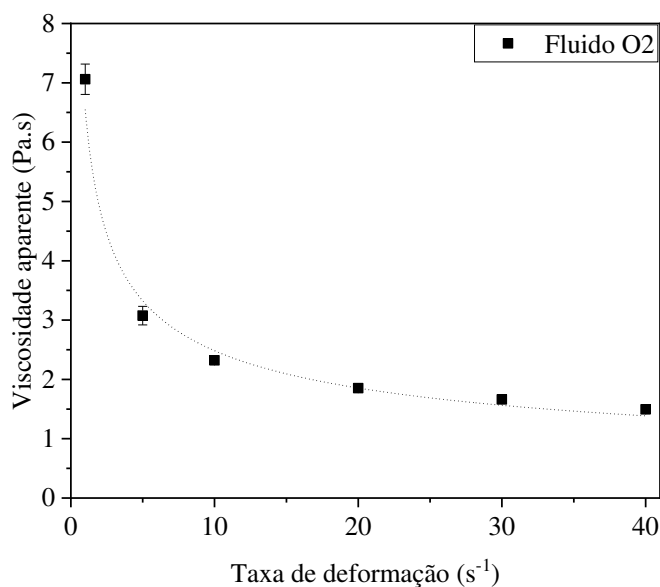


Figura 4.17 - Distribuição de viscosidade em função da taxa de deformação para o fluido O2.

Por se tratar de fluidos pseudoplásticos, os gráficos de ambos os fluidos mostraram viscosidade aparente diminuindo com o aumento da taxa de deformação, conforme era esperado.

#### 4.2.1.2 Tixotropia dos fluidos olefínicos adensados com hematita

Em seguida, para avaliar a tixotropia, foram construídas curvas de histerese para os fluidos O1 e O2, mostradas nas Figuras 4.18 e 4.19. Para ambos os fluidos, a tensão de cisalhamento na etapa inicial de acréscimo de taxa foi maior que na etapa posterior de diminuição da taxa de deformação. Este comportamento indicou a presença de características tixotrópicas nos fluidos de perfuração estudados. A coleta dos dados foi feita antes dos sistemas atingirem estado estacionário. Para o fluido O1, a coleta dos dados foi feita com 12 segundos de deformação, enquanto para o fluido O2 foi realizada com 8 segundos.

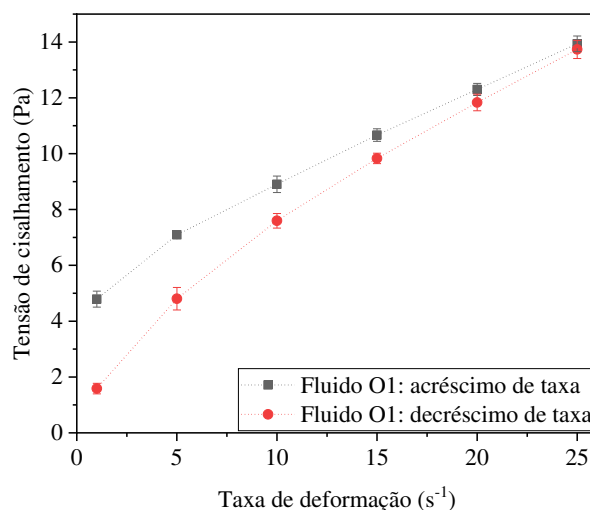


Figura 4.18 - Curva de histerese do Fluido O1.

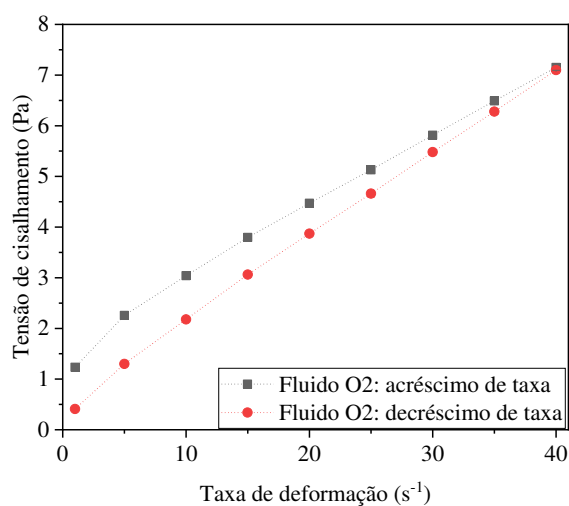


Figura 4.19 - Curva de histerese do Fluido O2.

Analisando as Figuras 4.18 e 4.19, percebeu-se que o fluido O1 possuiu comportamento tixotrópico mais pronunciado que o fluido O2. Este fato está relacionado com teor de adensante hematita em cada fluido. Santos (2017) observou em seu trabalho que o teor de sólidos influencia diretamente na tixotropia do fluido. Quanto maior o teor de sólidos da suspensão, maior será o tempo para que a viscosidade aparente do fluido atinja o estado estacionário, já que além da orientação molecular do fluido, é necessário que as interações entre as partículas sólidas também sejam organizadas.

Com o auxílio do *software* Origin 2018, foi possível determinar a área dos ciclos de histerese para cada um dos fluidos, mostrados na Tabela 4.5.



Tabela 4.5 - Área do ciclo de histerese dos fluidos de perfuração olefínicos.

Fluido	Área (%)
O1	30,268
O2	22,127

Os valores de área mostrados pela Tabela 4.5 corroboram o observado na Figura 4.15, confirmando que fluido O1 apresentou maior comportamento tixotrópico quando comparado o fluido O2.

#### 4.2.2 Sedimentação

O monitoramento da sedimentação de partículas em fluidos de perfuração olefínicos adensados com diferentes concentrações de hematita foi realizado a partir da técnica da atenuação de raios gama (TARG). O procedimento foi realizado por um período de 90 dias, fazendo medidas de concentração volumétrica local em 9 posições ao longo do tubo de teste.

##### 4.2.2.1 Distribuição da concentração em fluidos olefínicos adensados com hematita

O perfil de sedimentação das suspensões exibiu comportamento semelhante para ambos os fluidos analisados. As Figuras 4.20 e 4.21 apresentam a distribuição de concentração volumétrica em função do tempo e da posição para os fluidos O1 e O2, respectivamente.

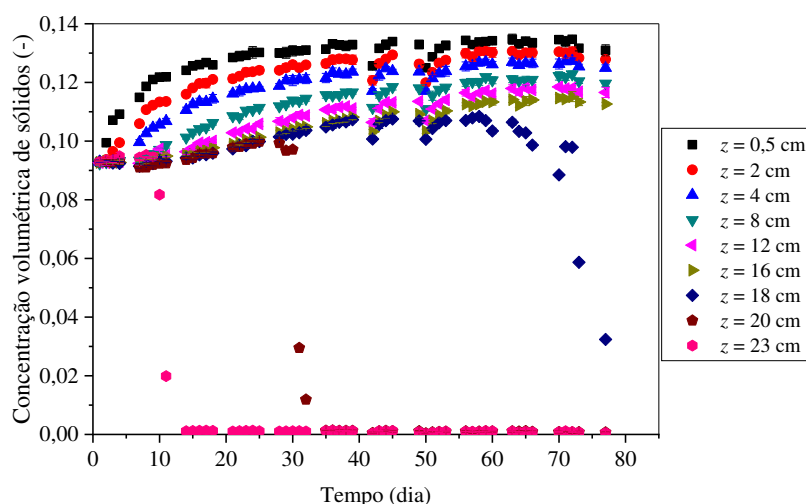


Figura 4.20 - Distribuição de concentração volumétrica em função do tempo para o fluido O1.

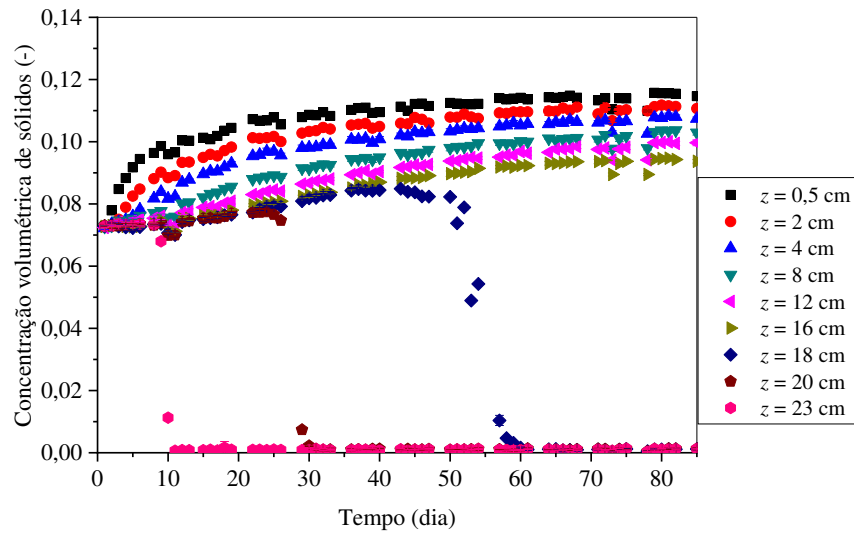


Figura 4.21 - Distribuição de concentração volumétrica em função do tempo para o fluido O2.

Assim como observado nos estudos de Fagundes et al. (2018) e Santos et al. (2018), apesar das características reológicas pseudoplásticas demonstradas pelos fluidos O1 e O2, as suspensões se comportaram como fluidos newtonianos durante a sedimentação. Isso ocorreu devido a alta estabilidade dos fluidos de perfuração estudados.

As Figuras 4.20 e 4.21 mostram que o processo de sedimentação para os fluidos adensados com hematita ocorreu em acordo com a definição de Kynch (1952).

- Região de líquido clarificado ( $\varepsilon_s = 0$ );
- Região de sedimentação livre ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{s0}$ );
- Região de transição ( $\varepsilon_{s0} < \varepsilon_s < \varepsilon_{sm}$ );
- Região de formação do sedimento ( $\varepsilon_s = \varepsilon_{sm}$ ).

Para facilitar a observação das regiões definidas por Kynch (1952), fez-se o estudo dos diagramas de sedimentação dos fluidos O1 e O2 separadamente para a base, para as posições intermediárias e para o topo do tubo de teste.

A Figura 4.22 mostra a distribuição de concentração volumétrica para as posições próximas da base do recipiente de teste.

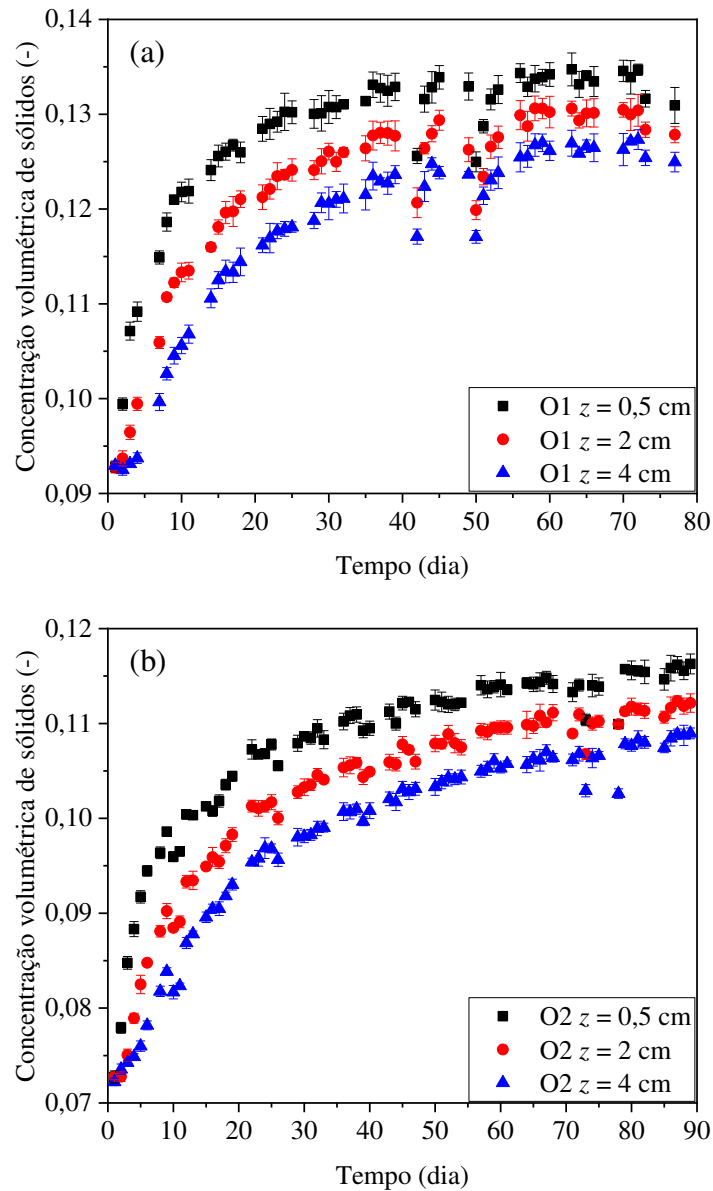


Figura 4.22 - Distribuição de concentrações em fluidos adensados com hematita próximo a base do tubo. (a) Fluido O1. (b) Fluido O2.

Nas posições próximas a base do tubo de teste foi observada a região de transição nos primeiros 30 dias sedimentação, caracterizada pelo aumento mais acentuado na concentração volumétrica de sólidos. Isso ocorreu devido a sedimentação mais rápida das partículas maiores em suspensão. Após esse período, a concentração de sólidos nessas posições aumentou lentamente, devido a acomodação de partículas menores nos interstícios deixados entre as maiores que sedimentaram primeiro, indicando a região de formação do sedimento.

Para a posição de monitoramento  $z = 0,5$  cm, fluido O1 ( $\varepsilon_{s0} = 9,28\%$ ) teve uma concentração volumétrica final de  $\varepsilon_{sm} = 13,35\%$ , o que representou acréscimo de 43,86% na concentração de sólidos. Nesta mesma posição, o fluido O2 ( $\varepsilon_{s0} = 7,27\%$ ) teve uma

concentração volumétrica final de  $\varepsilon_{sm} = 11,37\%$ , aumentando 56,40% a concentração de sólidos em comparação com a inicial.

Ao sedimentarem, os sólidos deslocam o fluido em que estão inseridos, sendo submetidos a forças de arraste. Pelo fato do fluido O1 apresentar maior densidade e viscosidade que o fluido O2, a resistência ao escoamento enfrentado pelas partículas sedimentando no fluido O1 foi maior, fazendo com que os sólidos fossem mantidos em suspensão por mais tempo. Logo, foi possível perceber que o fluido com maior concentração de adensante apresentou mais estabilidade no processo de sedimentação, mantendo as partículas em suspensão por mais tempo.

A Figura 4.23 mostra a distribuição de concentração volumétrica em função do tempo e da posição para as regiões intermediárias do recipiente experimental.

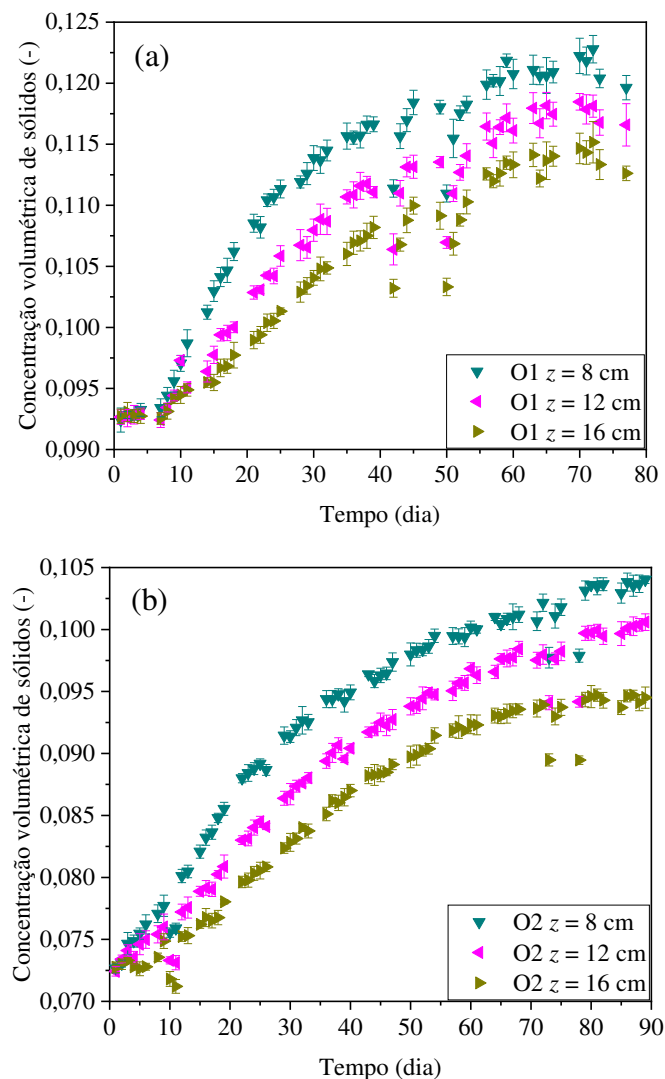


Figura 4.23 - Distribuição de concentrações em fluidos adensados com hematita em posições intermediárias do tubo. (a) Fluido O1. (b) Fluido O2.

A região de sedimentação livre foi observada durante os primeiros 10 dias para as posições intermediárias, pois a concentração de partículas nessas posições se manteve constante. Em seguida, observou-se a região de transição por um aumento gradual de concentração devido a passagem da interface sólido-líquido pelo tubo de teste.

A Figura 4.24 apresenta a distribuição de concentração volumétrica em função do tempo para as posições próximas ao topo do tubo de teste.

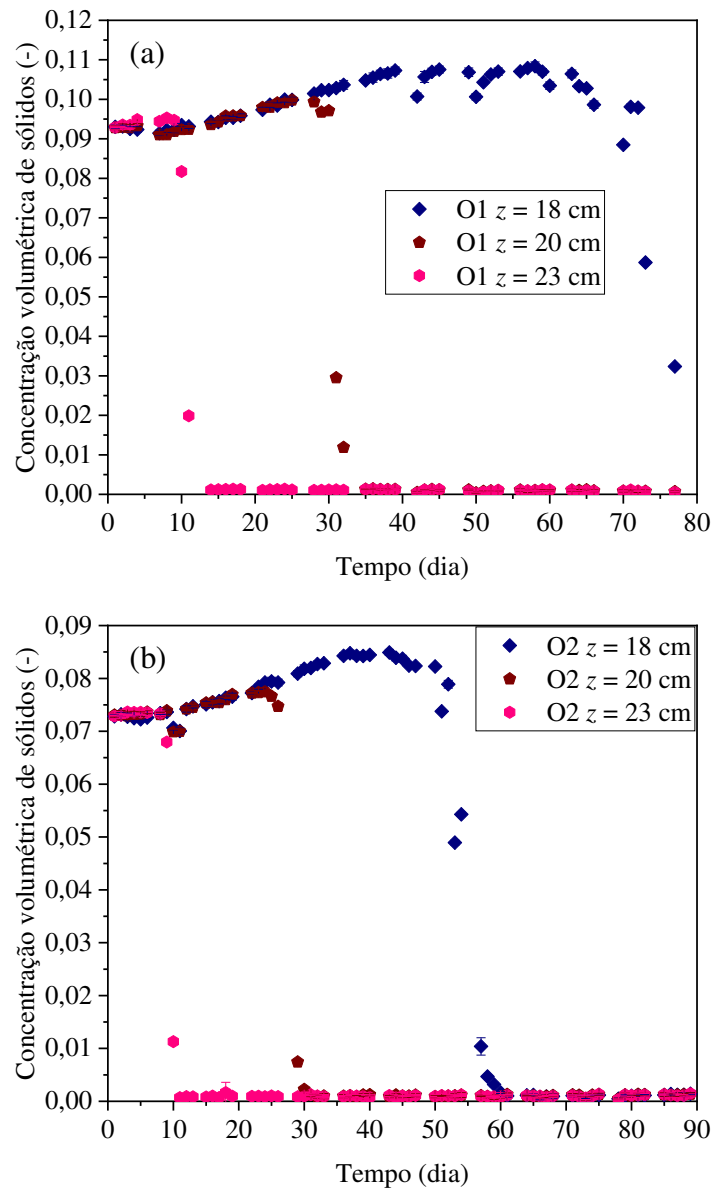


Figura 4.24 - Distribuição de concentrações em fluidos adensados com hematita próximo ao topo do tubo. (a) Fluido O1. (b) Fluido O2.

A concentração de sólidos nas posições superiores se manteve constante por um período. Posteriormente o valor da concentração nessas posições tendeu a zero, apontando a formação do líquido clarificado.

Observou-se que para a posição  $z = 18$  cm, em ambos os fluidos houve um pequeno aumento da concentração volumétrica de sólidos para logo em seguida tender a zero. Fagundes et al. (2018) explicam que este comportamento está relacionado ao aumento da região intermediária antes que a concentração de sólidos tendesse a zero.

#### 4.2.2.2 Curvas de equi-concentração

As curvas de equi-concentração são curvas que relacionam a altura do sedimento e o tempo de sedimentação para constantes concentrações volumétrica de sólidos.

Segundo Kynch (1952), a sedimentação poderia ser descrita como um fenômeno de ondas de mesma concentração que se propagam no sentido da base do recipiente de teste para o topo da suspensão. As ondas representam duas interfaces, uma ascendente que se relaciona com a sedimentação dos sólidos, e uma interface descendente, relativa ao líquido clarificado. Essas ondas podem ser representadas como linhas de equi-concentração, que consistem em retas partindo da origem dos eixos no plano cartesiano.

As Figuras 4.25 e 4.26 apresentam as curvas de equi-concentração para os fluidos O1 e O2, respectivamente.

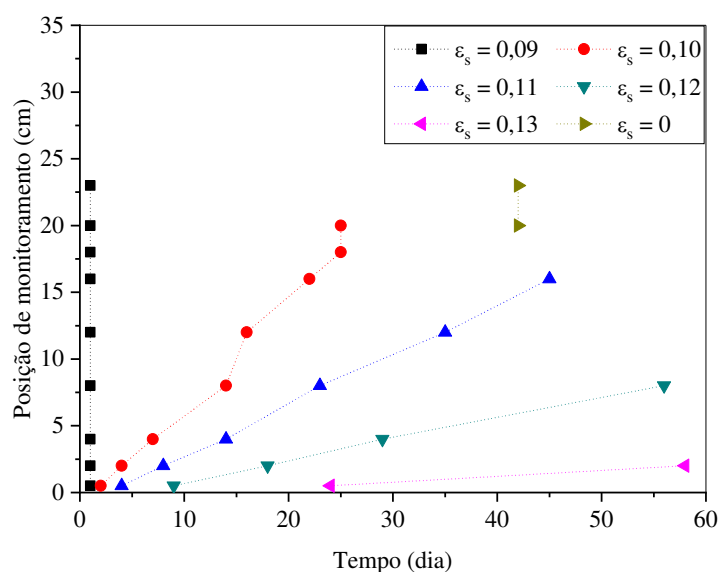


Figura 4.25 - Curvas de equi-concentração para o fluido O1.

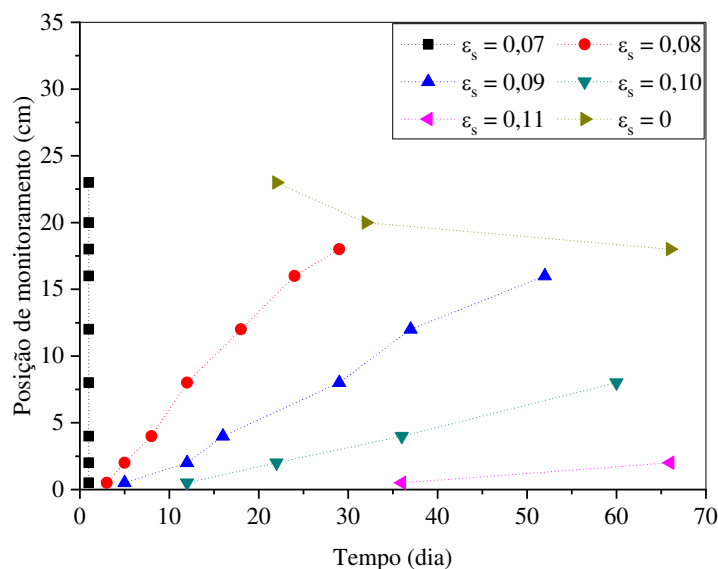


Figura 4.26 - Curvas de equi-concentração para o fluido O2.

Conforme verificado na seção anterior, o aumento no teor de sólidos aumentou também a estabilidade do fluido. Assim, verificou-se que os sólidos foram mantidos em suspensão por mais tempo no fluido O1 em comparação com o fluido O2.

Isso pode ser confirmado pela análise das curvas de equi-concentração presentes nas Figuras 4.25 e 4.26. Observou-se que as interfaces ascendentes, levaram menos tempo para se estabilizar no fluido O1 em comparação com o fluido O2. Também se percebeu que a interface descendente do líquido clarificado apareceu mais rapidamente no fluido O2, indicando que este manteve os sólidos em suspensão por menos tempo.

#### 4.2.3 Equações constitutivas de pressão nos sólidos

Assim como relatado na seção 4.1.3, a determinação da pressão nos sólidos permitiu a avaliação dos sólidos presentes no fluido ao final da sedimentação. Este procedimento foi realizado na condição de meio poroso estático, tendo decorrido tempo suficiente para garantir que todo o processo de sedimentação fosse finalizado.

Primeiramente fez-se a determinação da distribuição de concentração em função da posição na região de formação do sedimento. A Figura 4.27 apresenta a concentração volumétrica de sólidos em função da posição de monitoramento para os fluidos de perfuração O1 e O2.

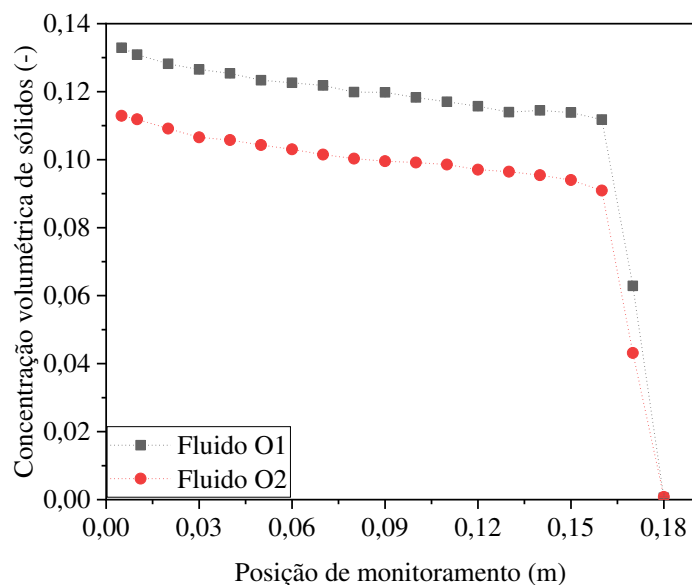


Figura 4.27 - Concentração volumétrica de sólidos em função da posição para os fluidos olefínicos.

A partir da Figura 4.27, observa-se que para uma mesma altura da coluna de sedimentos, o fluido O1 apresentou maior concentração volumétrica de sólidos. Isto indicou que o meio poroso formado pelos sedimentos do fluido O1 foi mais compactado que o do fluido O2.

Aplicando a relação da concentração volumétrica de sólidos em função da posição na Equação (3.8) foi possível determinar a pressão nos sólidos como função da concentração volumétrica de sólidos, presente na Figura 4.28.

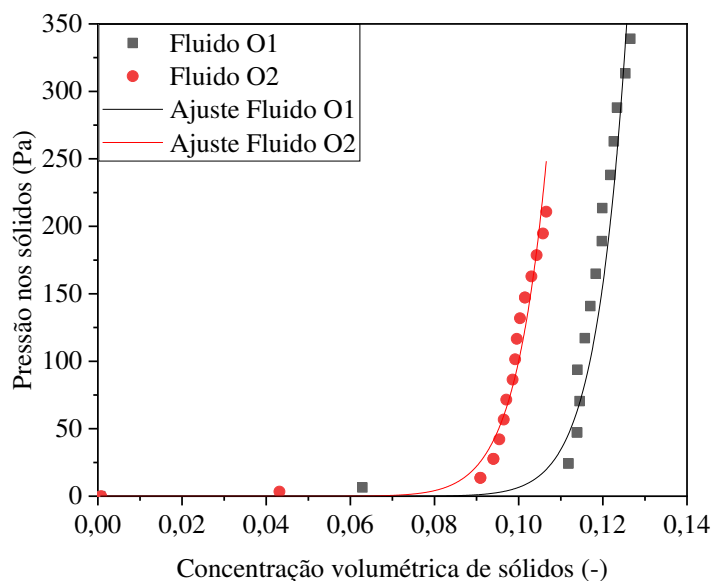


Figura 4.28 - Pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos para os fluidos olefínicos.



Conforme discutido na seção 4.1.3, a inclinação da curva de  $P_s$  versus  $\varepsilon_s$  indica a compressibilidade dos sólidos do sistema. Analisando a Figura 4.28, observou-se que os sedimentos formados nos fluidos O1 e O2 apresentaram comportamento levemente compressível, devido a inclinação não muito acentuada de suas curvas.

Percebeu-se, também, que os sedimentos do fluido O1 exercem pressões mais elevadas quando comparadas com os sólidos do fluido O2. Este comportamento se deve a maior concentração de hematita no fluido O1. Isto está de acordo com o estudo feito por Santos et al. (2018). Os autores observaram que quando uma coluna de sólidos está em condições de repouso, as camadas superiores da coluna pressionam as camadas inferiores, desta forma a distribuição da concentração volumétrica dos sedimentos e as forças de contato sólido-sólido são responsáveis pela pressão nos sólidos.

Para determinar as equações constitutivas de pressão nos sólidos dos fluidos O1 e O2, fez-se o ajuste dos dados a partir do modelo de Arouca (2007), Equação (3.9). Os parâmetros do modelo estão dispostos na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Parâmetros de ajuste e coeficiente de determinação de pressão nos sólidos para os fluidos olefínicos.

	Fluido O1	Fluido O2
$a$ (Pa)	$1,703 \times 10^{18}$	$1,980 \times 10^{16}$
$b$	17,414	14,296
$r^2$	0,920	0,937

Neste capítulo foram apresentados e discutidos os principais resultados relacionados ao efeito do viscosificante goma xantana e do adensante hematita no processo de sedimentação e na determinação das equações constitutivas pressão nos sólidos do sedimento, bem como na reologia dos fluidos de perfuração estudados.

## 5. CONCLUSÕES

Este capítulo apresenta as principais conclusões referentes ao estudo do efeito da adição de agente viscosificante e agente adensante no processo de sedimentação em batelada, propondo sugestões para trabalhos futuros.

### 5.1 Conclusões sobre os fluidos de base aquosa

- Fluidos viscosificados com goma xantana apresentaram maior resistência ao escoamento em comparação com os fluidos contendo glicerina, fator evidenciado pelo índice de consistência da equação de *Power-law* ( $m_{GX} > m_{GLI}$ ).
- A solução de GX 0,2% m/m apresentou comportamento pseudoplástico, indicado pelo índice de comportamento de *Power-law* ( $n < 1$ ). Isso ocorreu devido as propriedades do polímero goma xantana que, em solução aquosa, conferiu características pseudoplásticas ao fluido. Já a solução de GLI 92% v/v, por estar isento de goma xantana, possuiu comportamento newtoniano durante os experimentos, com índice de comportamento próximo da unidade ( $n \cong 1$ ).
- A área de histerese observada entre as curvas de aumento e diminuição gradual da taxa de deformação sugeriu que a solução de GX 0,2% m/m possuiu características tixotrópicas, devido ao comportamento diferente do fluido frente a uma mesma taxa de deformação em tempos diferentes de experimento. Para a solução de GLI 92% v/v, conforme esperado para fluido newtoniano, não foi observada área de histerese significativa.
- Para dar início ao escoamento da solução de GX 0,2% m/m partindo de um período de repouso, foi notada a ocorrência de picos de tensão. Estes picos foram consequência da quebra de estruturas gelificadas no corpo do fluido, comportamento típico de fluidos tixotrópicos. Tais picos de tensão não foram observados nos experimentos com a solução de GLI 92% v/v, pois esta se trata de um fluido newtoniano no qual não ocorre a formação das estruturas géis.
- A sedimentação de partículas na suspensão de GX mostrou que os efeitos de memória devido a aglomeração de partículas no fluido pseudoplástico influenciou significativamente na taxa de sedimentação. Inicialmente, a sedimentação das partículas maiores gerou canais preferenciais de menor viscosidade que aumentaram a taxa de sedimentação. No entanto, após a passagem dos aglomerados, as partículas menores em

suspensão enfrentaram maior resistência a sedimentação, diminuindo a taxa e aumentando o tempo da operação.

- A formação de meio poroso mais compactado na suspensão de GX levou a pressões nos sólidos mais elevadas em comparação com a suspensão de GLI.
- A alta inclinação da curva de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos sugeriu a formação de sedimento incompressível tanto para a suspensão de GX 0,2% m/m quando para a de GLI 92% v/v.
- O tipo de equação empírica que melhor descreveu aos dados de pressão nos sólidos foi uma equação exponencial bi-paramétrico, apresentando um ajuste adequado ao sistema.

## 5.2 Conclusões sobre os fluidos de perfuração olefínicos

- Os fluidos de perfuração olefínicos adensados com hematita se comportaram como fluidos pseudoplásticos, fato confirmado pela análise do índice de comportamento da equação de *Power-law* ( $n < 1$ ). A concentração de hematita afetou o comportamento reológico dos fluidos, sendo que o fluido mais adensado apresentou maior pseudoplasticidade, evidenciada pelo menor índice de comportamento ( $n_{O1} < n_{O2}$ ).
- A variação na concentração de hematita afetou as propriedades reológicas das suspensões. O fluido com maior concentração de adensante apresentou maior índice de consistência ( $m_{O1} > m_{O2}$ ), o que indicou que o fluido O1 possui maior resistência ao escoamento quando comparado com o fluido O2.
- A viscosidade aparente dos fluidos olefínicos apresentou dependência com o tempo, confirmada pela construção das curvas de histerese. O fluido com maior concentração de hematita (O1) mostrou propriedades tixotrópicas mais intensas, evidenciada pela maior área de histerese quando comparada com o fluido de menor concentração de adensante (O2).
- A alta estabilidade dos fluidos adensados com hematita fez com que a sedimentação ocorresse sob baixas taxas de deformação, evitando a formação de aglomerados de partículas típicos de sedimentação em fluidos pseudoplásticos. Assim, a sedimentação ocorreu semelhante ao processo observado em fluido newtoniano.
- O fluido com maior teor de hematita (O1) mostrou-se mais estável durante o processo de sedimentação, mantendo os sólidos em suspensão por intervalos maiores.
- As curvas de equi-concentração permitiram a observação da passagem das interfaces sólido-líquido pelo fluido. Tais curvas mostraram a formação do líquido clarificado

mais rapidamente no fluido O2, sugerindo que a sedimentação ocorreu mais rapidamente neste fluido, o que mostra uma menor estabilidade em comparação com o fluido O1.

- O sedimento formado ao final do processo de sedimentação em ambos os fluidos apresentou comportamento pouco compressível, comportamento indicado pela inclinação da curva de pressão nos sólidos em função da concentração volumétrica de sólidos.
- O fluido O1 apresentou valores maiores de pressão nos sólidos quando comparado ao fluido O2, confirmando que a pressão nos sólidos é influenciada pela concentração de sólidos na suspensão.

### **5.3 Sugestões para trabalhos futuros**

- Comparar o efeito de diferentes concentrações de viscosificante goma xantana no processo de sedimentação;
- Estudar a sedimentação como um fenômeno bidimensional;
- Determinar o efeito da temperatura na sedimentação de partículas em fluido pseudoplástico.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADORJÁN, L.A. A theory of sediment compression. In: 11TH INTERNATIONAL MINERAL CONGRESS, 1975.
- ALLEN, E.; UHLHERR, P. H. T. Nonhomogeneous sedimentation in viscoelastic fluids. *Journal of Rheology*, vol. 22, p. 627-638, 1989. <https://doi.org/10.1122/1.550030>.
- AMOCO. Drilling Fluid Manual, Amoco Production Company, 2010.
- ANP, Agência Nacional Do Petróleo, Gás Natural E Biocombustíveis. Produção de derivados de petróleo e processamento de gás natural. Disponível em: <<http://www.anp.gov.br/producao-de-derivados-de-petroleo-e-processamento-de-gas-natutal>>. Acesso em: 03 dez. 2019.
- AROUCA, F. O. Obtenção Experimental das Equações Constitutivas para o Espessamento e Filtração Utilizando Técnica de Atenuação de Radiações de Altas Energias. Dissertação (Mestrado), Uberlândia, UFU, 2003.
- AROUCA, F. O.; DAMASCENO, J. J. R. The use of high energies radiations to characterise solid-liquid systems. *Materials Science Forum*, v. 498-499, p. 49-54, 2005a. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.498-499.49>.
- AROUCA, F. O.; DAMASCENO, J. J. R. Analysis of the behavior of solid-liquid systems based on the shape, size distribution and density of the solid particles. FIFTH INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY - PTECH, 2005b. <https://doi.org/10.4028/0-87849-423-5.35>.
- AROUCA, F. O.; DAMASCENO, J. J. R. Concentration profiles and iso-concentration curves for batch settling using the gamma rays attenuation technique. FIFTH INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY - PTECH, 2005c. <https://doi.org/10.4028/0-87849-423-5.29>.
- AROUCA, F. O. Uma Contribuição ao Estudo da Sedimentação Gravitacional em Batelada. Tese (Doutorado), Uberlândia, UFU, 2007.
- BARNES, H. A.; HUTTON, J. F.; WALTERS, K. F. R. S. An Introdiction to Rheology. Amsterdam: Elsevier, 1989.

- BOBROFF, S.; PHILLIPS, R. J. Nuclear magnetic resonance imaging investigation of sedimentation of concentrated suspensions in non-newtonian fluids. *Journal of Rheology*, vol. 42, p. 1419-1436, 1998. <https://doi.org/10.1122/1.550895>.
- BOURBOYNE JR., A. T.; CHENEVERT, M. E.; MILLHEIM, K. K.; YOUNG JR., F. S. *Applied Drilling Engineering*. Richardson, Tx: Society Of Petroleum Engineers, 502 p. 1 v, 1986.
- BURGER, R.; CONCHA, F. Mathematical model and numerical simulation of settling of flocculated suspensions. *International Journal of Multiphase Flow*, v. 24, p. 1005-1023, 1998. [https://doi.org/10.1016/S0301-9322\(98\)00026-3](https://doi.org/10.1016/S0301-9322(98)00026-3).
- CAENN R., DARLEY H.C.H., GEORGE R.G. *Composition and properties of drilling and completion fluids*, Gulf Professional Publishing, Oxford, 2011.
- CHHABRA, R. P. *Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids*. 2. ed. United States of America, Ed. CRC Press, 2007. <https://doi.org/10.1201/9781420015386>.
- CHHABRA, R. P.; RICHARDSON, J. F. *Non-newtonian flow and applied rheology*, Secon Edition, 2008.
- COE, H.S.; CLEVENGER, G.H. Methods of determining the capacities of slime-settling tanks. *Transactions of the American Institute of Mining Engineers*, vol. 55, p. 356-384, 1916.
- CONCHA, F.; BUSTOS, M. C. Modification of the kynch theory of sedimentation. *AIChE Journal*, p. 312-315, 1987. <https://doi.org/10.1002/aic.690330219>.
- DAMASCENO, J. J. R.; HENRIQUE, H. M.; MASSARANI, G. Um modelo para a sedimentação não estacionária. XIX ENCONTRO SOBRE ESCOAMENTO EM MEIOS POROSOS, 1991.
- DAMASCENO, J. J. R. *Uma Contribuição ao Estudo do Espessamento Contínuo*. Tese (Doutorado), Rio de Janeiro, UFRJ, 1992.
- DARBY, R. *Chemical Engineering Fluid Mechanics*. 2. ed. New York: Marcel Dekker, 2001. <https://doi.org/10.1201/9781315274492>.
- D'ÁVILA, J. S. Uma análise da teoria de kynch para a sedimentação. *Revista Brasileira de Tecnologia*, p. 447-453, 1976.

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

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

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

DAUGAN, S.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; ALLAIN, C. Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids. Part 1. Two-particle aggregation. The European Physical Journal E, vol. 7, p. 73-81, 2002. <https://doi.org/10.1140/epje/i200101116>.

DAUGAN, S.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; ALLAIN, C. Aggregation of particles settling in shear thinning fluids. Part 2. Three particle aggregation. The European Physical Journal E, vol. 9, p. 55-62, 2002. <https://doi.org/10.1140/epje/i2002-10054-8>.

DAUGAN, S.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; PEYSSON, Y.; ALLAIN, C. Sedimentation of suspensions in shear-thinning fluids. Oil & Gas Science and Technology, vol. 59, p. 71-80, 2004. <https://doi.org/10.2516/ogst:2004007>. EPE, Empresa de Pesquisa Energética. Matriz Energética e Elétrica. Disponível em: <<http://www.epe.gov.br/pt/abcdenergia/matriz-energetica-e-eletrica>>. Acesso em: 14 jan. 2019.

FAGUNDES, F.M. Estudo da Estabilidade da Suspensão Constituinte do Fluido BrMul/Petrobras, Dissertação (Mestrado), Uberlândia, 2015.

FAGUNDES, F.M., SANTOS, N. B.C., DAMASCENO, J. J. R., AROUCA, F.O. Study on the stability of a shear-thinning suspension used in oil well drilling. Oil & Gas Science and Technology, vol.73, p. 1-6, 2018. <https://doi.org/10.2516/ogst/2018007>.

FAGUNDES, F.M. Estudo da sedimentação de partículas em fluidos de perfuração pelo uso da técnica de atenuação de raios gama, Tese (Doutorado), Uberlândia, 2019.

GARDNER, R.P., ELY-JR, R.L., Radioisotope Measurement Applications in Engineering, Reinhold, New York, 1967.

GEO Drilling Fluids, inc. Hematite. Disponível em: <<https://geodf.com/wp-content/uploads/2017/09/HEMATITE.pdf>>. Acesso em: 22 jan. 2020.

GUESLIN, B.; TALINI, L.; HERZHAFT, B.; PEYSSON, Y.; ALLAIN, C. Aggregation behavior of two spheres falling through an aging fluid. *Physical Review*, vol. 74, 042501, 2006. <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.74.042501>.

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

JONES, T. G. J.; HUGHES, T. L.. *Drilling Fluid Suspensions. Suspensions: Fundamentals and Applications in the Petroleum Industry*, p.463-564, 1996. American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/ba-1996-0251.ch010>.

KYNCH, G. J. A theory of sedimentation. *Trans. Amer. Soc.*, p. 166-176, 1952. <https://doi.org/10.1039/tf9524800166>.

MACHADO, J. C. V. *Reologia e escoamento de fluidos: ênfase na indústria do petróleo*. Rio de Janeiro, Ed. Interciência, 2002.

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

MEWIS, J.; WAGNER, N.J. Thixotropy. *Advances in colloid and interface science*, vol. 147-178, p. 214-227, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2008.09.005>.

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

MOREIRA, B. A.; AROUCA, F.O.; DAMASCENO, J.J.R. (2017) Analysis of suspension sedimentation in fluids with rheological shear-thinning properties and thixotropic effects. *Powder Technology*. v. 308. p.290-297. Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.12.034>.

PEÇANHA, R. *Sistemas Particulados: Operações unitárias envolvendo partículas e fluidos*. Elsevier, 2014.

PETROBRAS. *Manual de fluidos*. 1a ed. Rio de Janeiro, 2011.

RANJAN, P.; DUTTA, A. Comparative analysis of Barite and Hematite used in water based mud. *International Journal Of Development Research*, Uttar Pradesh, India, v. 7, n. 11, p.16806-16814, nov. 2017.



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

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

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

SANTOS, N.B.C. Estabilidade De Suspensões Pseudoplásticas Utilizadas Na Perfuração De Poços De Petróleo, Dissertação (Mestrado), Uberlândia, 2017.

SANTOS, N. B.C., Fagundes, F.M., Arouca, F. O., Damasceno, J.J.R. Sedimentation of solids in drilling fluids used in oil well drilling operations, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, vol. 162, p. 137-142, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.petrol.2017.12.026>

SHAH, S. N.; SHANKER, N. H.; OGUGBUE, C. C. Future Challenges of Drilling Fluids and Their Rheological Measurements. *American Association Of Drilling Engineers*, Houston, Tx, p.1-16, 2010.

SOCHI, T. Flow of Non-Newtonian Fluids in Porous Media, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol. 48, 2437-2767, 2010. <https://doi.org/10.1002/polb.22144>.

THOMAS, J. E. Fundamentos de Engenharia de Petróleo. 2. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2001.

TILLER, F.M.; LEU, W. Basic data fitting in filtration. *Journal of the Chinese Institute of Engineers*, v. 1, p. 61-70, 1980.

VISWANATH, D. S.; GHOSH, T.K.; PRASAD, D.H.; DUTT, N.V.K.; RANY, K.Y. *Viscosity of Liquids: Theory, Estimation, Experiment, and Data*. Netherlands: Springer, 2006.

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