



UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
CAMPUS DE CURITIBA
DEPARTAMENTO DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
E DE MATERIAIS – PPGEM

NEZIA DE ROSSO

ANÁLISE EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DO
ESCOAMENTO DE PETRÓLEO PARAFÍNICO EM
TUBULAÇÕES

CURITIBA
MAIO – 2014

NEZIA DE ROSSO

ANÁLISE EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DO ESCOAMENTO DE PETRÓLEO PARAFÍNICO EM TUBULAÇÕES

Dissertação apresentada como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Área de Concentração em Engenharia Térmica, do Departamento de Pesquisa e Pós-Graduação, do Campus de Curitiba, da UTFPR.

Orientador: Prof. Cezar O. R. Negrão, PhD.

CURITIBA
MAIO – 2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

R838a Rosso, Nezia de
2014 Análise experimental do reinício do escoamento de
petróleo parafínico em tubulações / Nezia de Rosso.--
2014.
87 f.: il.; 30 cm

Texto em português, com resumo em inglês
Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica
Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica e de Materiais, Curitiba, 2014
Bibliografia: f. 80-82

1. Petróleo - Derivados. 2. Cera de parafina. 3. Escoamento
- Análise. 4. Oleodutos de petróleo. 5. Gelificação.
6. Engenharia mecânica - Dissertações. I. Negrão, Cezar
Otaviano Ribeiro, orient. II. Universidade Tecnológica Federal
do Paraná - Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Mecânica e de Materiais. III. Título.

CDD 22 -- 620.1

TERMO DE APROVAÇÃO

NEZIA DE ROSSO

ANÁLISE EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DO ESCOAMENTO DE PETRÓLEO PARAFÍNICO EM TUBULAÇÕES

Esta Dissertação foi julgada para a obtenção do título de mestre em engenharia, área de concentração em engenharia de ciências térmicas, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais.

Prof. Paulo Cesar Borges, Dr.
Coordenador do Programa

Banca Examinadora

Prof. Cezar O. R. Negrão, PhD.
UTFPR

Prof. Marcio Nele de Souza, Dr.
UFRJ

Prof. Admilson T. Franco, Dr.
UTFPR

Marcia Cristina Khalil de Oliveira, Dr.
Cenpes - Petrobras

Curitiba, 29 de maio de 2014

AGRADECIMENTOS

A Deus, por sua benção, proteção e por dar-me forças para superar este desafio.

Aos meus pais, Nilo e Zenaide, ao meu irmão e parentes, pelo amor, carinho, dedicação, compreensão, incentivo, encorajamento e paciência nos momentos mais difíceis da minha vida.

Ao meu orientador, Cezar O. R. Negrão pelos ensinamentos transmitidos, pelo incentivo, pela oportunidade, orientação, confiança, amizade, dedicação e disposição.

Aos amigos, pelos momentos de descontração, amizade e solidariedade muitas vezes prestada.

Aos meus amigos e colegas pelo companheirismo, pelas discussões e apoio na solução de diversos problemas.

A todos aqueles que de alguma forma, direta ou indiretamente, me auxiliaram e apoiam neste projeto.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná e seus professores pela estrutura e formação de qualidade proporcionada.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) em conjunto com o CENPES/PETROBRAS pelo apoio financeiro ao projeto. À Agência Nacional do Petróleo – ANP – à Financiadora de Estudos e Projetos – FINEP – por meio do Programa de Recursos Humanos para o Setor Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis - PRH-ANP/MCT – (PRH10/UTFPR).

ROSSO, Nezia de, ANÁLISE EXPERIMENTAL DO REINÍCIO DO ESCOAMENTO DE PETRÓLEO PARAFÍNICO EM TUBULAÇÕES, 2014, Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 87 p.

RESUMO

Durante as atividades de produção de petróleo *offshore* são utilizadas tubulações que transportam o petróleo bruto do fundo do poço até à plataforma ou até à costa marítima. No fundo mar as tubulações são submetidas a temperaturas da ordem de 4 °C. Nessas condições, quando a atividade de produção é interrompida para manutenções ou por paradas de emergência, o óleo bruto, com alto teor de parafinas, tende a se gelificar. Para reiniciar o escoamento são necessárias pressões acima da pressão usual de trabalho para promover a quebra do gel. A literatura mostra que não só o histórico de térmico, mas também o histórico de cisalhamento afetam a gelificação de óleos parafínicos e, portanto, a pressão de reinício do escoamento. O objetivo deste trabalho é avaliar experimentalmente as variáveis que influenciam o reinício do escoamento de petróleo parafínico. Para isso, uma unidade experimental foi construída de modo a reproduzir experimentalmente o reinício do escoamento de petróleo parafínico gelificado. A unidade permite o controle da temperatura, da taxa de resfriamento, da taxa de cisalhamento e do tempo de repouso na formação do gel. A pressão máxima necessária para o início do escoamento foi observada, os valores coletado e analisado. A investigação realizada mostra que todos os parâmetros testados apresentam alguma influência na pressão durante o reinício do escoamento de óleo parafínicos gelificados.

Palavras-chave: Óleos parafínicos, unidade experimental, gelificação, reinício do escoamento.

ROSSO, Nezia de, EXPERIMENTAL ANALYSIS OF START-UP FLOW OF WAXY CRUDE OIL IN PIPELINES, 2014, MSc Thesis - Postgraduate Program in Mechanical and Materials Engineering, Federal University of Technology - Paraná, Curitiba, 87 p.

ABSTRACT

In offshore production, pipelines are used to transport crude oil from the well bore to the platform and from the platform to the seacoast. When production is interrupted for maintenance or emergency, waxy crude oils tend to form gel at seabed low temperatures. At flow start-up, an increase in pressure above the usual operating pressure is required to break the gel. The literature has reported that not only the temperature but also the cooling rate, the shear rate during cooling and the material aging time affect the gelation of waxy crude oils, and, therefore, the start-up pressure. The objective of the current work is to evaluate experimentally the start-up flow of waxy crude oils in pipelines. In order to accomplish that, an experimental lab loop was built to reproduce the flow start-up of gelled waxy crude oils. The loop allows the control of temperature, cooling rate, shear rate and aging time in the gel formation. The pressure peaks measured during the flow restart were presented and analyzed as a function of the controlled parameters. The research shows that all parameters tested have some influence on the peaks of pressure during the start up flow of paraffinic oil gelled.

Keywords: waxy crude oils, experimental loop, gelation, start-ups flow.

SUMÁRIO

SUMÁRIO	VIII
LISTA DE FIGURAS.....	X
LISTA DE TABELAS.....	XII
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	XIII
1 INTRODUÇÃO.....	14
1.1 CENÁRIO ATUAL DA PRODUÇÃO DE PETRÓLEO.....	14
1.2 DESCRIÇÃO DO PROBLEMA	17
1.3 ESTUDOS REOLÓGICOS.....	18
1.4 ESTUDOS EXPERIMENTAIS	20
1.5 MODELAGEM MATEMÁTICA.....	20
1.6 SÍNTESE DOS TRABALHOS	23
1.7 OBJETIVOS	24
2 ABORDAGEM EXPERIMENTAL.....	26
2.1 PROJETO DA UNIDADE EXPERIMENTAL	26
2.2 DESCRIÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL.....	27
2.3 FUNCIONAMENTO DO CIRCUITO HIDRÁULICO.....	32
2.4 CARACTERIZAÇÃO DO ÓLEO	33
2.5 PRÉ-TESTES.....	35
2.5.1 <i>Verificação da vazão</i>	35
2.5.2 <i>Verificação da medição de pressão</i>	36
2.6 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	38
2.6.1 <i>Procedimento do Teste 1</i>	39
2.6.2 <i>Procedimento do Teste 2</i>	41
2.6.3 <i>Procedimento do Teste 3</i>	45
2.7 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	46
2.7.1 <i>Análise de Variância</i>	47
2.7.2 <i>Análise das Incertezas</i>	50
3 RESULTADOS.....	52
3.1 DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS.....	52
3.2 DESCRIÇÃO DO PICO DE PRESSÃO	54
3.3 REPETIBILIDADE	57
3.4 INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA INICIAL DE RESFRIAMENTO NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO.....	58
3.5 INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA FINAL DE RESFRIAMENTO NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO	60

3.6	INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DO ÓLEO NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO.....	61
3.7	INFLUÊNCIA DA TAXA DE CISLHAMENTO DURANTE O RESFRIAMENTO NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO	62
3.8	INFLUÊNCIA DO TEMPO DE REPOUSO NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO.....	64
3.9	INFLUÊNCIA DA VAZÃO DAS BOMBAS NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO.....	65
3.10	INFLUÊNCIA DA TAXA DE RESFRIAMENTO NO REINÍCIO DO ESCOAMENTO.....	68
3.11	TEMPO NECESSÁRIO PARA O REINÍCIO DO ESCOAMENTO.....	69
3.12	DESESTRUTURAÇÃO DO GEL ATRAVÉS DE PRESSURIZAÇÃO CÍCLICA.....	71
3.13	REINICIALIZAÇÃO DO ESCOAMENTO COM PRESSÃO CONSTANTE	74
3.14	ESCOAMENTO APÓS ABERTURA DA VÁLVULA	76
4	CONCLUSÕES E SUGESTÕES	80
4.1	CONCLUSÕES	80
4.2	SUGESTÕES.....	81
	REFERÊNCIAS.....	82
	APÊNDICE A – LAUDO ANÁLISE ÓLEO	85
	APÊNDICE B –	87

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Navio aliviador (Fonte: TNPETROLEO, 2012).	16
Figura 1.2 Dutos submarinos (Fonte: Logística Aplicada, 2012).	17
Figura 2.1 Ilustração da unidade experimental instalada no CERNN/UTFPR	28
Figura 2.2 Imagem interna da unidade experimental de escoamento de fluido (CERNN/UTFPR).....	31
Figura 2.3 Imagem externa da unidade experimental de escoamento de fluido (CERNN /UTFPR)....	32
Figura 2.4 Influência da temperatura inicial de resfriamento(Adptado de Andrade et al., 2014)	34
Figura 2.5 Viscosidade aparente da glicerina.	37
Figura 2.6 Sequência do procedimento 1 adotado na investigação.	39
Figura 2.7 Valores de pressão máxima obtidos a partir do procedimento 1 para resfriamento sem cisalhamento.	40
Figura 2.8 Sequência do procedimento 2 adotado na investigação.	42
Figura 2.9 Média dos resultados usando o procedimento 2.	43
Figura 2.10 (a) Variação de pressão nos transdutores (b) Detalhe da variação de pressão.	44
Figura 2.11 Sequência do procedimento 3 adotado para determinação da pressão máxima necessária em função dos parâmetros investigados no loop experimental.....	45
Figura 2.12 Esquematização da variação total em um modelo fatorial de dois fatores	48
Figura 3.1 Pico de pressão no reinício do escoamento.	56
Figura 3.2 Detalhe da primeira etapa.....	56
Figura 3.3 Pico de pressão obtido durante o reinício de escoamento na unidade experimental (CERNN/UTFPR).	57
Figura 3.4 Repetitividade da pressão necessária para ocorrer o reinício do escoamento.....	58
Figura 3.5 Influência da temperatura inicial de resfriamento no pico de pressão.	59
Figura 3.6 Influência da temperatura final de resfriamento no pico de pressão.	61
Figura 3.7 Influência da temperatura do óleo de deslocamento no pico de pressão.	62
Figura 3.8 Influência da taxa de cisalhamento no pico de pressão.	63
Figura 3.9 Comportamento da pressão na tubulação em função da temperatura.	64
Figura 3.10 Influência do tempo de repouso no pico de pressão.	65
Figura 3.11 Influência da vazão nominal no pico de pressão	66
Figura 3.12 Tempo necessário para ocorrer o reinício do escoamento com diferentes vazões.	67
Figura 3.13 Influência da taxa de cisalhamento na tensão de cisalhamento (Adaptado: Andrade et al. 2013)	68
Figura 3.14 Influencia da taxa de resfriamento no pico de pressão.	69
Figura 3.15 Tempo necessário para o reinício do escoamento. (a) temperatura final de resfriamento de 4°C, (b) temperatura final de resfriamento de 10°C, (c) amostra sendo pressurizada enquanto é resfriada à temperatura de 4°C, (c) reinício do escoamento após quebra do gel à 4°C.	71
Figura 3.16 Desestruturação do gel em processo cíclico, com pressão de 6,5 bar.	73
Figura 3.17 Desestruturação do gel em processo cíclico, com pressão de 5,5 bar.	73

Figura 3.18 Monitoramento da pressão e da vazão após a pressurização à 4 bar seguida da depressurização.	74
Figura 3.19 Detalhe da queda de pressão após abertura da válvula.	75
Figura 3.20 Desestruturação do gel.	76
Figura 3.21 Queda de pressão após abertura da válvula.	77
Figura 3.22 Detalhe da desestruturação do gel.	78
Figura 3.23 Desestruturação do gel.	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Verificação da vazão nas bombas	35
Tabela 2.2 Viscosidade aparente calculada pela perda de carga medida no loop de teste	38
Tabela 2.3 Tabela de análise da variância para o modelo fatorial de dois fatores.....	48
Tabela 3.1 Parâmetros estudados na influência da pressão máxima necessária para que ocorra o reinício do escoamento	52
Tabela 3.2 Taxas de resfriamento.....	53
Tabela 4.1 Investigação do efeito da temperatura inicial do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento	87
Tabela 4.2 Investigação do efeito da temperatura inicial do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste com cisalhamento	87
Tabela 4.3 Investigação do efeito da temperatura final do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento	87
Tabela 4.4 Investigação do efeito do tempo de repouso do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento	87
Tabela 4.5 Investigação do efeito do tempo de repouso do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste com cisalhamento	88
Tabela 4.6 Investigação do efeito da vazão de óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento.....	88
Tabela 4.7 Investigação do efeito da vazão de óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste com cisalhamento.....	88
Tabela 4.8 Investigação do efeito do cisalhamento durante o resfriamento do óleo na pressão durante o reinício do escoamento.	88

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CERNN	Centro de Pesquisas em Fluidos Não Newtonianos
LACTEC	Instituto de Tecnologia para o desenvolvimento
PETROBRAS	Petróleo Brasileiro S.A.
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná

1 INTRODUÇÃO

1.1 Cenário Atual da Produção de Petróleo

No cenário atual há uma grande busca no aumento das matrizes energéticas mundiais para suprir a crescente demanda dos processos de industrialização. Apesar dos investimentos no desenvolvimento de novas fontes energéticas, o petróleo e o gás natural continuarão a desempenhar um importante papel no cenário energético mundial nos próximos anos, estando sempre em questão à ampliação da capacidade de produção das reservas petrolíferas existentes e a descoberta de novas.

Visando aumentar as reservas de petróleo e desenvolver a produção, novas tecnologias vêm sendo desenvolvidas. Até meados dos anos 70, a produção de petróleo em águas profundas era quase impossível devido à falta de conhecimento e tecnologia da época. Grandes esforços e investimentos foram realizados ao longo dos anos para ampliar o conhecimento e desenvolver tecnologia na produção de petróleo, o que levou a resultados significativos nas últimas quatro décadas. Como exemplo do resultado desses investimentos, pode-se citar a redução do tempo de perfuração de poços de 134 dias para 70 dias em 2012, e a aquisição e instalação de diversas plataformas de exploração e produção de petróleo no oceano (Petrobras, 2014).

As plataformas do tipo FPSO¹, que em geral são navios de grande porte com capacidade para produzir, processar e/ou armazenar petróleo e gás natural, têm se destacado na produção em alto mar. Em seus conveses, são instaladas plantas de processo para separar e tratar os fluidos produzidos pelos poços. Depois de separado da água e do gás, o petróleo produzido pode ser armazenado nos tanques do próprio navio ou transferido para costa através de navios aliviadores ou oleodutos. Essas plataformas são interligadas aos poços de petróleo através de dutos flexíveis e *manifolds* submarinos que transferem petróleo dos poços à plataforma (Petrobras, 2014).

A produção média de petróleo no Brasil foi de 2,0 milhões de barris por dia em 2013, sendo que 91,07% foram explorados em campos marítimos, ao longo do

¹ *Floating, Production, Storage and Offloading*

litoral brasileiro. A bacia de Campos, localizada na região do pré-sal vem se destacando como a maior produtora de petróleo com 76,6% da produção, seguida pela bacia de Santos com 12,9% da produção. (ANP, 2014).

O pré-sal refere-se a um conjunto de rochas localizadas em águas profundas e ultra profundas do litoral brasileiro, se estende por 800 quilômetros, desde Santa Catarina até o Espírito Santo, e chega a atingir até 200 quilômetros de largura. O termo pré é utilizado para identificar as rochas que foram depositadas ao longo do tempo antes da camada de sal. A profundidade total que se encontram essas rochas, que é a distância entre a superfície do mar e os reservatórios de petróleo abaixo da camada de sal, pode chegar a mais de sete mil metros (Petrobras, 2014).

As dificuldades de produção nesta região são contrabalançadas pela qualidade do petróleo. As reservas de petróleo localizadas na região de pré-sal são consideradas de média e alta qualidade, enquadradas na classe parafínica e parafino-naftênica.

A composição do petróleo pode ser definida, segundo Zíllio e Pinto (2002), pelo teor de:

- hidrocarbonetos saturados, que compreende alcanos de cadeia normal e ramificada (parafínicos) e cicloalcanos (naftênicos);
- hidrocarbonetos aromáticos, que incluem moléculas aromáticas puras, cicloalcano-aromáticos (naftenoaromáticos) e, usualmente, compostos cíclicos de enxofre;
- resinas e asfaltenos, que são componentes policíclicos, de alto peso molecular, compreendendo átomos de nitrogênio, enxofre e oxigênio. Os asfaltenos são insolúveis em alcanos leves e, assim, precipitam com n-hexano. As resinas são mais solúveis, mas também são muito polares e fortemente retidas por sílica gel quando é realizada uma cromatografia líquida, a não ser que um solvente polar seja usado como fase móvel.

Segundo Tomas (2001) o petróleo pode ser dividido nas seguintes classes:

- **Classe parafínica** (75 % ou mais de parafinas): são óleos leves e geralmente de baixa viscosidade. Apresentam teor de resinas e asfaltenos inferior a 10 %.
- **Classe parafino-naftênica** (50-70 % de parafinas, mais de 20 % de naftênicos): de viscosidade e densidade moderadas, apresentam teor de resinas e asfaltenos entre 5 e 15 %.

- **Classe naftênica** (mais de 70 % de naftênicos): originam-se da alteração bioquímica de óleos parafínicos e parafino-naftênicos.
- **Classe aromática intermediária** (50% de hidrocarbonetos aromáticos): são óleos pesados (densidade superior a 850 kg/m^3), contendo 10 a 30 % de asfaltenos.
- **Classe aromático-naftênica** (mais de 35 % de naftênicos): originam-se de processos de degradação de óleos parafínicos e parafino-naftênicos.
- **Classe aromático-asfáltica** (mais de 35 % de asfaltenos e resinas): também oriundos de processos de biodegradação, gerando óleos pesados .

Pelo fato dos campos petrolíferos não serem localizados próximos aos terminais e refinarias de óleo e gás, é necessário o transporte da produção através de embarcações (navios aliviadores, Figura 1.1) ou dutos submarinos (oleodutos e gasodutos, Figura 1.2) até a costa marítima (Transpetro, 2014). Entretanto, o uso de dutos para o bombeamento do petróleo das plataformas até a costa é dificultada à medida que se avança na exploração em águas profundas e ultra profundas. As temperaturas no leito do oceano, as quais estes dutos estão sujeitos são muito baixas, o que prejudica o escoamento do óleo produzido. Outra alternativa é o uso de navios aliviadores que encarecem muito o processo.



Figura 1.1 Navio aliviador (Fonte: TNPETROLEO, 2012).



Figura 1.2 Dutos submarinos (Fonte: Logística Aplicada, 2012).

1.2 Descrição do Problema

A produção de petróleo na costa Brasileira, mais precisamente na Bacia de Campos (RJ) é do tipo parafínico-naftênica (Thomas *et al.* 2001). O óleo parafínico é um óleo leve e de boa qualidade, contudo, a parafina da sua composição pode se cristalizar quando submetida a baixas temperaturas. A cristalização da parafina proporciona aumento da viscosidade do óleo e causa mudanças no comportamento mecânico do óleo. Estes óleos, que apresentam propriedades de um fluido newtoniano a altas temperaturas, apresentam comportamento não newtoniano a baixas temperaturas (Aiyejina *et al.*, 2011). Durante a produção, o petróleo parafínico deixa o poço praticamente na mesma temperatura do reservatório (60 até 130°C), em seguida, é exposto nas linhas de produção à temperatura do fundo do mar, de 4 °C. Devido à longa extensão dos dutos submarinos, o petróleo bruto quente pode ser resfriado por troca térmica e atingir valores de temperatura menores que do ponto de fluidez enquanto é escoado. Paradas da produção podem ocorrer regularmente por razões operacionais e, ocasionalmente, por razões de emergência. Quando o escoamento na tubulação é interrompido, se inicia a formação de um gel composto de cristais de parafina depositados em uma matriz viscosa (Davidson *et al.*, 2004). Para o reinício do escoamento na tubulação, a pressão requerida é superior à pressão normal de funcionamento em regime permanente, devido principalmente à resistência à quebra do gel. O aumento da pressão durante o

reinício do escoamento implica em possível dano à tubulação, ou, se o aumento da pressão for superestimado, tubulações muito robustas seriam necessárias, inviabilizando os projetos.

A busca pela compreensão do problema levou a uma revisão bibliográfica dos principais trabalhos direcionados ao assunto. Para uma melhor compreensão do tema, a apresentação da revisão foi dividida em estudos reológicos, experimentais e teóricos.

1.3 Estudos Reológicos

Buscando um melhor entendimento da reologia de petróleos parafínicos, pesquisadores têm dedicado um longo tempo para compreender como a reologia dos óleos e a formação da estrutura gelificada são influenciadas por diferentes condições impostas ao escoamento.

Os trabalhos disponíveis na literatura buscam compreender de que forma e com que intensidade fatores como: temperatura do óleo, taxas de resfriamento e de cisalhamento e o tempo de repouso antes do reinício do escoamento influenciam as propriedades reológicas e a formação do gel. Como esperado, as pesquisas concluíram que a estrutura gelificada torna-se mais resistente com o decréscimo de temperatura. Os trabalhos realizados por El-Gamal (1998), Webber (2001), Kané *et al.* (2004), Visintin *et al.* (2005), Hasan *et al.* (2010) Lin *et al.* (2011), Ghannam *et al.* (2012) e Andrade *et al.* (2014) mostraram um aumento significativo da viscosidade e da tensão limite de escoamento de óleos parafínicos com o decréscimo da temperatura. E, o aumento destas propriedades é atribuído a cristalização das parafínas às baixas temperaturas Lin *et al.* (2011).

El-Gamal (1998) observou em seu estudo que óleos parafínicos apresentam comportamento newtoniano acima da temperatura de cristalização e não newtoniano abaixo dele. A temperatura de cristalização, no entanto, não é uma constante, pois depende entre outros fatores, da composição química do óleo.

Ronningsen (1992), El-Gamal (1998), Kané *et al.* (2004), Visintin *et al.* (2005) e Lin *et al.* (2011) observaram que as propriedades reológicas também são sensíveis às taxas de resfriamento. Para um resfriamento sem cisalhamento, os resultados obtidos mostraram que a tensão limite de escoamento do óleo se eleva quando a taxa de resfriamento é reduzida ou o período de repouso é aumentado, para uma

mesma temperatura final de teste. Um comportamento oposto foi observado por Webber (2001) para óleos minerais lubrificantes, o autor mostra uma diminuição da tensão limite de escoamento com a diminuição da taxa de resfriamento.

Kané *et al.* (2004), Visintin *et al.* (2008) e Lin *et al.* (2011) observaram que o processo de cisalhamento durante o resfriamento alterou o desenvolvimento da estrutura gelificada e, portanto, as propriedades reológicas do material. Apesar do cisalhamento inibir a formação da estrutura, os cristais voltaram a crescer após o cisalhamento ser interrompido, formando pequenos arranjos. Este processo de crescimento pode levar horas, formando uma estrutura complexa de pequenos cristais. Quando as taxas de cisalhamento são baixas, no entanto, a estrutura é quebrada em grandes blocos, de modo que o tempo de reconstrução é reduzido. Visintin *et al.* (2008) constatou que os cristais se organizam de modo aleatório e pseudo-caótico, podendo ser observado uma ordem interna em uma escala maior. Lin *et al.* (2011) constataram que, para resfriamento com cisalhamento, a tensão limite de escoamento é aumentada com o aumento da taxa de resfriamento

El-Gamal (1998) constatou que a temperatura de cristalização diminui com o aumento da taxa de cisalhamento aplicada a amostra. Nota-se que a viscosidade da amostra quase não é alterada para temperaturas acima da temperatura de cristalização.

Andrade *et al.* (2014) investigaram o efeito da temperatura inicial de resfriamento (30, 45 e 60°C) na viscosidade, na temperatura de gelificação e na tensão limite de escoamento. Observou-se uma temperatura inicial de resfriamento (45°C) onde a viscosidade e a tensão limite de escoamento apresentam um valor máximo. Este comportamento foi observado tanto para resfriamento sem e com cisalhamento. Também foi observado que nesta temperatura inicial de resfriamento ocorre uma temperatura de gelificação máxima.

Buscando melhorar as propriedades reológicas do escoamento de óleos parafínicos, Hasan *et al.* (2010) e Ghannam *et al.* (2012) investigaram métodos para redução da viscosidade de óleos pesados. Ensaios revelaram que, a adição de óleos leves a óleos pesados reduz a viscosidade da mistura. Ghannam *et al.* (2012) observaram que a adição de 10 a 20% em volume de óleo parafínico a óleos pesado leva a uma grande queda da tensão limite de escoamento e elimina o comportamento tixotrópico do óleo pesado.

1.4 Estudos Experimentais

Alguns trabalhos de escoamento de óleos parafínicos usando unidade experimental foram realizados com o objetivo de compreender o comportamento do óleo a baixas temperaturas em tubulações.

Phillips *et al.* (2011), investigaram o encolhimento do óleo durante o resfriamento e os impactos que este encolhimento causa no reinício do escoamento. Observou-se que para cada 10 graus de queda na temperatura testada o óleo encolhe seu volume em torno de 1%. Também é observado o aparecimento de vazios e a queda de pressão na tubulação durante o resfriamento da amostra. O estudo mostra que quanto maior a taxa de resfriamento, maior é o encolhimento da amostra e maior é a queda de pressão na tubulação.

Jemmett *et al.* (2012) investigaram a influência de géis homogêneos e heterogêneos nas pressões no reinício de escoamento. São considerados géis heterogêneos aqueles que apresentam cristais de parafina em sua composição durante a realização do teste. Em geral, os resultados mostram que géis heterogêneos necessitam de menores pressões para o reinício do escoamento do que os homogêneos quando submetidos a mesma temperatura e taxa de resfriamento.

Magda *et al.* (2013) observaram uma redução da pressão na tubulação quando a temperatura passa pelo valor definido como ponto de fluidez. Os pesquisadores concluíram que este comportamento ocorre devido a contração do óleo durante o resfriamento.

Durante o resfriamento pode ocorrer deposição de parafina nas paredes da tubulação. A deposição causa a diminuição do diâmetro da tubulação, dificultando o escoamento e aumentando a pressão no reinício do escoamento. Em busca de compreender como a deposição ocorre, Guozhong e Gang (2010) analisaram a deposição de parafina em um *loop* experimental. A partir da análise do ensaio concluiu-se que, no momento em que a temperatura da parede da tubulação é reduzida, a temperatura do óleo próximo à parede da seção de ensaio diminui rapidamente o que acarreta um rápido aumento da viscosidade do óleo. Além disso, o campo do escoamento na seção de teste distorce devido à diferença radial de temperatura, o que faz com que a pressão diferencial da seção de teste aumente subitamente.

1.5 Modelagem Matemática

Alguns trabalhos de modelagem matemática do reinício do escoamento de óleos parafínicos com quebra de gel foram realizados com o objetivo de compreender melhor o fenômeno. O principal objetivo desses trabalhos era prever a pressão máxima necessária para quebrar o gel e reiniciar o escoamento. Observa-se que nos primeiros trabalhos os modelos não levavam em consideração a compressibilidade do gel e a transitoriedade do escoamento.

Os trabalhos de Sestak *et al.* (1987), Cawkell & Charles (1987), Chang *et al.* (1999) e Davidson *et al.* (2004) consideraram o problema no qual o óleo gelificado preenche inicialmente uma tubulação e é deslocado por outro fluido não gelificado. A interface entre os fluidos foi considerada plana e impermeável, não permitindo assim a mistura entre os fluidos. Os trabalhos de Chang *et al.* (1999) e Sestak *et al.* (1987) desprezaram os efeitos de inércia na equação da conservação da quantidade de movimento, sendo que um equilíbrio entre as forças de pressão e de cisalhamento é verificado em qualquer instante de tempo. A variação temporal do escoamento ocorre apenas em função das mudanças das propriedades reológicas, as quais são dependentes do tempo.

O trabalho de Davidson *et al.* (2004) foi uma evolução em relação ao trabalho de Chang *et al.* (1999), uma vez que inclui o efeito da compressibilidade do fluido gelificado, mas ainda não considera os termos de inércia na conservação da quantidade de movimento. Cawkell & Charles (1987) considera o escoamento como transitório e compressível. Seus resultados, no entanto, parecem pouco precisos, uma vez que as malhas utilizadas para solução das equações são grosseiras.

Vinay *et al.* (2006) apresentaram um modelo bidimensional em regime transitório para simular o reinício do escoamento compressível de um óleo gelificado com comportamento de fluido de Bingham. Em um segundo trabalho, Vinay *et al.* (2007) apresentaram um modelo unidimensional e mostraram que seu modelo unidimensional é mais eficiente que o bidimensional, pois, o tempo de cálculo foi diminuído da ordem de horas e dias para a ordem de segundos e minutos. Visando reduzir o tempo computacional, Wachs *et al.* (2009) desenvolveram um modelo, caracterizado como 1.5D, que mescla o modelo bidimensional com o unidimensional. Neste trabalho, os autores ainda avaliaram os efeitos da compressibilidade e das características tixotrópicas do fluido no reinício do escoamento. Cawkell & Charles

(1987), Chang *et al.* (1999), Davidson *et al.* (2004) e Wachs *et al.* (2009) incluíram em seus modelos uma equação constitutiva para a tixotropia.

Oliveira *et al.* (2007), apresentaram um modelo que contempla o gradual deslocamento de um fluido gelificado por um não gelificado através de um tubo acoplado a um espaço anular. Ambos os fluidos são considerados incompressíveis e são modelados como fluido de Bingham. O fluido de entrada (não gelificado) apresenta tensão limite de escoamento constante, enquanto no gelificado a tensão é variável com o tempo, segundo uma equação proposta por Chang *et al.* (1999). Neste modelo, acompanha-se o deslocamento da interface, calcula-se o tempo necessário para que o fluido gelificado seja totalmente expulso da tubulação. Também calcula-se a pressão em um determinado ponto da tubulação e a variação da vazão volumétrica com o tempo. O escoamento é unidimensional, quase estacionário e não há mudança na direção do escoamento.

Rocha (2007) modelou o reinício da circulação de fluidos de perfuração como unidimensional, compressível e transitório. O fluido foi tratado como fluido de Bingham e o tubo disposto na horizontal. Na modelagem, o termo não linear da equação da conservação da quantidade de movimento e a variação da massa específica ao longo do comprimento do tubo foram desprezados. Efeitos tixotrópicos foram considerados da mesma forma que no modelo de Oliveira *et al.* (2007). Os resultados obtidos se mostraram muito semelhantes aos resultados de Vinay *et al.* (2007) para baixas compressibilidades. O modelo não prevê a interface entre os fluidos, de tal forma que as propriedades do fluido que está sendo injetado na tubulação são iguais às do fluido gelificado na entrada da tubulação.

Em 2009, Rocha *et al.* (2009) apresentaram um modelo que inclui alguns termos negligenciados no trabalho anterior (Rocha, 2007). O modelo considera também os efeitos gravitacionais e foi desenvolvido com base no escoamento através de um espaço anular. Resultados obtidos com este modelo mostraram grande concordância com outros da literatura para escoamento de fluido newtoniano e de Bingham, em uma faixa de compressibilidade maior que a apresentada no trabalho anterior. Outro fato interessante observado foi que os resultados para o escoamento de um fluido tixotrópico, utilizando o modelo apresentado por Chang *et al.* (1999), foram muito similares aos obtidos por Wachs *et al.* (2009) empregando um modelo tixotrópico mais complexo.

Oliveira *et al.* (2010) desenvolveram um modelo matemático para o escoamento compressível e transitório com o objetivo de prever a transmissão de pressão ao longo do poço e os picos de pressão durante o reinício do escoamento de fluidos de perfuração não gelificados. O modelo baseia-se nas equações de conservação da massa e da quantidade de movimento que são resolvidas pelo método das características. O fluido é tratado como fluido não newtoniano de Bingham e os efeitos viscosos são considerados através do conceito de fator de atrito. O modelo permite o estudo da propagação da pressão no reinício da circulação e, a avaliação da intensidade dos picos de pressão na retomada da circulação.

Negrão *et al.* (2011), aprimoraram ainda mais o modelo anterior de Oliveira *et al.* (2010), empregando um modelo tixotrópico que contempla os efeitos elásticos na quebra do gel. Os resultados mostram que os efeitos elásticos têm pouca importância na quebra do gel. Um inconveniente deste modelo é a demanda por malhas temporais e espaciais muito refinadas, o que acaba tornando lento o processo iterativo. Além disso, o modelo tixotrópico utilizado necessita de muitos parâmetros para representar o fenômeno.

Mendes *et al.* (2012) investigaram o reinício do escoamento de óleos gelificados. Especificamente, foi estudado o caso em que um fluido estruturado é deslocado por outro newtoniano, sob a aplicação de uma pressão constante. O modelo utilizado para descrever o reinício é constituído por um escoamento incompressível, unidimensional e isotérmico. É capaz de acomodar qualquer tipo de curva de escoamento, pois não têm correlações com fator de atrito. Além disso, o modelo considera efeitos de pseudoplasticidade, tixotropia e de viscoplasticidade. Os resultados obtidos mostraram que o modelo empregado consegue prever o reinício do escoamento.

1.6 Síntese dos trabalhos

Neste capítulo foi apresentado um problema que pode ocorrer na produção de petróleo: a gelificação de óleos parafínicos a baixas temperaturas. Uma revisão da literatura sobre o estudo da reologia de óleos, estudos experimentais e modelagem matemática do reinício do escoamento de óleos parafínicos, também foi apresentada.

No estudo reológico dos óleos parafínicos, os autores mostraram que a temperatura, a taxa de resfriamento e de cisalhamento e o tempo de repouso tem grande influência nas propriedades mecânicas dos óleos. Os resultados revelam que a viscosidade e a tensão limite de escoamento aumentam com a diminuição da temperatura, com baixas taxas de resfriamento e com o aumento do tempo de repouso.

Os estudos experimentais mostram que ocorre um encolhimento da amostra durante o seu resfriamento em repouso. Este encolhimento da amostra pode gerar queda de pressão dentro da tubulação e o aparecimento de espaços vazios. Em contrapartida, em testes realizados com cisalhamento durante o resfriamento a pressão apresenta um aumento súbito com a diminuição da temperatura. Também foi observado que a resistência do gel é diminuída em géis heterogêneos quando comparado com géis homogêneos.

Os trabalhos voltados à modelagem matemática do reinício do escoamento, avaliaram efeitos de compressibilidade do fluido, transitoriedade do escoamento e inércia do material. Além disso, as equações constitutivas que incluem efeitos de elasto-visco-plasticidade na modelagem da tixotropia.

Da revisão bibliográfica realizada, pode-se concluir que na literatura há uma carência de trabalhos experimentais direcionados a investigação dos parâmetros levantados como importantes na formação do gel e em consequência, na pressão máxima necessária para que ocorra o reinício do escoamento de óleos parafínicos gelificados. Esta carência motivou a realização do presente trabalho, buscando compreender como os parâmetros que influenciam a gelificação podem afetar reinício do escoamento de óleos parafínicos.

1.7 Objetivos

O presente estudo tem como objetivo avaliar experimentalmente o reinício do escoamento de óleos parafínicos gelificados em tubulações. Os efeitos na quebra do gel, das variáveis identificadas na literatura como importantes no processo de gelificação, tais como, temperaturas inicial e final de resfriamento, taxa de resfriamento da amostra, taxa de cisalhamento durante o resfriamento, tempo de repouso após o resfriamento e compressibilidade do fluido são avaliadas.

Para atingir o objetivo proposto, uma unidade experimental que permite o controle das diferentes variáveis de influência no reinício do escoamento foi construída. Duas formas de reinício são avaliadas: i) imposição de vazão constante na entrada da tubulação para verificar a pressão máxima alcançada; ii) imposição de pressão constante na entrada da tubulação para verificar se ocorre escoamento. Estas duas formas equivalem, respectivamente, aos testes de controle de taxa e de tensão de cisalhamento utilizados em reômetros rotacionais.

2 ABORDAGEM EXPERIMENTAL

Neste capítulo, são apresentados alguns critérios considerados no projeto da unidade experimental, seguindo os principais conceitos obtidos com a revisão bibliográfica. Também é apresentado um esquema da unidade experimental e o seu funcionamento. Na sequência é apresentada a caracterização do óleo e os testes realizados para verificar a repetibilidade da bancada. Finalizando, são apresentadas as metodologias experimentais desenvolvidas para promover os testes experimentais, o cálculo das principais incertezas de medição decorrentes da aplicação experimental, além dos testes de verificação realizados para garantir a confiabilidade dos dados obtidos com o arranjo experimental proposto.

2.1 Projeto da unidade experimental

Para atingir o objetivo deste estudo, foi projetado e construído um aparato experimental que permite controlar e mensurar as variáveis operacionais inerentes ao experimento.

Considerando a necessidade de avaliar o efeito da compressibilidade no reinício do escoamento, foi proposta a construção de uma tubulação longa o suficiente, que permitisse avaliar a propagação da onda de pressão durante a quebra do gel. Transdutores de pressão de alta frequência de medição foram instalados ao longo da tubulação com o objetivo de medir variações de pressão durante a propagação da onda de pressão. De maneira a reduzir o espaço ocupado pelo equipamento a tubulação foi confeccionada na forma helicoidal (serpentina). Com o objetivo de controlar a temperatura e a taxa de resfriamento do processo, a serpentina foi instalada dentro de uma câmara isolada termicamente do meio ambiente. A câmara é resfriada utilizando um sistema de refrigeração que permite não só o controle da temperatura, mas também da taxa de resfriamento.

Uma bomba hidráulica que permite o controle de vazão e de pressão foi instalada na entrada da tubulação de modo a impor uma taxa de cisalhamento constante durante o resfriamento bem como durante a quebra do gel.

Estes principais componentes da bancada permitem controlar os diferentes parâmetros identificados como importantes no processo de quebra do gel. A seguir apresenta-se uma descrição mais detalhada da bancada.

2.2 Descrição da Unidade experimental

A unidade experimental construída para execução dos testes e instalada no Centro de Pesquisas em Fluidos Não Newtonianos (CERNN) é composta por três sistemas: O Circuito hidráulico, o Sistema de Medição e Controle e o Sistema de Refrigeração e Aquecimento.

O Circuito hidráulico é composto por duas bombas seringas, uma serpentina, válvulas (V1,V2, ... V8 na Figura 2.1) e dois reservatórios para armazenamento de amostra, um principal e um secundário. Este circuito completo foi instalado no interior uma câmara climatizada com dimensões de 2,34 m de comprimento, 1,42 m de profundidade e 1,38 m de altura, cujas paredes são compostas por placas de poliestireno com espessura de 100 mm. O objetivo da câmara é manter a temperatura do circuito como um todo em uma única temperatura. Dois ventiladores do tipo axial foram instalados no interior da câmara com o objetivo de homogeneizar a temperatura do ar.

As duas bombas seringas, da marca Teledyne ISCO, modelo 500D, são responsáveis pela circulação de óleo no circuito hidráulico, sendo o limite de pressão e de vazão deste equipamento de 0,7 à 258 bar e 0,001 à 204 ml/min, respectivamente. Apresentam precisão de $\pm 0,5\%$ para vazão e pressão, possuem volume morto de $4 \text{ ml} \pm 0,020 \text{ ml}$. As bombas, que trabalham de forma intermitente e o conjunto de válvulas (V1 a V4), são acionadas por um controlador, o qual proporciona um fluxo mássico contínuo à bancada.

As válvulas V1 a V8 são do tipo esfera com conexão roscada, fabricante Swagelok, modelo SS-83PS8-31D. As válvulas V1 e V3 permitem a alimentação das bombas e as válvulas V2 e V4, a alimentação da seção de teste. As válvulas V5 a V8 permitem alternativamente a circulação do óleo pelo reservatório principal e secundário, possibilitando a realização de testes sem e com cisalhamento durante o resfriamento da amostra.

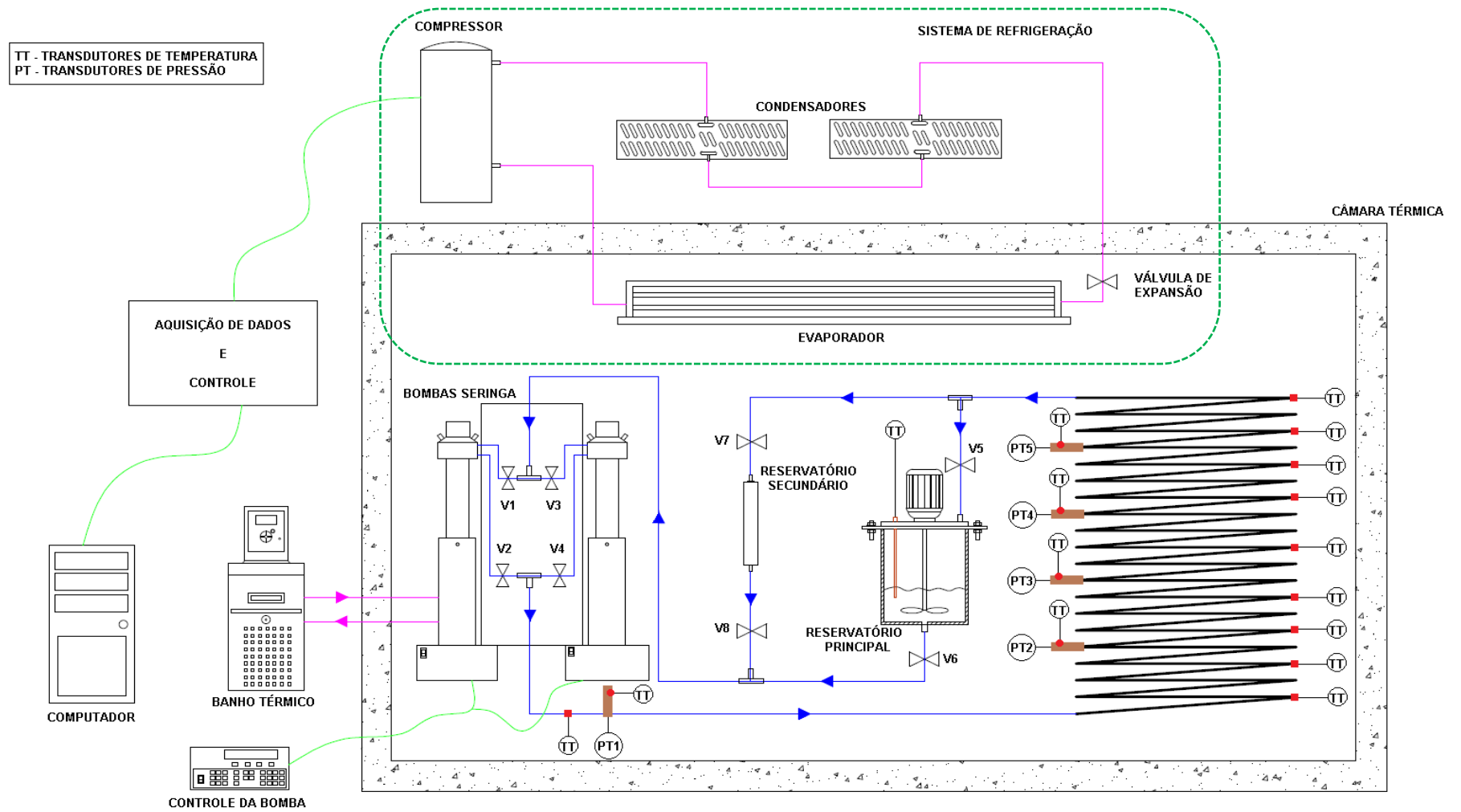


Figura 2.1 Ilustração da unidade experimental instalada no CERNN/UTFPR

Uma tubulação de aço inox 306, diâmetro interno de 10,3 mm, diâmetro externo de 13,3 mm, comprimento 56,6 m e volume interno de aproximadamente 4,30 L, que corresponde ao principal componente da seção de testes, foi construída na forma de um helicóide (serpentina) de 750 mm de diâmetro médio e 752 mm de altura. Cinco tomadas de pressão (PT1, PT2, ... PT5 na Figura 2.1) foram instaladas ao longo da serpentina a uma distância de 11,8 m entre elas, sendo a primeira instalada logo após a saída das bombas e a última a 10 m da saída da serpentina.

O reservatório principal tem por objetivo armazenar todo o conteúdo de óleo utilizado no sistema, manter a temperatura constante da amostra durante todo o teste e prover o óleo para o circuito hidráulico. O reservatório é composto por dois tanques, um interno e um externo. O tanque interno tem capacidade de 12 L, é fechado hermeticamente para preservar as propriedades da amostra e possui um agitador interno com a finalidade de homogeneizar a amostra constantemente. O tanque externo armazena água e funciona como um banho térmico que é utilizado para aquecer ou resfriar indiretamente o óleo no reservatório interno. O aquecimento da água é realizado por resistências elétricas colocadas no interior do tanque externo. A temperatura é controlada por um sistema de refrigeração independente, atuado por um controlador de temperatura. No tanque externo, ainda tem-se a opção de isolamento térmico do interior da bancada por meio de uma manta de cerâmica com espessura de 5 cm.

O banho térmico, fabricante Haake, modelo A25 é utilizado para manter constante a temperatura dos cilindros das bombas (jaqueta) e da tubulação de óleo entre o reservatório principal e as bombas. A água do banho térmico, localizado na parte externa da câmara térmica, circula entre as bombas e as tubulações do óleo por meio de uma tubulação isolada termicamente.

Como as bombas não funcionam de forma contínua - enquanto uma está bombeando, o cilindro da outra está se enchendo - a vazão de sucção é diferente da vazão de descarga e uma vazão constante não pode ser mantida na seção de teste. O reservatório secundário foi então construído para garantir uma vazão constante na seção de teste, como é necessário no resfriamento com cisalhamento.

O Sistema de Medição e Controle tem a finalidade de medir e controlar as variáveis e é composto por: instrumentos de medição (termopares, termoresistores e transdutores de pressão), placas de aquisição, controladores, um computador e banho térmico.

Somente três transdutores de pressão foram instalados nas tomadas de pressão: PT1, PT2 e PT5. Os transdutores de pressão, fabricados pela HBM, modelo P3 Top Class, faixa de operação de 0 a 50 bar, exatidão de 0,15 % do fundo de escala e volume morto de 2,5 mm³ são utilizados para medição da pressão durante os ensaios. Os transdutores de pressão, juntamente com os termopares, foram calibrados por uma empresa com certificado RBC, aprovada pelo INMETRO.

Para medição de temperatura, foram utilizados dez termopares do tipo T, fabricante Omega, modelo SA-1 T, que operam na faixa de - 66 °C à 177 °C, com tempo de resposta de 0,3 s e quatro termoresistores, marca HBM, modelo PT - 3450, que operam na faixa de - 10 à 80 °C e instalados juntamente com os transdutores de pressão.

Os sinais analógicos de pressão e temperatura são coletados por um sistema de aquisição de dados fabricado pela National Instruments, convertidos em sinais digitais e enviados à um computador utilizando um cabo USB 2.0. O sistema de aquisição é composto pelas seguintes placas NI 9213, NI 9217 e NI 9237, juntamente com o Chassi NI cDAQ 9178. A pressão foi medida em uma frequência de 300 amostras por segundo, enquanto que a temperatura em uma frequência de 1 amostra por segundo. Os dados recebidos pelo computador são monitorados utilizando o software LabVIEW.

O Sistema de Refrigeração e Aquecimento tem o objetivo de resfriar e aquecer o ar no interior da câmara térmica e é capaz de manter a temperatura entre -10 °C e 80 °C. O sistema de refrigeração é composto por um evaporador, um compressor, uma válvula de expansão e um condensador.

O evaporador do tipo tubo aletado da marca Thermokey, modelo DFTC54RD com degelo elétrico e com capacidade de 7752 kcal/h na temperatura de evaporação de - 5 °C possui 1680 mm de comprimento, 768 mm de largura e 225 mm de altura e está instalado no interior da câmara térmica. O ar circula no evaporador por meio de cinco ventiladores axiais que succionam o ar pela parte frontal e o distribui pela parte lateral do evaporador.

A unidade condensadora está instalada na parte superior da câmara térmica, possui um compressor com capacidade de 4,81 kW na temperatura de evaporação de - 9,4 °C e temperatura de condensação de 54,4 °C e dois condensadores instalados em série, com capacidade total de 7,03 kW.

O aquecimento é realizado por meio de resistências elétricas com capacidade de 6,6 kw e instaladas na entrada de ar do evaporador.

Um inversor de frequência que recebe informações do programa desenvolvido no software LabVIEW é o responsável por aumentar e diminuir a rotação do compressor, mantendo assim a temperatura constante dentro da câmara térmica e impondo taxas de resfriamento diferentes.

A Figura 2.2 e a Figura 2.3 ilustram a imagem interna e externa da bancada em que foram realizados os testes, respectivamente.

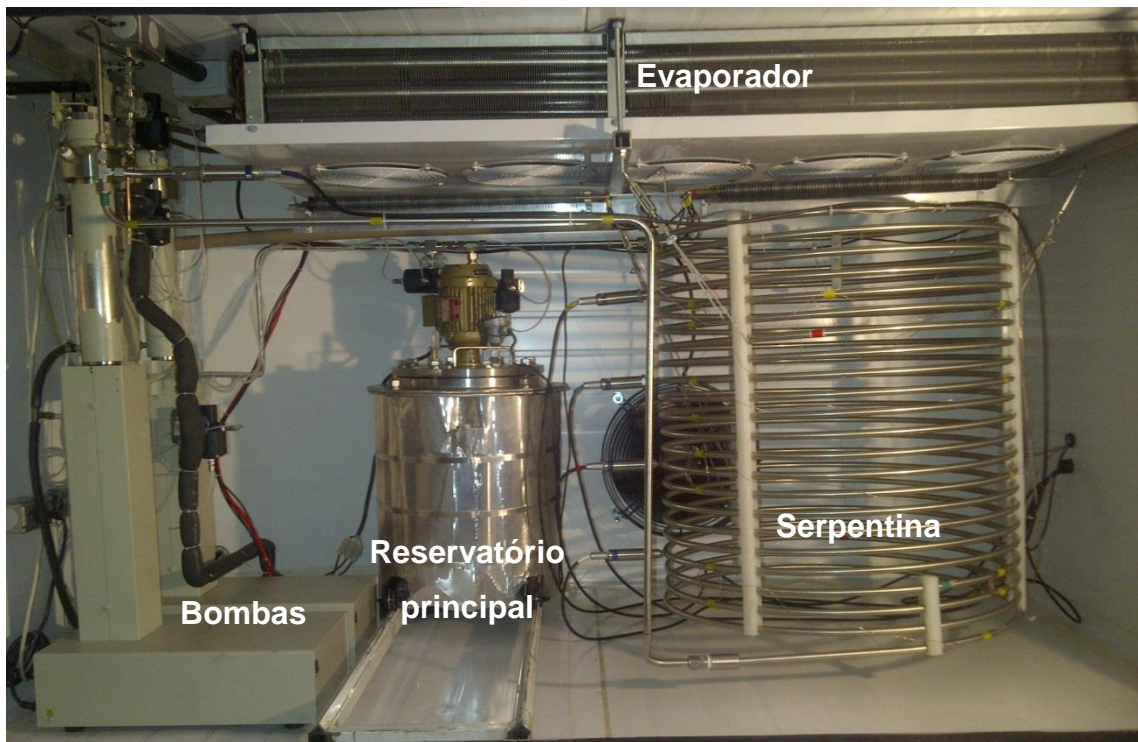


Figura 2.2 Imagem interna da unidade experimental de escoamento de fluido (CERNN/UTFPR)

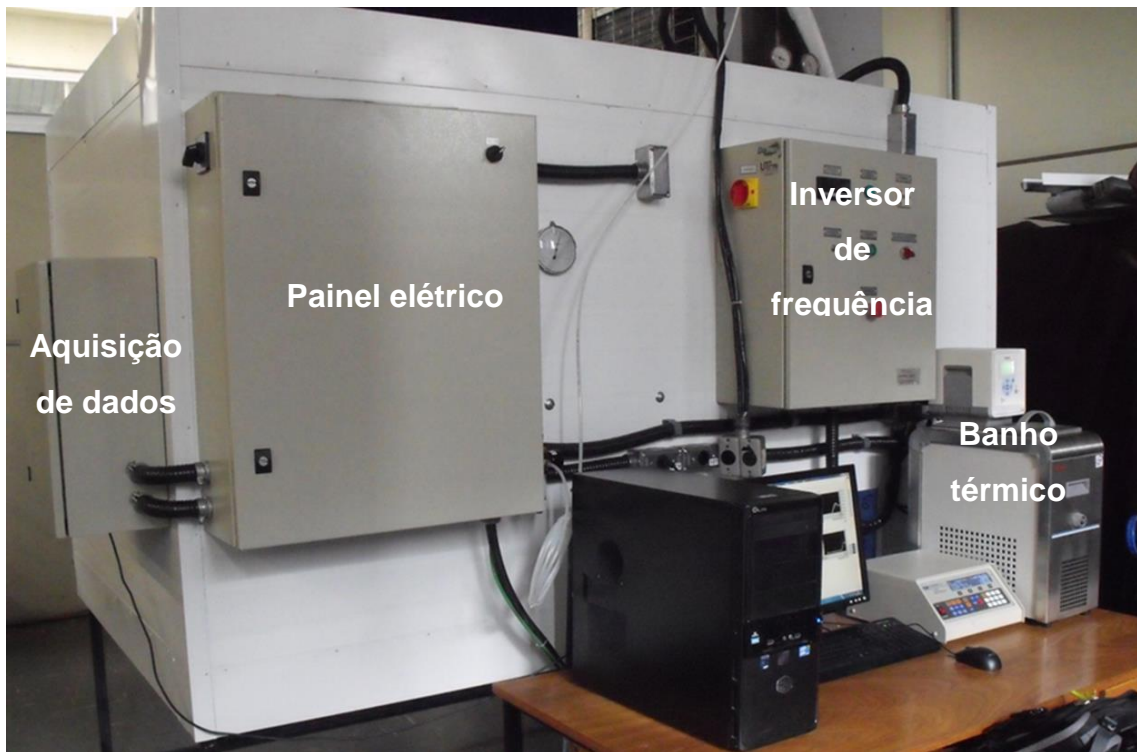


Figura 2.3 Imagem externa da unidade experimental de escoamento de fluido (CERNN /UTFPR)

2.3 Funcionamento do circuito hidráulico

Uma inspeção da bancada se faz necessário antes de iniciar seu funcionamento. Deve-se verificar a pressão do ar (5 a 7 bar) que alimenta as válvulas, inspecionar se todas as conexões estão rosqueadas, circuito hidráulico fechado, bombas e o controle ligado. Na sequência liga-se o banho térmico e o reservatório principal. Feita a inspeção, a porta da bancada deve ser fechada e o computador é ligado. Em seguida, o sistema de refrigeração deve ser acionado e o seu funcionamento observado. Concluída esta etapa, a bancada está pronta para iniciar o experimento.

Primeiramente, uma vazão de óleo deve ser imposta no controlador e o modo de vazão continua deve ser selecionado no painel. Em seguida, o controlador deve ser acionado (run). Na sequência, o óleo a ser testado é succionado do reservatório principal pelas bombas e bombeado para a serpentina. Após todo o volume da serpentina ser preenchido, o óleo retorna para o reservatório principal. As válvulas V1, V2, V3 e V4 são acionadas pelo controlador que é interligado as bombas, possibilitando vazão constante de óleo na serpentina durante a circulação de

amostra. A circulação ocorre de forma contínua até o controlador ser acionado novamente (stop).

O conjunto de válvulas instaladas na tubulação (V5 a V8) permite duas configurações de teste: resfriamento da amostra da temperatura inicial de teste à temperatura final sem cisalhamento e com cisalhamento. Durante o teste sem cisalhamento as válvulas V5 e V6 são mantidas abertas e as válvulas V7 e V8 fechadas e a amostra é mantida em repouso. Em contrapartida, durante o teste com cisalhamento as válvulas (V5 e V6) são mantidas fechadas e as V7 e V8 abertas, e o óleo é succionado do reservatório secundário, bombeado para a serpentina e novamente direcionado para o reservatório secundário. Este circuito é mantido até a amostra ser resfriada da temperatura inicial de teste até a temperatura final.

2.4 Caracterização do petróleo

A amostra de petróleo utilizado na realização dos testes experimentais foi fornecida pela empresa Petrobras. Para obtenção de informações sobre a amostra, foram realizados teste no laboratório LACTEC e CERNN. O laudo referente à análise do LACTEC é encontrado no Apêndice A.

Segundo o certificado de análise DPTM 39618_01/2013 emitido pelo LACTEC, a amostra de óleo utilizado para os testes experimentais apresenta densidade de 874,1 kg/m³ à 20°C e viscosidade de 35,61 cSt, 14,89 cSt e 10,61 cSt à 20, 40 e 60°C, respectivamente. A sua composição carbônica apresenta 28% de compostos aromáticos e 72% de compostos parafínicos e ponto de fluidez de 11 °C.

A fim de investigar a existência de tensão limite de escoamento no óleo parafínico usado na unidade experimental, avaliações reológicas foram solicitadas ao laboratório de reologia do CERNN. Os testes foram realizados em um reômetro da marca Haake, modelo Mars III, sensor tipo placa-placa com superfície ranhurada, diâmetro de 35 mm e espaçamento entre as placas de 1 mm. A metodologia utilizada para a realização dos testes é similar à utilizada na unidade experimental (item 2.6.3). Na primeira etapa, pré-tratamento, toda amostra foi mantida em repouso à 25 °C. Antes de iniciar os ensaios, a amostra foi completamente misturada e uma pequena quantidade foi coletada e colocada no sensor do reômetro à 25 °C, usando uma seringa. O rotor foi baixado para a sua posição de medição e a amostra de óleo aquecida à temperatura inicial de teste. A temperatura foi mantida na temperatura

inicial durante 30 minutos para assegurar uma homogeneização térmica da amostra. Após, a amostra foi resfriada à 4 °C e, em seguida, mantida em repouso por um período determinado, ex: 60 minutos. A taxa de resfriamento empregada foi de 1,2 °C/min. Finalmente, a determinação da tensão limite de escoamento foi realizada usando teste oscilatório com varredura de tensão, com oscilação de 0,5 Hz e amplitude de tensão aumentada gradualmente, $\tau_i = 0,1$ Pa; $\tau_f = 10^4$ Pa (100 pontos por década – distribuição logarítmica) conforme procedimento descrito por Andrade *et al.*

Os testes foram realizados nas temperaturas iniciais de resfriamento de 30, 45 e 60 °C, temperatura final de resfriamento de 4 °C, taxa média de resfriamento de 1,5°C/min e tempos de repouso a 4°C de 10, 60 e 120 minutos.

Os resultados dos testes reométricos, Figura 2.4 mostram que a temperatura inicial de resfriamento influencia significativamente a tensão limite de escoamento. Os resultados mostram que há uma temperatura inicial de resfriamento crítica, 45 °C, que apresenta um valor máximo para a tensão limite de escoamento. Também é observado um acréscimo da tensão limite de escoamento quando o tempo de repouso é aumentado para a mesma temperatura.

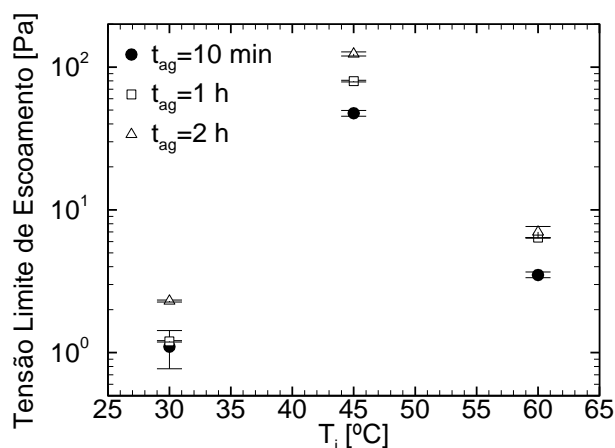


Figura 2.4 Influência da temperatura inicial de resfriamento (Adptado de Andrade et al., 2014)

Um ensaio qualitativo para avaliar o encolhimento da amostra durante o resfriamento também foi realizado. O ensaio consistiu em preencher o volume total de uma proveta graduada de 50 ml, divisão de 1 ml com o petróleo à temperatura de 60 °C. Na sequência, a proveta foi levada a uma câmara térmica a 60 °C e mantida nesta temperatura por 15 min. Posteriormente, a câmara foi resfriada à 4 °C. Após a câmara atingir a temperatura, a amostra foi mantida dentro da câmara por 1 hora. Com a finalização do ensaio, uma redução de 2 ml do volume total, correspondendo

a um encolhimento em torno de 4% da amostra foi observado. A proveta foi mantida fechada durante todo o ensaio.

2.5 Pré-testes

Antes de iniciar os ensaios, alguns testes preliminares foram realizados para verificar a repetibilidade na unidade experimental. Testes para verificar a vazão das bombas e pressão dos transdutores de pressão ao longo da tubulação foram realizados com glicerina bidestilada.

2.5.1 Verificação da vazão

Os testes de verificação de vazão foram realizados usando as bombas no modo de vazão constante, de maneira a avaliar as duas bombas simultaneamente. O ensaio consiste em preencher o volume total de uma proveta graduada de 100 ml, divisão de 1 ml com glicerina à temperatura de 25 °C. Três vazões foram verificadas: 6,44, 64,4 e 128,8 ml/min com três repetições cada. Essas vazões correspondem a taxa de cisalhamento da amostra de $1s^{-1}$, $10s^{-1}$ e $20s^{-1}$. O tempo necessário para preencher a proveta foi medido por um cronômetro e a vazão deslocada pelas bombas calculada. A Tabela 2.1 apresenta as médias das verificações e o desvio absoluto obtido em cada vazão testada. As bombas apresentaram um desvio percentual médio de 0,6. Considerando a precisão no padrão usado para a verificação de 1 % e a precisão das bombas de 0,5 %, conclui-se que as bombas apresentaram boa repetibilidade.

$$\text{Desvio \%} = \frac{(\text{Vazão imposta na bomba} - \text{Vazão medida na bomba})}{\text{Vazão imposta na bomba}} \quad \text{Equation Chapter 2}$$

Tabela 2.1 Verificação da vazão nas bombas.

Vazão imposta na bomba (ml/min)	Vazão medida na bomba (ml/min)	Desvio % da vazão
6,44	6,47	0,59
64,4	64,8	0,6
128,8	128,0	0,6

2.5.2 Verificação da medição de pressão

Testes com vazão constante foram realizados com o intuito de verificar a medição de pressão na bancada. O ensaio consiste em medir a perda de carga na tubulação durante a circulação da glicerina em regime permanente. Os ensaios foram realizados usando três vazões e nove temperaturas diferentes, conforme mostra a Tabela 2.2. Todos os testes foram realizados com três repetições cada. A perda de carga foi medida no primeiro e no último transdutor instalado na serpentina. A viscosidade da glicerina foi calculada a partir dos valores de ΔP obtidos e comparada com dados da glicerina encontrados na literatura². A viscosidade aparente da glicerina foi calculada pela Equação 2.2.

$$\eta = \frac{\Delta P}{L} \frac{D^4}{128Q} \pi \quad (2.2)$$

onde; η é a viscosidade aparente, ΔP é a perda de carga, L é o comprimento da tubulação, D o diâmetro da tubulação e Q a vazão da bomba. A linha de tendência da viscosidade obtida na bancada pode ser calculada pela Equação 2.3

$$\eta = 6359,9e^{-0,095x} \quad (2.3)$$

Na Figura 2.5 são mostrados os valores da viscosidade aparente da glicerina obtidos através da perda de carga medida durante a circulação e os valores obtidos na literatura. Da comparação realizada entre os valores obtidos e os valores da literatura, conclui-se que a bancada apresenta uma boa repetibilidade.

² Viscosity of water taken from "Properties of Ordinary Water-Substance." N.E. Dorsey, p. 184. New York (1940)

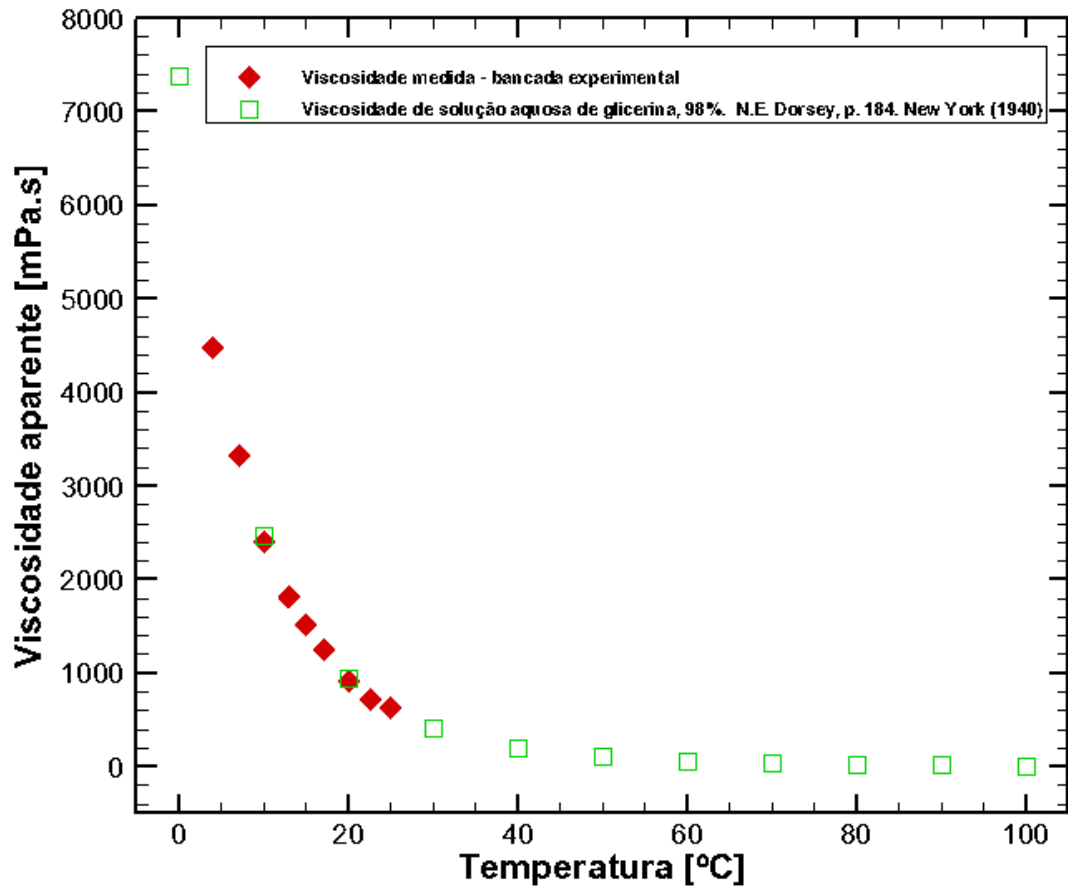


Figura 2.5 Viscosidade aparente da glicerina.

Tabela 2.2 Viscosidade aparente calculada pela perda de carga medida no loop de teste

Vazão imposta na bomba (ml/min.)	Temperatura (°C)	ΔP (bar)	Viscosidade média da glicerina (Pa.s)
32,17	4	3,12	4,46
64,35		6,10	
128,75		12,18	
32,17	7	2,30	3,32
64,35		4,57	
128,75		9,12	
32,17	10	1,67	2,40
64,35		3,30	
128,75		6,53	
32,17	13	1,26	1,81
64,35		2,50	
128,75		4,88	
32,17	15	1,04	1,50
64,35		2,09	
128,75		4,07	
32,17	17	0,85	1,24
64,35		1,73	
128,75		3,41	
32,17	20	0,64	0,91
64,35		2,54	
128,75		4,13	
32,17	22,6	0,50	0,72
64,35		0,99	
128,75		1,98	
32,17	25	0,43	0,63
64,35		0,89	
128,75		1,75	

2.6 Procedimento Experimental

Os testes foram divididos em dois grupos: resfriamento sem cisalhamento e resfriamento com cisalhamento. Possibilitando assim, uma melhor análise dos parâmetros investigados.

Alguns procedimentos experimentais foram testados até se chegar a um que não alterava as propriedades do óleo e mostrava o efeito da tensão limite de escoamento no reinício do escoamento.

A seguir são mostrados os três principais procedimentos testados e os seus resultados.

2.6.1 Procedimento do Teste 1

As etapas deste procedimento foram definidas visando uma representação das etapas que o óleo passa durante seu transporte em oleoduto.

Este procedimento de teste é composto por quatro etapas, como pode ser observado da Figura 2.6.

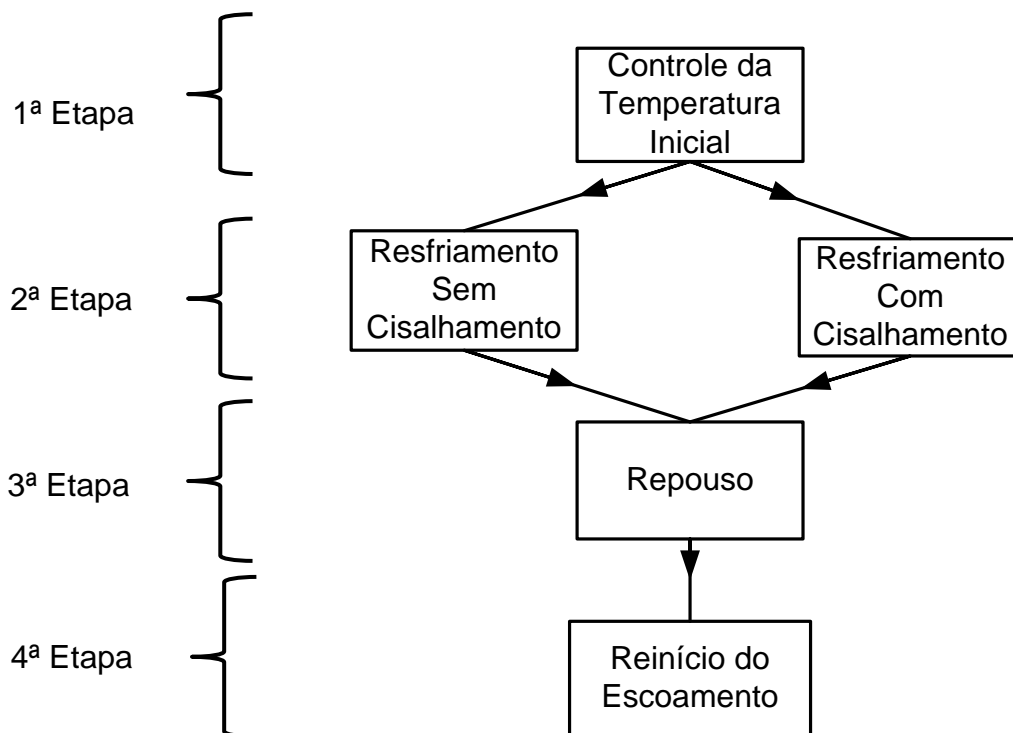


Figura 2.6 Sequência do procedimento 1 adotado na investigação.

Na primeira etapa, com exceção do óleo no reservatório principal, toda a câmara é elevada à temperatura inicial do teste (ex: 30°C). Após a câmara atingir a temperatura inicial se inicia a circulação do fluido na serpentina a uma vazão de óleo constante de 150 ml/min. A circulação do óleo ocorre por um período de 30 minutos.

A segunda etapa inicia com o resfriamento de toda a câmara para a temperatura final de resfriamento (ex: 4 °C). O resfriamento pode ocorrer tanto com

cisalhamento como sem, conforme mostra a Figura 2.6. Para o teste com resfriamento sem cisalhamento, a amostra é resfriada em repouso. Durante o resfriamento com cisalhamento uma vazão é imposta na bomba e, no instante em que a temperatura do óleo atinge a temperatura final do teste, o escoamento é interrompido.

Após o óleo atingir a temperatura final do teste, a amostra é mantida em repouso por um período determinado (ex: 30 minutos). Este tempo de repouso é o período em que a amostra se estrutura antes do reinício do escoamento.

Na quarta e última etapa, o escoamento é reiniciado impondo vazão ou pressão constante nas bombas. Para o teste com vazão constante, a pressão é monitorada durante o reinício do escoamento até sua completa estabilização. Para o teste com pressão constante, a vazão é monitorada durante o reinício. O teste é finalizado quando uma vazão constante se estabelece.

A Figura 2.7 mostra os resultados obtidos nos três primeiros testes realizados utilizando o procedimento 1. Os resultados apresentaram uma tendência crescente da pressão no reinício do escoamento, resultando em uma não repetibilidade. Os resultados apresentados estão dispostos na sequência na qual os testes foram realizados. Um dos motivos para a não repetibilidade dos resultados pode ser em função da metodologia impor históricos térmicos e de cisalhamento diferentes entre os testes devido ao escoamento da amostra na primeira etapa. Buscando criar um histórico térmico e de cisalhamento optou-se pela elaboração do procedimento 2.

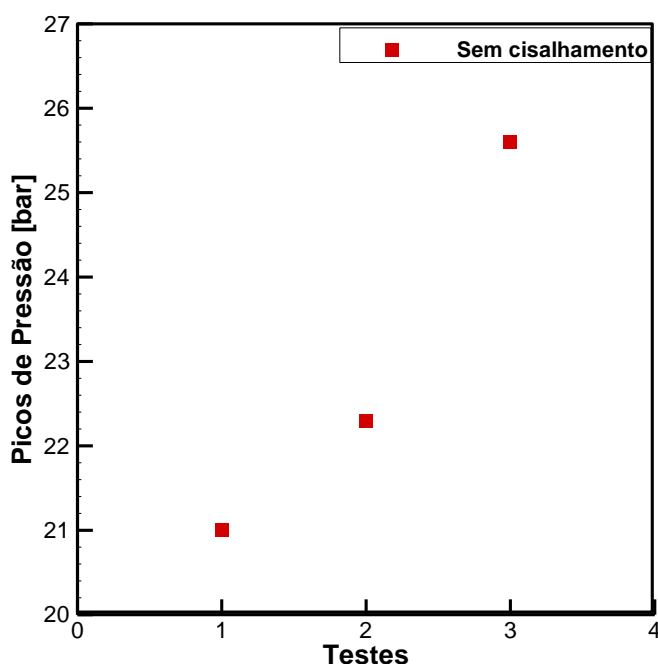


Figura 2.7 Valores de pressão máxima obtidos a partir do procedimento 1 para resfriamento sem cisalhamento.

2.6.2 Procedimento do Teste 2

Este procedimento é composto por cinco etapas, como pode ser observado da Figura 2.8.

Este procedimento se diferencia do primeiro apenas na primeira e segunda etapa. A 3^a, 4^a e 5^a etapas equivalem a 2^a, 3^a e 4^a etapas do procedimento 1, respectivamente. Este procedimento foi estabelecido com o intuito de criar o mesmo histórico térmico e de cisalhamento entre os testes. Assim sendo, serão descritas apenas as duas primeiras etapas.

A primeira etapa, pré-tratamento, é dividida em três sub-etapas: elevação da temperatura para 60 °C, resfriamento sem cisalhamento e repouso de 15 minutos, conforme pode-se observar na Figura 2.8. Na primeira sub-etapa, a temperatura de toda a bancada é elevada à 60°C com óleo circulando a uma vazão constante de 150 ml/min. A bancada é mantida nesta condição por 30 minutos. O óleo no reservatório principal é sempre mantido à 60°C. Na segunda sub-etapa, o escoamento é interrompido e toda a câmara é levada à temperatura de 4 °C. Quando a temperatura atinge 4 °C, o óleo é deixado em repouso por mais 15 minutos. Essa primeira etapa de pré-tratamento é imposta a fim de criar o mesmo histórico térmico e de cisalhamento para todos os testes a serem realizados.

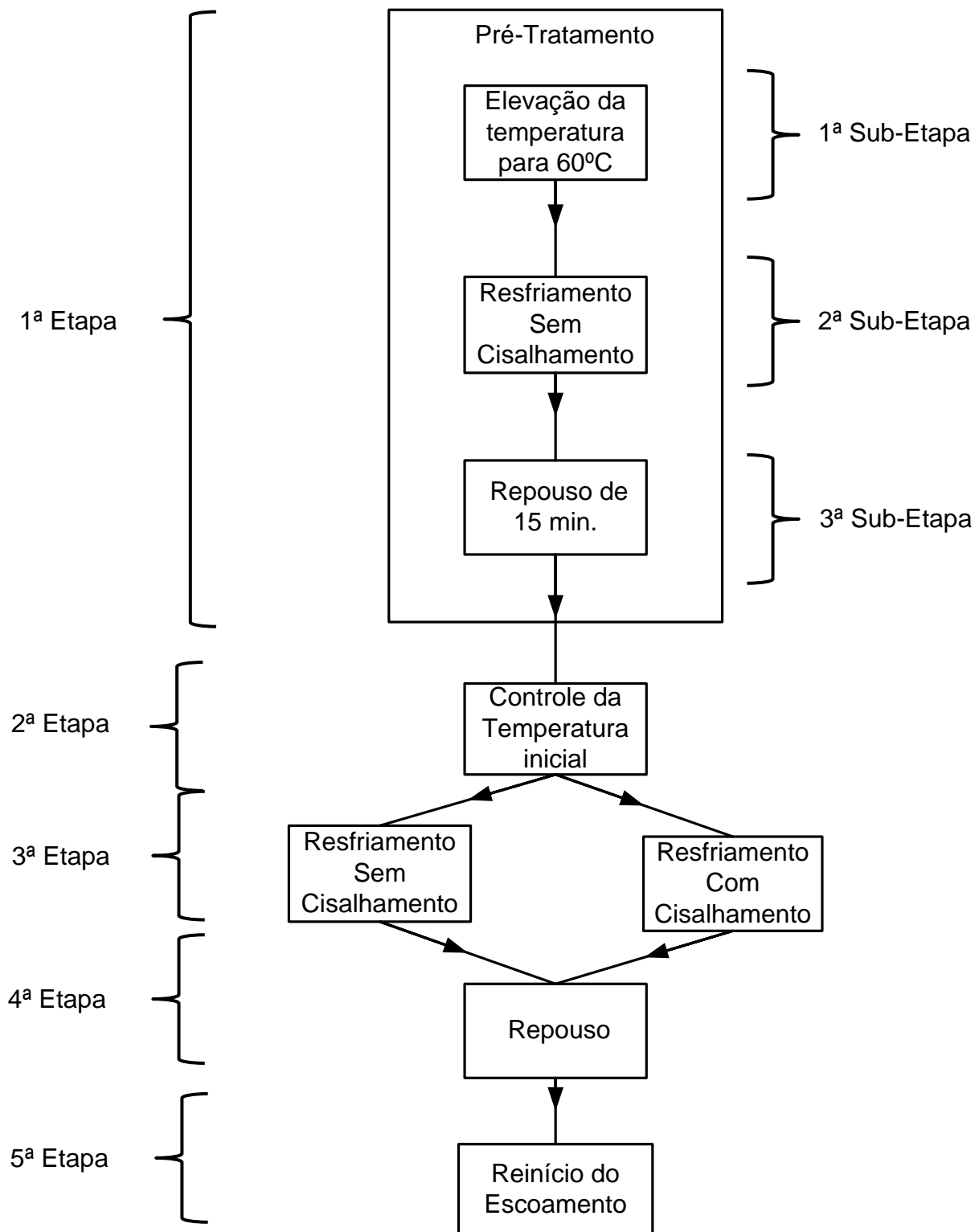


Figura 2.8 Sequência do procedimento 2 adotado na investigação.

A segunda etapa inicia-se elevando a temperatura da câmara ao seu valor inicial de teste (ex: 30 °C) e mantendo-a por um período de 1 hora. O período de uma hora é utilizado para que toda a amostra esteja na temperatura inicial do teste. Nesta etapa, a amostra é sempre mantida em repouso.

Apesar do óleo parafínico utilizado nos ensaios apresentar elevada tensão limite de escoamento medida em testes reométricos (78 Pa), os resultados dos testes realizados usando o procedimento 2 não captaram o efeito desta tensão na pressão necessária para a quebra do gel.

Alguns resultados obtidos com essa metodologia são apresentados na Figura 2.9. Como podem ser observadas, as pressões apresentaram uma acentuada queda durante o reinício do escoamento para valores de vazões mais elevadas.

Na Figura 2.9 não são apresentados os desvios percentuais em relação à média dos testes, no entanto, os desvios chegaram a atingir valores superiores a 10%. Alguns testes chegaram a não apresentar o pico de pressão. E, alguns apresentaram uma queda de pressão do reinício do escoamento, como pode ser observado na Figura 2.10. Portanto, chegou-se a conclusão que a metodologia estava alterando o histórico do óleo, impossibilitando a obtenção de resultados condizentes com os encontrados em testes reométricos. Esta condição levou a elaboração de um terceiro procedimento.

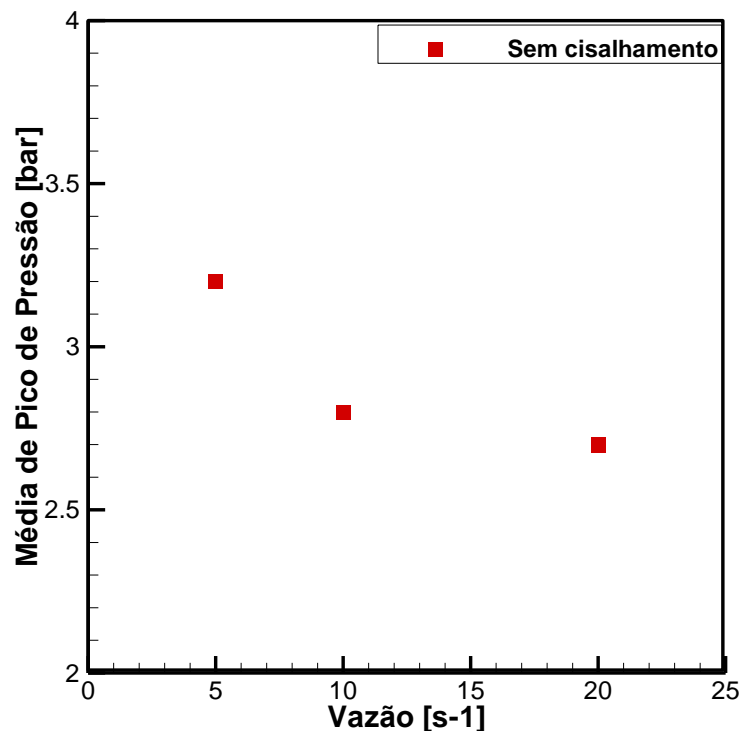


Figura 2.9 Média dos resultados usando o procedimento 2.

A maioria dos ensaios realizados apresentaram uma queda de pressão no instante em que a bomba foi ligada para reiniciar o escoamento. A queda de pressão pode ser visualizada na Figura 2.10 (a). O primeiro transdutor sofre a maior queda

de pressão, seguido pelo segundo. O último transdutor instalado próximo ao término da seção de teste não sofre tanto a ação da queda de pressão como mostra a Figura 2.10 (b).

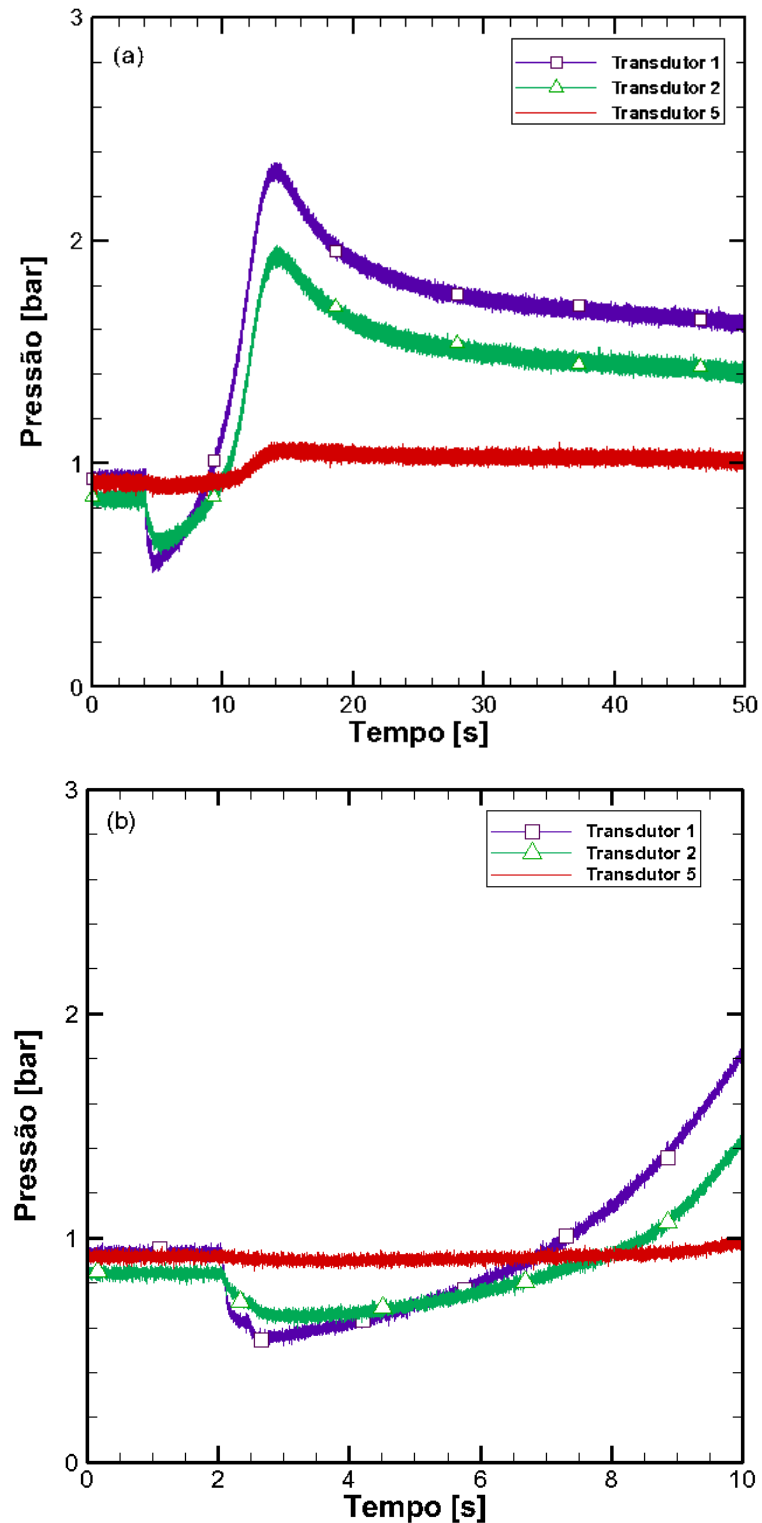


Figura 2.10 (a) Variação de pressão nos transdutores (b) Detalhe da variação de pressão.

2.6.3 Procedimento do Teste 3.

Como os dois procedimentos anteriores não apresentaram resultados satisfatórios, houve a necessidade de elaborar um novo procedimento. Neste novo procedimento, foi modificada a etapa de pré-tratamento. Esta modificação é imposta a fim de criar o mesmo histórico térmico e de cisalhamento para todos os testes realizados, mas principalmente, não alterar as propriedades reológicas da amostra.

Este novo procedimento do teste é composto por cinco etapas, como pode ser observado na Figura 2.11.

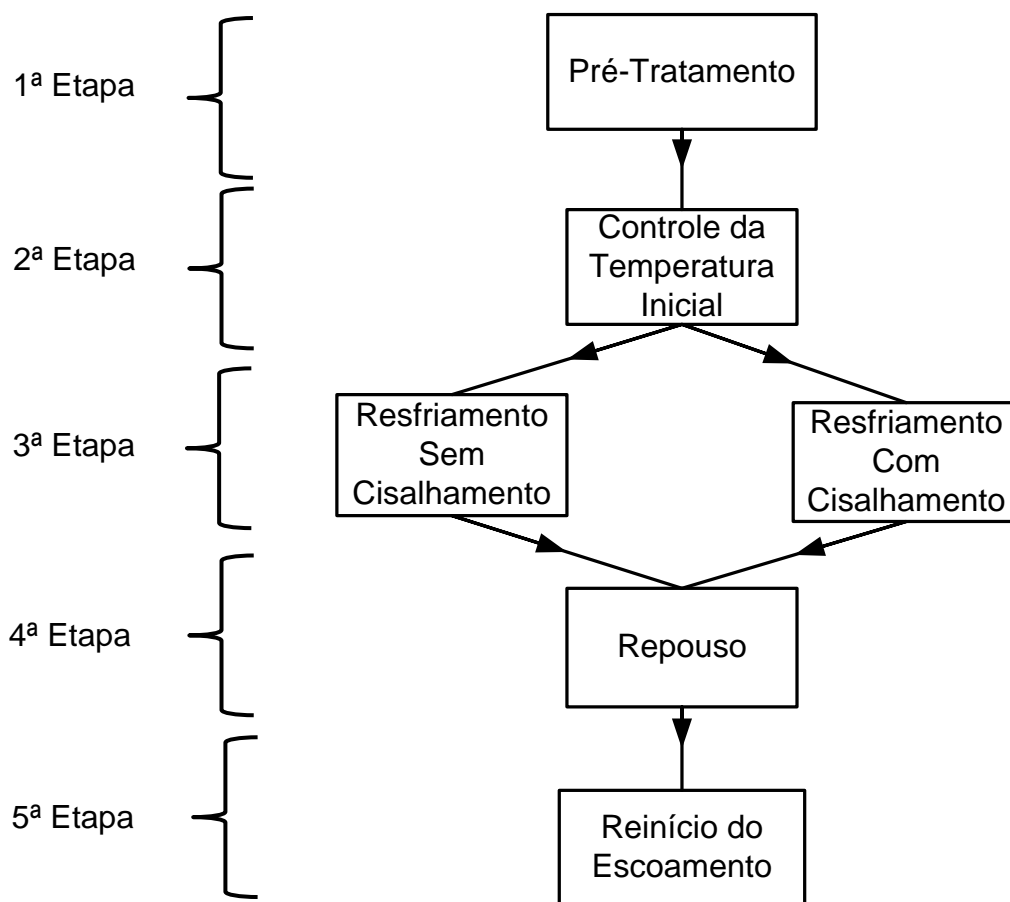


Figura 2.11 Sequência do procedimento 3 adotado para determinação da pressão máxima necessária em função dos parâmetros investigados no loop experimental.

Este novo procedimento chamado de procedimento 3 se diferencia do procedimento 2 em relação a temperatura em que o óleo é mantido no reservatório e em relação a primeira etapa. A 2ª, 3ª, 4ª e 5ª etapas são equivalentes. No entanto, todo o procedimento será apresentado para uma melhor interpretação das etapas.

Na primeira etapa, pré-tratamento, toda a câmara é elevada à temperatura de 25 °C. Após a câmara atingir a temperatura se inicia a circulação da amostra na serpentina a uma vazão de óleo constante de 150 ml/min. A circulação do óleo ocorre por um período de 30 minutos. Neste procedimento, o óleo no reservatório é sempre mantido à 25 °C. Esta etapa visa criar o mesmo histórico térmico e de cisalhamento para todos os testes.

A segunda etapa inicia-se elevando a temperatura da câmara ao seu valor inicial de teste (ex: 30 °C) e mantendo-a por um período de 1 hora. O período de uma hora é utilizado para que toda a amostra esteja na temperatura inicial do teste. Nesta etapa, a amostra é sempre mantida em repouso.

O resfriamento de toda a câmara para a temperatura final de resfriamento (ex: 4 °C) marca o início da terceira etapa. O resfriamento pode ocorrer tanto com cisalhamento quanto sem, conforme mostra a Figura 2.11. Para o teste sem cisalhamento durante o resfriamento, a amostra é mantida em repouso. Já para o teste com cisalhamento, uma vazão é imposta na bomba durante o resfriamento. E, no instante em que a temperatura do óleo atinge a temperatura final do teste, o escoamento é interrompido.

Após o óleo atingir a temperatura final do teste, a amostra é mantida em repouso por um período determinado (ex: 30 minutos). Este tempo de repouso é o período em que a amostra se estrutura antes do reinício do escoamento.

Na quinta e última etapa, o escoamento é reiniciado impondo vazão ou pressão constante nas bombas. Para o teste com vazão constante, a pressão é monitorada durante o reinício do escoamento até sua estabilização. Para o teste com pressão constante, a vazão é monitorada durante o reinício. O teste é finalizado quando uma vazão constante se estabelece.

2.7 Análise Estatística

Esta seção tem por objetivo a análise dos resultados obtidos durante a investigação das variáveis estabelecidas como importantes na formação do gel e no reinício do escoamento. Para isso, uma análise de variância foi realizada com o intuito de verificar se as médias dos picos de pressão obtidos durante o reinício do escoamento apresentam diferenças significativas entre si.

2.7.1 Análise de Variância

A análise de variância, comumente chamada de ANOVA é um teste estatístico que visa fundamentalmente verificar se existe uma diferença significativa entre as médias obtidas e se os fatores que as geram apresentam algum efeito simultâneo em alguma variável dependente. Como exemplo de fator tem-se, a temperatura inicial do teste e o cisalhamento durante o resfriamento e como variável dependente tem-se a pressão no reinício do escoamento. Os fatores podem ser de origem qualitativa ou quantitativa, mas a variável dependente necessariamente deverá ser contínua.

Assim, se houver dois fatores A e B, temperatura inicial do teste e cisalhamento durante o resfriamento, respectivamente, com *a* níveis do factor de A e *b* níveis do fator B, cada análise deve conter todas as *ab* combinações. Como exemplo dos *a* níveis do fator A, pode-se citar as temperaturas investigadas, 25, 30, 45 e 60 °C e para os *b* níveis do fator B tem-se os testes sem e com cisalhamento durante o resfriamento.

Os efeitos de um fator são definidos como a mudança na resposta, produzida por uma mudança do nível do fator. Uma interação entre os fatores A e B existe se o efeito do fator A for dependente do nível do fator B.

As definições a seguir são necessárias para o desenvolvimento do procedimento ANOVA de um e dois fatores.

Onde,

r é o número de níveis do fator A,

c é o número de níveis do fator B,

n' é o número de valores (réplicas) para cada célula (combinação de um determinado nível do fator A e um determinado nível do fator B),

n é o número de valores em todo o experimento (em que $n = rcn'$),

gl é o grau de liberdade. Entende-se por grau de liberdade o número de resultados menos o número de informações da amostra que é necessário para o cálculo dos valores esperados.

X_{ijk} é o valor da *k*-ésima observação para o nível *i* do fator A e para o nível *j* do fator B.

Ao dividir a variação total em diferentes fontes de variação leva-se em consideração um possível efeito de interação, tanto para o fator A, quanto para o

fator B e para o erro aleatório. Para isso, a variação total (*STQ*) é subdividida entre a soma dos quadrados decorrentes do fator A (*SQA*), a soma dos quadrados decorrentes do fator B (*SQB*) a soma dos quadrados decorrentes do efeito da interação do fator A com o fator B (*SQAB*) e a soma dos quadrados decorrentes da variação aleatória (*SQR*). Essa decomposição da variação total é apresentada na Figura 2.12.

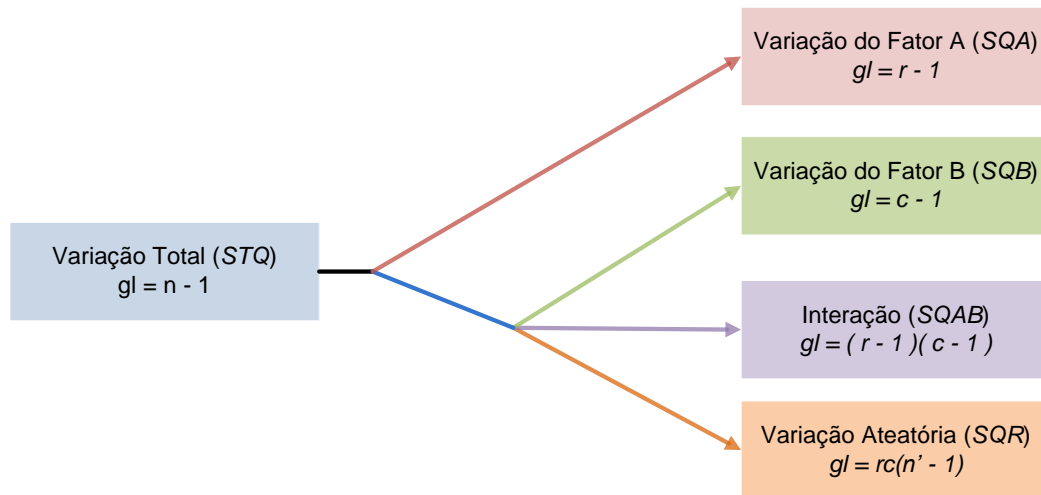


Figura 2.12 Esquemática da variação total em um modelo fatorial de dois fatores

A Tabela 2.3 apresenta as equações utilizadas na análise da ANOVA de dois fatores.

Tabela 2.3 Tabela de análise da variância para o modelo fatorial de dois fatores

Fonte	Graus de liberdade	Somas dos Quadrados	Média dos Quadrados (Variância)	F
A	$r - 1$	<i>SQA</i>	$MQA = \frac{SQA}{r - 1}$	$F_{estat} = \frac{MQA}{MQR}$
B	$c - 1$	<i>SQB</i>	$MQB = \frac{SQB}{c - 1}$	$F_{estat} = \frac{MQB}{MQR}$
AB	$(r - 1)(c - 1)$	<i>SQAB</i>	$MQAB = \frac{SQAB}{(r - 1)(c - 1)}$	$F_{estat} = \frac{MQAB}{MQR}$
Erro	$rc(n' - 1)$	<i>SQR</i>	$MQR = \frac{SQR}{rc(n' - 1)}$	
Total	$n - 1$	<i>STQ</i>		

Para interpretar os resultados, inicia-se testando um efeito de interação entre o fator A e o fator B. Se o efeito da interação for significativo, análises posteriores se concentrarão nesta interação. Se o efeito da interação não for significativo, a

atenção deve ser direcionada para os efeitos principais – potenciais diferenças nos fatores A e B.

Ao utilizar nível de significância de 0,05 para determinar se existe efeito de interação, rejeita-se a hipótese de nenhuma interação entre fator A e B caso o $F_{estat} > F_{crítico}$ ou $(valor-P) < 0,05$. A existência desse efeito de interação complica a interpretação dos testes de hipóteses com relação aos efeitos principais. O efeito da interação pode anular os efeitos principais do fator A e fator B. Neste caso aconselha-se a realização da análise da ANOVA de fator único.

Para o caso de $F_{estat} < F_{crítico}$ não se rejeita a hipóteses de nenhuma interação. Entretanto, conclui-se que não existem evidências suficientes de um efeito de interação entre o fator A e o fator B. Neste caso concentra-se nos efeitos principais.

Ao utilizar o nível de significância de 0,05 e testar em relação ao fator A ou ao fator B, rejeita-se a hipótese de médias iguais se $F_{estat} > F_{crítico}$, e conclui-se que existem evidências suficientes de uma diferença entre o fator testado em termos da média aritmética. Para o caso de $F_{estat} < F_{crítico}$ não se rejeita a hipótese de médias iguais. Entretanto, conclui-se que não existem evidências suficientes de uma diferença em termos da média aritmética para o fator testado.

A análise de variância mostra se há diferença entre os grupos analisados, no entanto, não se podem enumerar quais grupos apresentaram diferenças. Isto é, se os resultados da ANOVA são positivos no sentido de que eles afirmam que há uma diferença significativa entre os grupos, eles deixam a desejar em relação a qual dos grupos as amostras diferiram significativamente. Para complementar a ANOVA, é necessária a realização de um teste de comparação. Para este trabalho foi optado pelo teste de Tukey.

O teste de Tukey é um teste de múltiplas comparações, ele é realizado após uma análise de variância. Para manter a integridade dos resultados, não deve se realizar o teste de Tukey a menos que uma análise de variância tenha sido realizada.

O objetivo do teste de Tukey é determinar quais os grupos da amostra apresentaram diferença. O teste funciona através da definição de um intervalo crítico. Este valor é o número que atua como uma diferença entre os dois grupos. É calculado pela Equação (2.4) para o fator A e pela Equação (2.5) para o fator B:

$$IC = Q_{\alpha} \sqrt{\frac{MQR}{cn'}} \quad (2.4)$$

$$IC = Q_{\alpha} \sqrt{\frac{MQR}{rn'}} \quad (2.5)$$

onde, IC é o Intervalo Crítico, Q_{α} corresponde ao valor crítico da cauda superior, a partir de uma distribuição de intervalos de Student, com r e $rc(n' - 1)$ graus de liberdade, r = número de níveis do fator A, c é o número de níveis do fator B, n' é o número de valores (réplicas) para cada célula (combinação de um determinado nível do fator A e um determinado nível do fator B).

Após cálculo do valor do intervalo crítico a análise é finalizada comparando o resultado obtido com a diferença das médias obtidas na ANOVA.

Para os resultados que apresentam valores menores que os valores do intervalo crítico, conclui-se que não existe diferença estatística entre as médias. Para os resultados que apresentam valores maiores que os encontrados no intervalo crítico afirma-se que as médias são estatisticamente diferentes.

Neste estudo foi usada análise de variância com um e dois fatores. A análise com dois fatores foi usada nos seguintes testes: Investigação da temperatura inicial de resfriamento sem e com cisalhamento, temperatura final de resfriamento sem cisalhamento, temperatura do óleo com cisalhamento, tempo de repouso sem e com cisalhamento, vazão de reinício sem e com cisalhamento. Para os demais foi usada a análise de variância com um fator: Efeito da taxa de cisalhamento durante o resfriamento e efeito da pressurização no reinício do escoamento.

A análise estatística realizada mostra que apenas no teste que investiga a influência do tempo de repouso no pico de pressão têm-se médias estatisticamente iguais. Os picos de pressão são iguais para o teste realizado sem cisalhamento nos tempos de 10 e 120 minutos. Para todos os demais testes, apesar de nem sempre ficar muito claro nas figuras, todos os resultados são estatisticamente diferentes.

2.7.2 Análise das Incertezas

O cálculo das incertezas das medidas experimentais realizadas na bancada foi baseada no guia para a expressão de incerteza de medição, (GUM, 2008).

A incerteza de medição é um parâmetro que acompanha o resultado de uma medição e é caracterizada por uma dispersão de valores que podem ser atribuídos

ao mensurando. O parâmetro pode ser um desvio-padrão (ou um múltiplo dele), ou a metade de um intervalo correspondente a um nível da confiança estabelecido.

A incerteza de medição é dividida em dois grupos: do Tipo A e Tipo B. Ambos os tipos de avaliação são baseados em distribuições de probabilidade e os componentes de incerteza resultantes de cada tipo são quantificados por variâncias ou desvios-padrão.

A incerteza do Tipo A é obtido estatisticamente, a partir de um conjunto de medidas realizadas repetidas vezes, onde se considera que as incertezas assumem a distribuição de probabilidade normal.

Supondo que uma variável q representa os efeitos de uma fonte de incertezas sobre o resultado da medição. O desvio padrão experimental desta variável q é determinada a partir de n valores obtidos independentemente para a variável, isto é, q_k (onde, $k = 1, 2, \dots, n$). Assim, a média aritmética das q variável pode ser expressa como:

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (2.6)$$

O desvio padrão experimental (s) da variável q é estimada como;

$$s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2}{n-1}} \quad (2.7)$$

Esta estimativa do desvio padrão experimental $s(q)$ caracteriza a variabilidade dos q_k valores observados. Se n medições são feitas e o seu valor médio é utilizado para o cálculo dos resultados da medição, a incerteza padrão corresponde ao desvio padrão da média das medidas de n multiplicado pelo coeficiente de Student, portanto, a incerteza é calculada como:

$$u(q) = s(\bar{q}) = \frac{s(q)}{\sqrt{n}}(t) \quad (2.8)$$

Para os ensaios realizados neste trabalho a incerteza média de medição é de $\pm 1,40\%$.

No Apêndice B são apresentados os resultados obtidos nos testes e o calculo das incertezas.

3 RESULTADOS

Neste capítulo, é apresentada a grade de testes experimentais utilizada no estudo, seguido da caracterização do óleo utilizado nos testes. Na sequência, é realizada a descrição do pico de pressão encontrado no reinício do escoamento. Finalizando, são apresentados os resultados obtidos nos testes experimentais e uma análise entre os testes de resfriamento sem cisalhamento e os testes de resfriamento com cisalhamento.

3.1 Definição dos parâmetros

Buscando investigar a influência da temperatura, da taxa de resfriamento, taxa de cisalhamento, tempo de repouso e da vazão no pico de pressão durante o reinício do escoamento, foram definidas as faixas de operação dos testes experimentais. Os valores são representativos da área de produção de petróleo. Na Tabela 3.1, são apresentadas às condições nas quais foram realizados os testes na unidade experimental instalada no CERNN/UTFPR.

Tabela 3.1 Parâmetros estudados na influência da pressão máxima necessária para que ocorra o reinício do escoamento

Temperatura inicial do resfriamento	25°C	30°C	45°C	60°C
Temperatura final do resfriamento	0°C	4°C	10°C	
Temperatura do óleo no reinício do escoamento	4°C	25°C		
Taxa de resfriamento	0,75°C/min.	1,2°C		
Taxa de cisalhamento durante o resfriamento	10s ⁻¹	5s⁻¹	1s ⁻¹	Sem Cisalhamento
Tempo de repouso	120 min	60 min	10 min	0 min
Vazão de quebra	128,8 ml/min.	64,4 ml/min.	32,2 ml/min.	6,44 ml/min.

A segunda coluna, grifada em negrito, apresenta a condição de referência, ou seja, cada parâmetro da Tabela 3.1 foi avaliado mantendo os demais constantes nesta condição.

Inicialmente, foram selecionadas três temperaturas iniciais para investigação, 30 °C, 45 °C e 60 °C, estes valores foram escolhidos por serem representativos dos testes realizados por Andrade *et al.* (2014). 60 °C é a temperatura média característica dos reservatórios de petróleo, 30 °C representa a temperatura ambiente na plataforma durante a produção e 45 °C é um valor intermediário para auxiliar na investigação. Ao fim da realização dos testes, mais uma temperatura foi incluída, 25 °C. Esta temperatura foi inserida para verificar a tendência dos resultados que são discutidos na seção 3.4. Visando diminuir a quantidade de teste optou-se por utilizar apenas uma temperatura final de resfriamento, 4 °C, temperatura do fundo do mar. Com a finalização dos testes, optou-se por inserir mais duas temperaturas finais, 0 °C e 10 °C.

As taxas de resfriamento ficaram limitadas à configuração da bancada, uma vez que não é possível impor taxas de resfriamento constantes. As limitações possibilitaram a utilização de apenas duas taxas média de resfriamento: resfriamento rápido (1,2 °/min) e resfriamento lento (0,75 °/min). A Tabela 3.2 apresenta os valores das taxas de resfriamento.

Tabela 3.2 Taxas de resfriamento.

Temperatura	Taxa de resfriamento rápido	Taxa média de resfriamento rápido	Temperatura	Taxa de resfriamento lento	Taxa média de resfriamento lento
Temperatura inicial, 30°C até 13,5°C	1,7°C/min	1,2°C/min	Temperatura inicial, 30°C até 14,5°C	0,9°C/min	0,75°C/min
De 13,5°C até 7,3°C	1,4°C/min		De 14,5°C até 8°C	0,75°C/min	
De 7,3°C até 4°C	1,1°C/min		De 8°C até 4°C	0,5°C/min	

Para testes com cisalhamento durante o resfriamento, foram definidas três taxas de cisalhamento, 0s⁻¹ (sem cisalhamento), 1s⁻¹, 5s⁻¹ e 10s⁻¹. As taxas de cisalhamento foram definidas considerando a amostra um fluido newtoniano, conforme equação 3.36. Dessa forma, a vazão do escoamento foi definida e atribuída ao controlador da bomba durante a realização do teste.

$$\dot{\gamma} = \frac{32Q}{\pi D^3} \text{ Equation Chapter (Next) Section 1(3.1)}$$

onde: $\dot{\gamma}$ é a taxa média de cisalhamento, Q é vazão do escoamento, D o diâmetro da tubulação.

Inicialmente, foram definidos quatro períodos de repouso: sem repouso (0 minuto), 10 minutos, 60 minutos e 120 minutos. Esses períodos de tempo foram determinados para investigar quanto tempo o óleo necessita para se estruturar e se comportar como um fluido viscoplastico. Quatro vazões da bomba foram definidas para o reinício do escoamento, 6,44, 32,2, 64,4 e 128,8 ml/min.

Resumindo, foram selecionadas quatro temperaturas iniciais, três temperaturas finais de resfriamento, duas taxas de resfriamento, quatro taxas de cisalhamento, quatro tempos de repouso, duas temperaturas de óleo para o reinício e quatro vazões para o reinício de escoamento.

3.2 Descrição do Pico de Pressão

Os testes realizados impondo uma vazão constante na bomba apresentaram variação de pressão com características muito parecidas.

A Figura 3.1 representa o reinício do escoamento para um ensaio realizado com temperatura inicial e final de resfriamento de 30 °C e 4 °C, respectivamente, resfriamento sem cisalhamento, repouso de uma hora e vazão constante na bomba de 64,35ml/min. A curva que apresenta os valores mais altos de pressão corresponde à resposta do primeiro transdutor de pressão localizado logo após a saída das bombas. A resposta do segundo transdutor, localizado 11,2 metros após o primeiro é representada pela curva intermediária. O último transdutor, representado pela curva com valores mais baixos está instalado 10 metros antes da saída da serpentina.

Observe que as três curvas apresentam comportamento semelhantes, ou seja, a pressão cresce abruptamente até atingir um valor máximo e depois cai continuamente, tendendo ao regime permanente. Os valores máximos de pressão observados nos transdutores 1, 2 e 5 foram respectivamente, 12,85, 9,96 e 2,45 bar. A pressão mensurada no primeiro transdutor corresponde a uma tensão de escoamento em torno de 58 Pa e foi calculado usando a Equação 3.37.

$$\tau_w = \frac{\Delta P D}{4 L} \quad (3.2)$$

Onde: τ_w é a tensão de escoamento na parede, ΔP é a perda de carga na tubulação, L é o comprimento da tubulação, D o diâmetro da tubulação.

O comportamento das curvas pode ser dividido em três etapas. Na primeira etapa, ocorre um crescimento contínuo da pressão após a bomba ser ligada. Entretanto, as variações não se iniciam no mesmo instante de tempo nos três transdutores. A variação de pressão no primeiro transdutor ocorre logo após o início da operação da bomba. No segundo transdutor esta variação inicial ocorre 6 s após o primeiro, enquanto que o último, 6 s após o segundo. O atraso na resposta dos últimos transdutores em relação aos primeiros é devido à compressibilidade do óleo e ao processo de quebra do gel ao longo da tubulação. Lembrando que o encolhimento da amostra durante o resfriamento deve levar ao aparecimento de vazios na tubulação o que aumenta a compressibilidade da amostra como um todo.

Na segunda etapa, a pressão dos três transdutores atinge um valor máximo (pico). Note que os três picos ocorrem praticamente no mesmo instante de tempo. Portanto, conforme a amostra vai sendo comprimida o gel vai sendo quebrado e a pressão vai sendo transmitida conforme ocorre a quebra do gel. Note ainda que, após a pressão começar a variar, a resposta do último transdutor é mais rápida que a do segundo que é mais rápida que a do primeiro. Entende-se que no instante do pico, o gel é desestruturado ao longo da tubulação. Na terceira etapa, o óleo inicialmente gelificado vai sendo expulso da tubulação e o escoamento vai tendendo ao regime permanente. Com vazão de 64,35 ml/min. o óleo demora em torno de 1,22 h para ser totalmente expulso da tubulação.

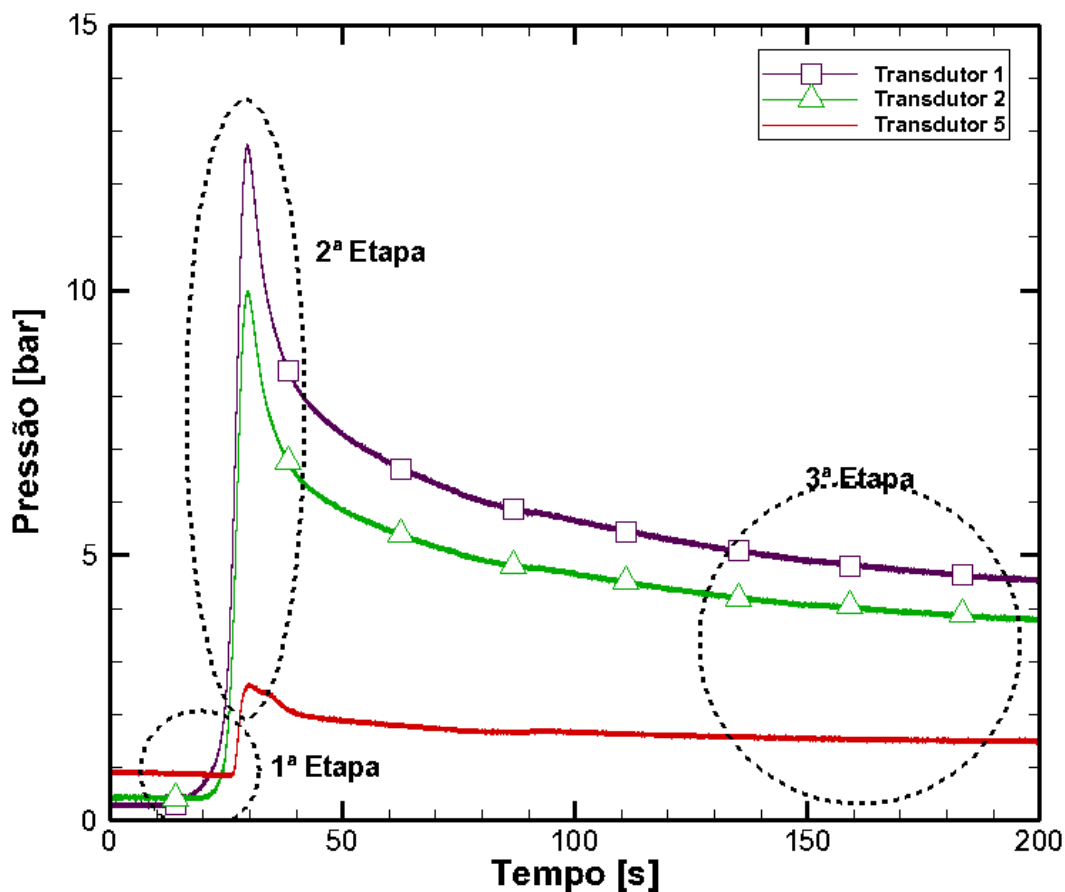


Figura 3.1 Pico de pressão no reinício do escoamento.

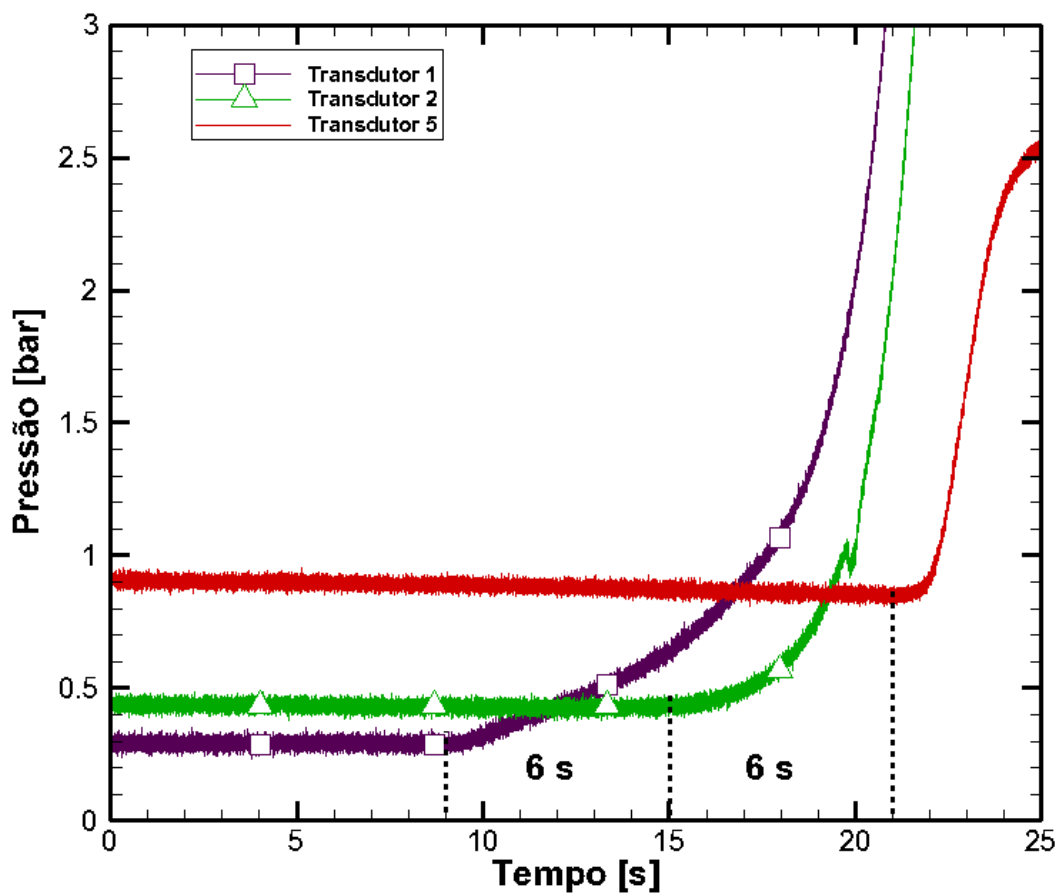


Figura 3.2 Detalhe da primeira etapa.

3.3 Repetibilidade

A Figura 3.3 representa três testes realizados na unidade experimental sob as mesmas condições. Pode-se constatar que a unidade experimental juntamente com a metodologia desenvolvida apresenta boa repetibilidade do teste. A Figura 3.4 por sua vez, apresenta a desvio percentual de todos os valores de pico de pressão em relação aos valores médios obtidos no primeiro transdutor. Observa-se que os desvios ficaram abaixo de $\pm 6\%$, indicando uma boa repetibilidade para a metodologia desenvolvida.

A realização do estudo teve uma demanda em torno de 130 testes com uma média de 4 horas cada teste. Portanto, em torno de 520 h foram disponibilizadas para a realização deste estudo.

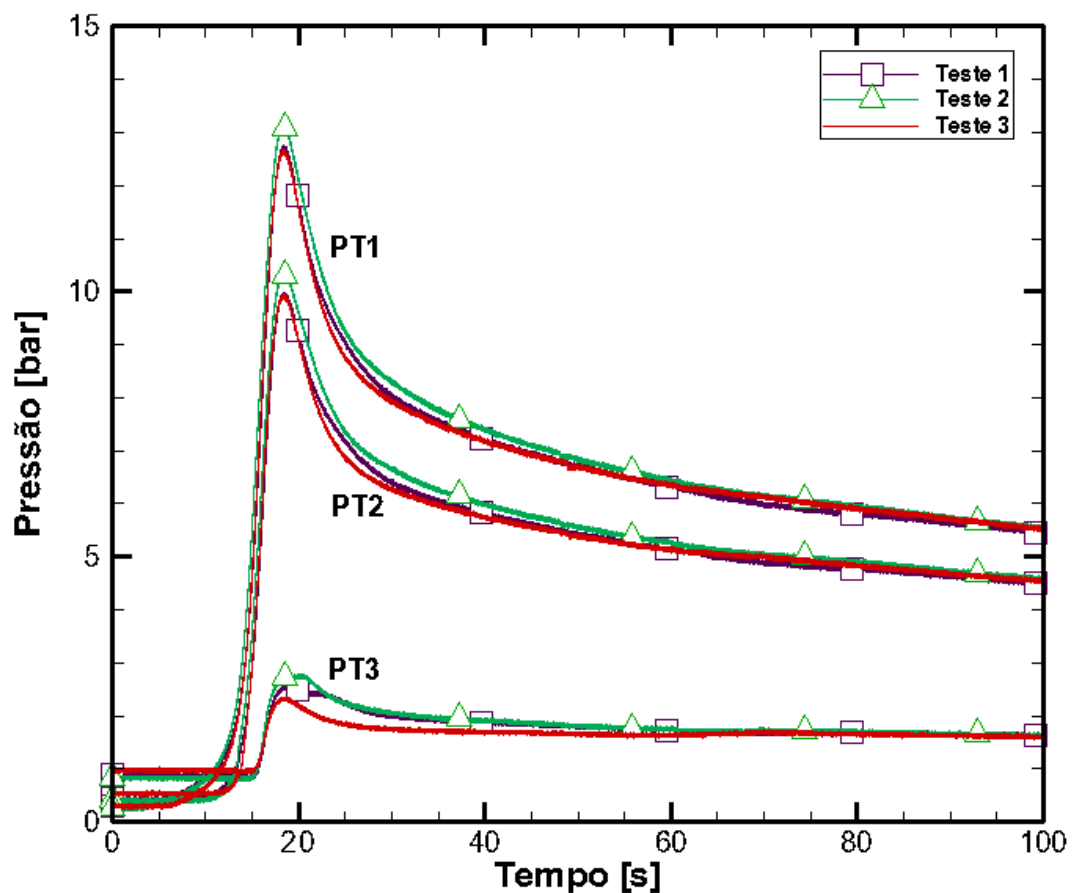


Figura 3.3 Pico de pressão obtido durante o reinício de escoamento na unidade experimental (CERN/UTFPR).

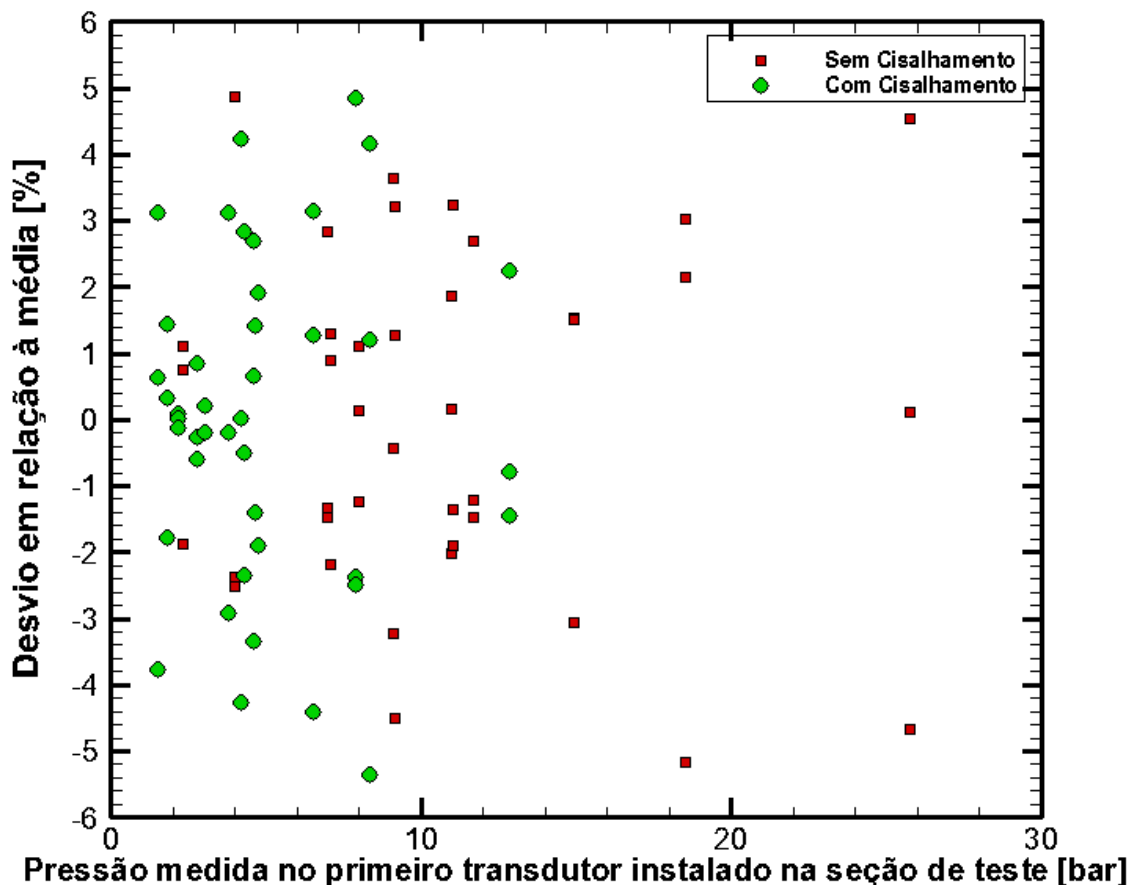


Figura 3.4 Repetitividade da pressão necessária para ocorrer o reinício do escoamento.

Nas próximas seções, é discutida a influência dos parâmetros, identificados como importantes no processo de gelificação e nos picos de pressão observados no primeiro transdutor instalado na serpentina.

3.4 Influência da temperatura inicial de resfriamento no reinício do escoamento

A Figura 3.5 apresenta a avaliação do pico de pressão em função da temperatura inicial de resfriamento para casos sem e com cisalhamento. Os resultados obtidos mostram que a temperatura inicial de resfriamento influencia significativamente o pico de pressão. Note que, o maior pico de pressão ocorre na temperatura inicial de resfriamento de 30 °C, independentemente se o resfriamento é realizado com ou sem cisalhamento. Acima ou abaixo desta temperatura o pico de pressão sofre um decréscimo. Entretanto, os picos de pressão se reduzem significativamente quando o resfriamento ocorre com cisalhamento. Na temperatura

inicial de 60 °C é notado uma redução do efeito do cisalhamento no pico de pressão. Neste caso, os picos são baixos e próximos de 3 bar.

Esta redução nos picos de pressão com cisalhamento são similares aos resultados observados na literatura para testes reométricos, Kané *et al.* (2004), Visintin *et al.* (2008) e Lin *et al.* (2011).

Ao comparar os dados reológicos apresentados na seção 2.4 com os dados obtidos na unidade experimental, observa-se que os dois ensaios mostram uma temperatura na qual a tensão limite de escoamento apresenta um valor máximo. No entanto, este valor máximo ocorre à 45 °C e não à 30 °C.

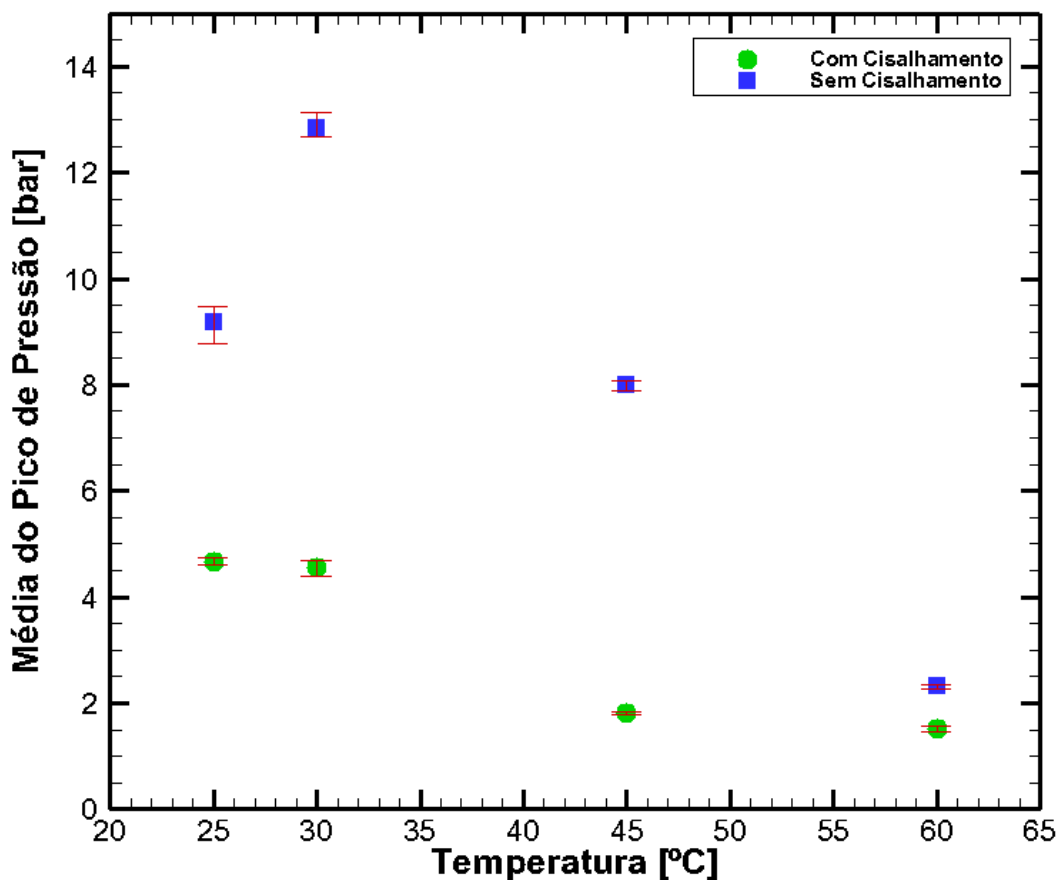


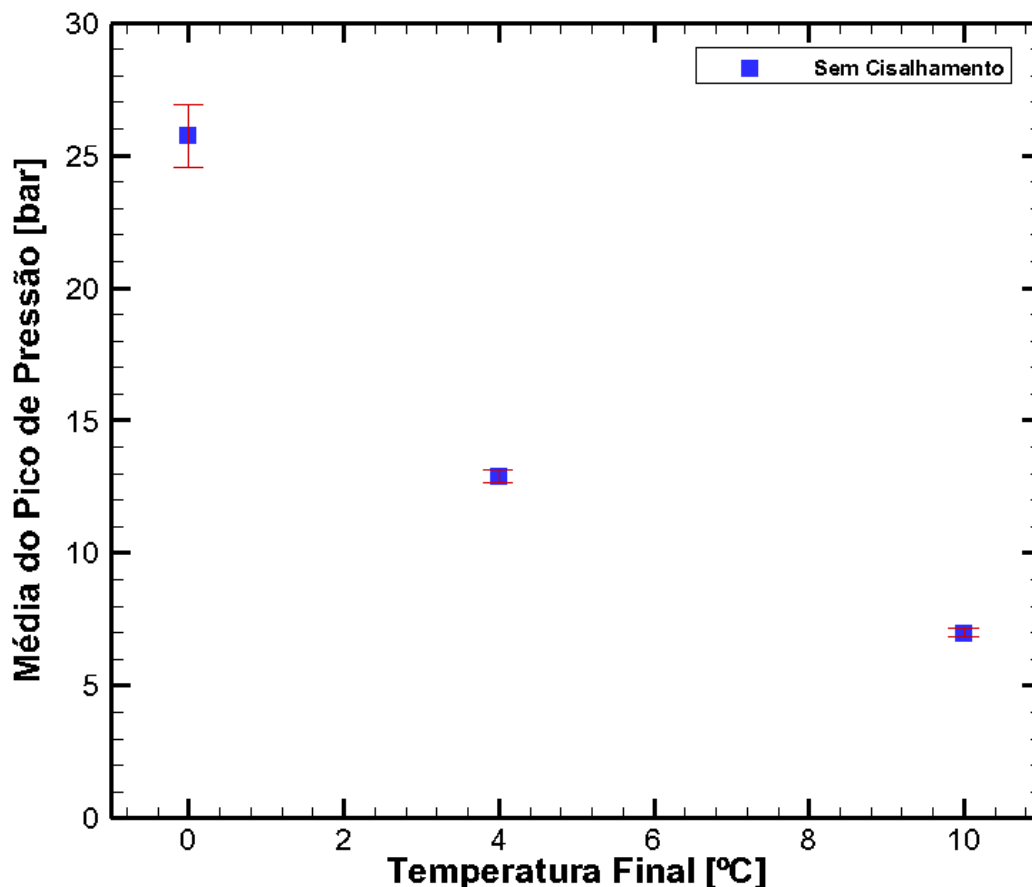
Figura 3.5 Influência da temperatura inicial de resfriamento no pico de pressão.

Nos testes realizados com temperatura inicial de resfriamento de 60°C foi observado uma queda de pressão no instante em que a bomba foi reiniciada, este comportamento já havia sido observado no Procedimento de teste 1, Figura 2.10.

Quando observada a Figura 3.5, fica clara a influência da temperatura inicial nos testes realizados sem cisalhamento durante o resfriamento. Em contrapartida, a influência da temperatura no teste realizados com cisalhamento é observada, mas com o efeito não é tão forte. Contudo, vale lembrar que, a análise estatística

realizada afirma que as médias do pico de pressão de ambos os ensaios são estatisticamente diferentes entre si.

3.5 Influência da temperatura final de resfriamento no reinício do escoamento



A

Figura 3.6 mostra a avaliação do pico de pressão em função da temperatura final de resfriamento para o teste com resfriamento sem cisalhamento.

Os resultados obtidos mostram que a temperatura final de resfriamento influencia significativamente o pico de pressão. É observado que quanto menor temperatura final de resfriamento maior é o pico de pressão. Em estudos realizados com reômetro é verificado um aumento significativo da tensão limite de escoamento de óleos parafínicos com o decréscimo da temperatura. E, o aumento destas propriedades é atribuído a cristalização das parafinas às baixas temperaturas Lin *et al.* (2011).

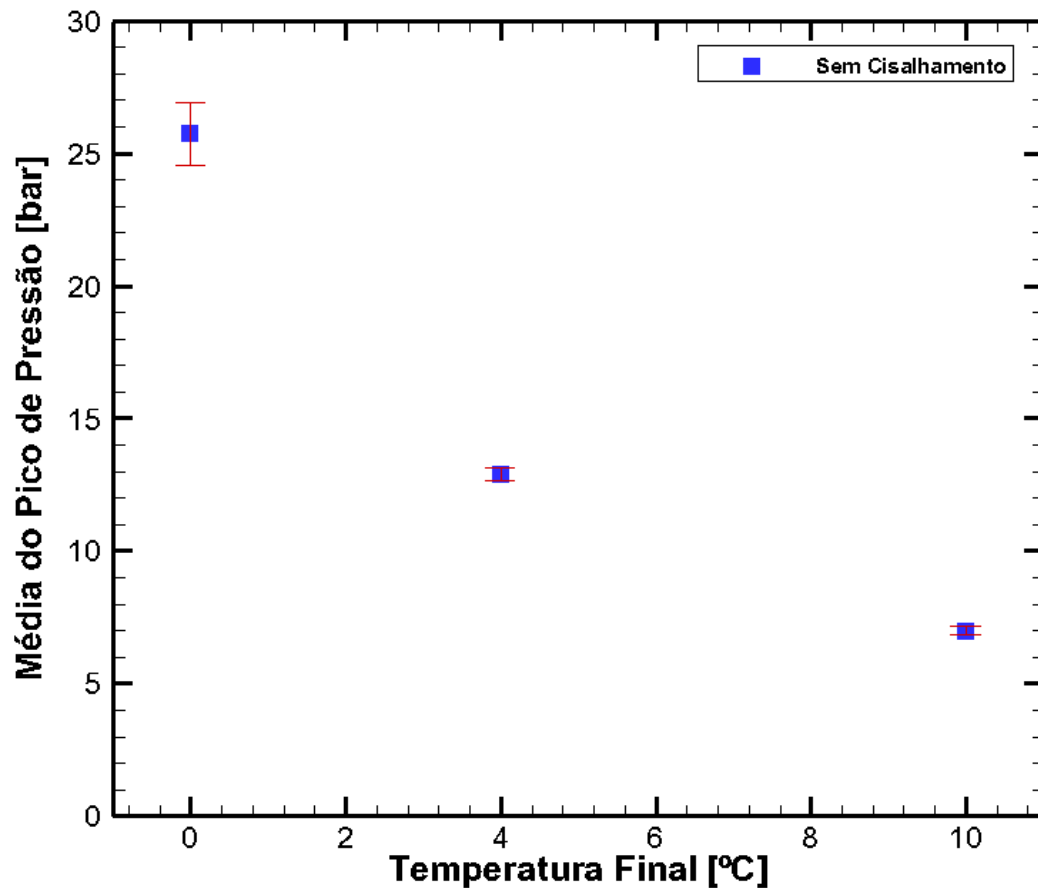


Figura 3.6 Influência da temperatura final de resfriamento no pico de pressão.

3.6 Influência da temperatura do óleo no reinício do escoamento

Apesar de o óleo ser mantido à 25 °C no reservatório principal, a temperatura do óleo dentro dos cilindros da bomba (jaqueta) pode ser controlado em um valor diferente, através da circulação de água do banho térmico. A temperatura da jaqueta foi reduzida para 4 °C com o intuito de avaliar seu efeito no pico de pressão. A Figura 3.7 mostra que a redução da temperatura da jaqueta aumenta o pico de pressão de 4,5 para 6,5 bar.

O aumento do pico pode ser em função do óleo na tubulação ser deslocado por óleo também gelificado, à 4 °C. No caso da temperatura de 25 °C na jaqueta, o óleo não gelificado vai percolando e substituindo o óleo gelificado contribuindo assim para um pico de menor com valor menor.

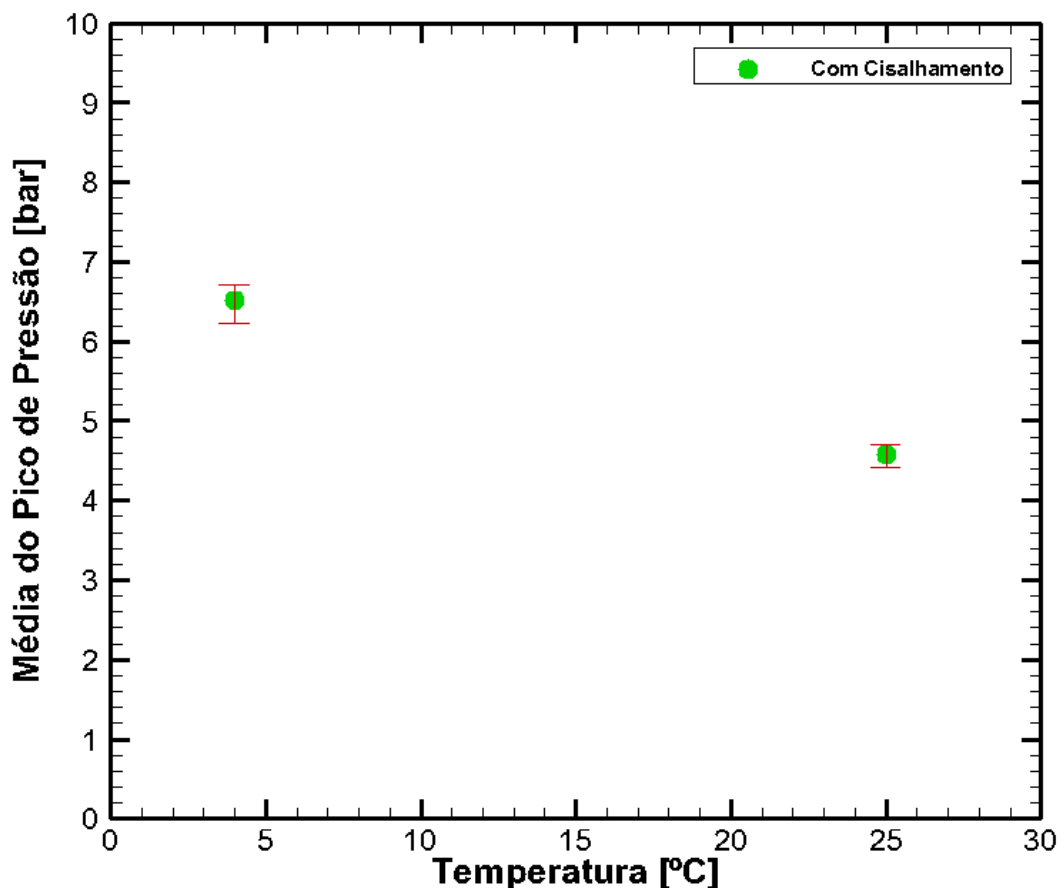


Figura 3.7 Influência da temperatura do óleo de deslocamento no pico de pressão.

3.7 Influência da taxa de cisalhamento durante o resfriamento no reinício do escoamento

A Figura 3.8 mostra a avaliação do pico de pressão em função da taxa de cisalhamento durante o resfriamento. Os resultados obtidos mostram que o pico de pressão é reduzido com o aumento da taxa de cisalhamento. Para o teste realizado sem cisalhamento a intensidade do pico de pressão é quatro vezes maior que para o teste com taxa de cisalhamento de 10s^{-1} , sendo, respectivamente, da ordem de 12 e 3 bar.

Durante a realização dos testes com cisalhamento foi observado um acréscimo da perda de carga na tubulação enquanto o óleo era resfriado, como apresentado na Figura 3.9. Quando a temperatura do óleo é da faixa de 16°C a curva sofre uma inclinação abrupta, aumentando ainda mais a perda de carga na tubulação. Comportamento semelhante foi observado em testes reométricos por

Andrate *et al.* (2014). No presente trabalho essa temperatura é definida como sendo a temperatura de cristalização. Esta perda de carga se mantém crescente até o instante em que as bombas são desligadas, na temperatura de 4°C, como pode ser observado na Figura 3.9. Do comportamento observado durante os testes, pode-se concluir que a precipitação das parafinas ainda durante o escoamento muda a viscosidade do óleo e, esta nova condição aumenta ainda mais a perda de carga na tubulação.

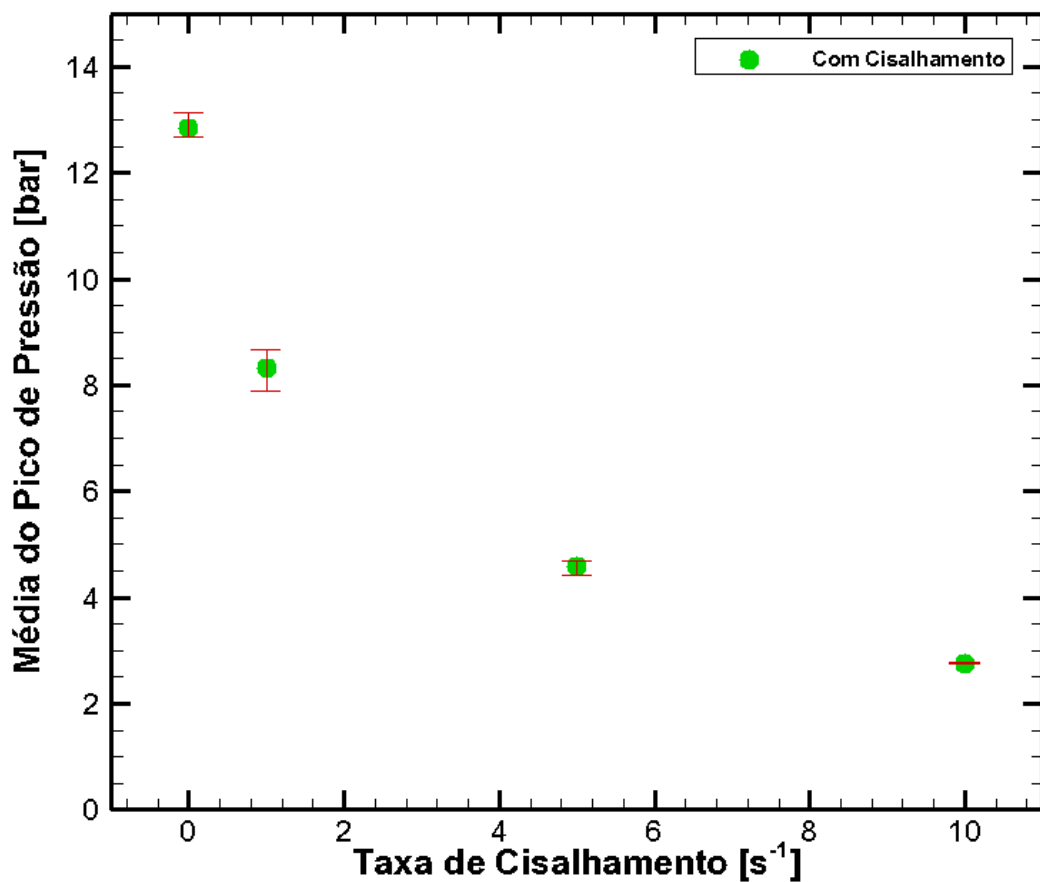


Figura 3.8 Influência da taxa de cisalhamento no pico de pressão.

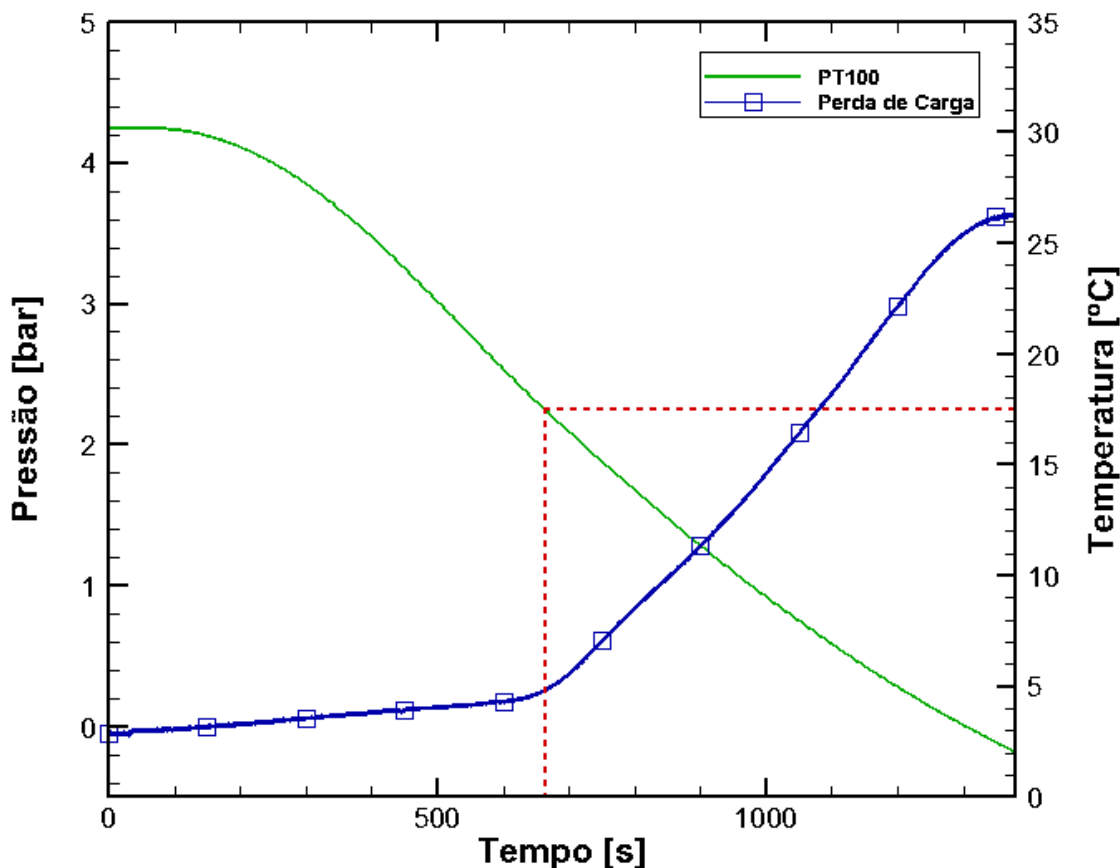


Figura 3.9 Comportamento da pressão na tubulação em função da temperatura.

3.8 Influência do tempo de repouso no reinício do escoamento

O efeito do tempo de repouso foi avaliado submetendo a amostra a quatro tempos de repouso diferentes, 0 minuto, 10 minutos, 60 minutos e 120 minutos. Os resultados obtidos mostram que o tempo de repouso tem mais influência no pico de pressão nos testes realizados sem cisalhamento durante o resfriamento em comparação com os testes realizados com cisalhamento, como pode ser observado na Figura 3.10. E, o efeito do cisalhamento durante o resfriamento fica novamente evidente. Para o teste realizado sem cisalhamento, nota-se um acréscimo na intensidade do pico de pressão até o tempo de 1 h e um leve decréscimo para 2 h de repouso.

Quando observada a Figura 3.10, não é evidenciada com muita clareza a influência do tempo de repouso nos teste com cisalhamento. Contudo, com a análise estatística realizada conclui-se que os valores do pico de pressão são estatisticamente diferentes entre si, e apresentam uma tendência à elevação do pico com o repouso. Em contrapartida, a análise revela que dois tempos de repouso,

10 min e 2 h, do teste realizado sem cisalhamento apresentaram valores de pico de pressão estatisticamente iguais.

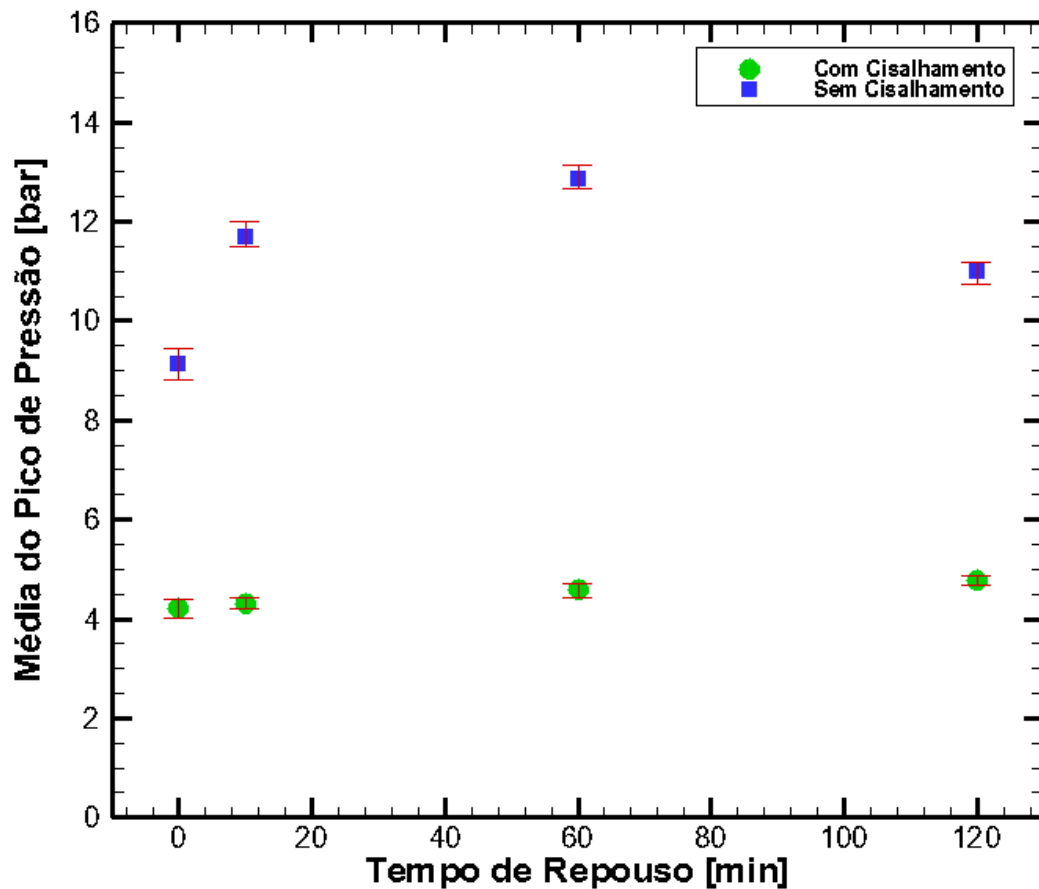


Figura 3.10 Influência do tempo de repouso no pico de pressão.

3.9 Influência da vazão das bombas no reinício do escoamento

A Figura 3.11 apresenta a avaliação do pico de pressão em função da vazão das bombas para casos sem e com cisalhamento. Como poder ser observado, os testes mostram que ocorre um aumento do pico de pressão sempre que a vazão da bomba é aumentada.

Apesar de o gel apresentar pico de pressão em todas as vazões, os picos ocorrem em tempo diferentes, como pode ser observado na Figura 3.12. Também é observada uma acentuada queda no valor do pico de pressão no teste com cisalhamento durante o resfriamento em relação ao teste sem cisalhamento durante o resfriamento.

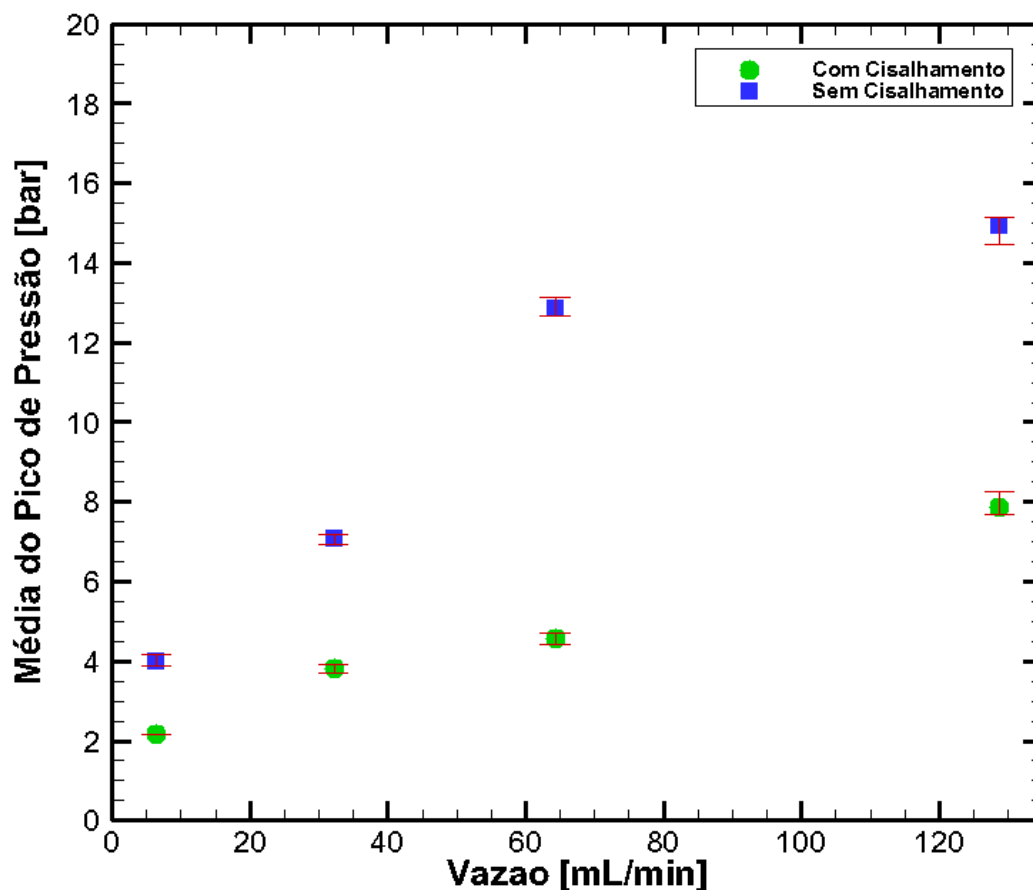


Figura 3.11 Influência da vazão nominal no pico de pressão

A Figura 3.12 mostra o tempo necessário para que ocorra o reinício do escoamento usando quatro diferentes vazões e com cisalhamento durante o resfriamento. Os quatro picos de pressão apresentados correspondem às medições realizadas no primeiro transdutor instalado na tubulação. Nota-se que, o pico de pressão com vazão de 6,44 ml/min, demora 150 segundos a mais para ocorrer quando comparado com o de vazão de 128,8ml/min. Em contrapartida, o valor do pico de pressão com vazão de 128,8ml/min chega a ser 10 vezes maior que o pico com vazão de 6,44 ml/min. É observado que quanto maior a vazão imposta na bomba, o pico de pressão tende a ocorrer mais rápido, contudo, o pico apresenta valor mais elevado. Vale lembrar que os valores de pressão apresentados após o pico não correspondem à pressão do regime permanente, portanto, não se pode concluir que estes são os valores de equilíbrio.

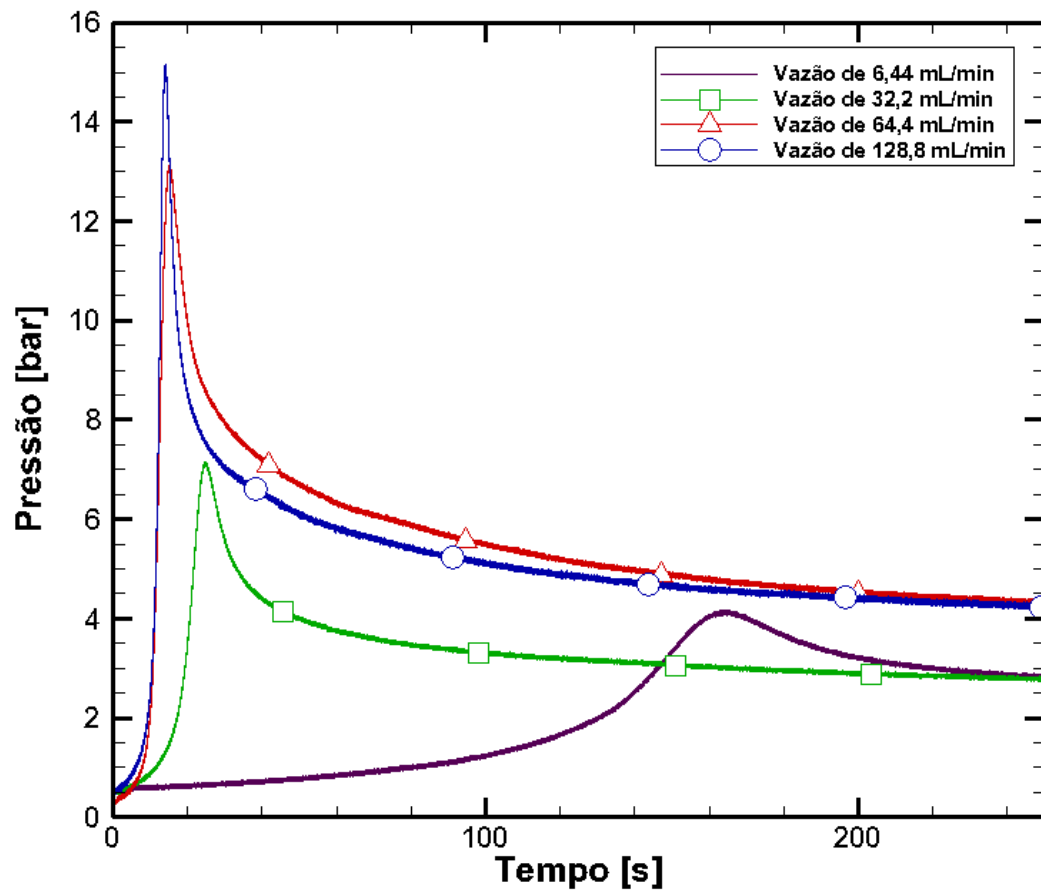


Figura 3.12 Tempo necessário para ocorrer o reinício do escoamento com diferentes vazões.

Andrade *et al.* observaram a tensão de cisalhamento de fluido pseudoplásticos em função do tempo e taxas de cisalhamento controladas em testes reométricos. Os autores notaram que a tensão de cisalhamento é aumentada para taxas de cisalhamento maiores e o tempo de ocorrência é menor. A Figura 3.13 mostra os resultados obtidos para a tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento.

Nota-se um aumento da tensão de cisalhamento quando a taxa é aumentada. Também é observado que o pico ocorre antes para taxa de cisalhamento de 50 s^{-1} em comparação com as demais taxas.

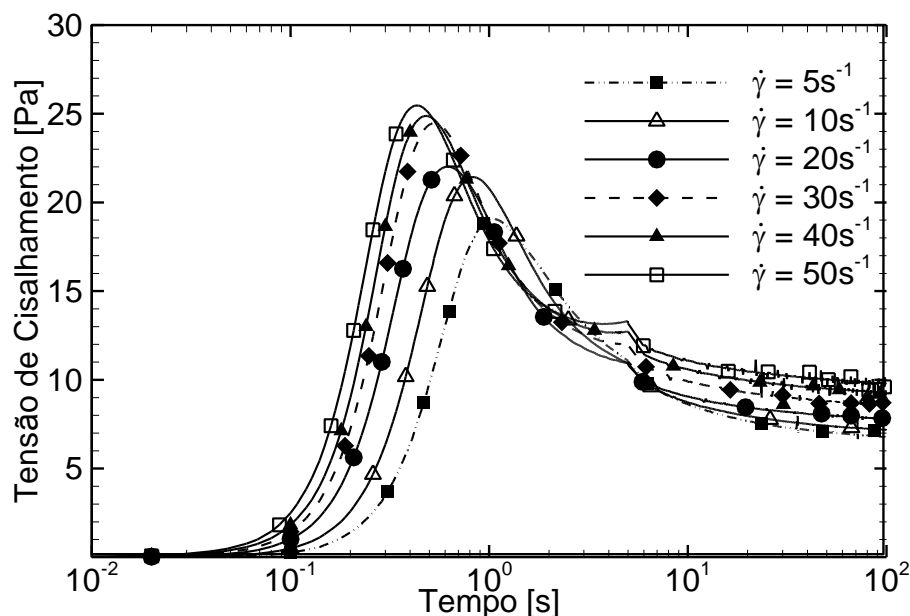


Figura 3.13 Influência da taxa de cisalhamento na tensão de cisalhamento (Adaptado: Andrade et al. 2013)

3.10 Influência da taxa de resfriamento no reinício do escoamento

A investigação da influência da taxa de resfriamento foi realizada usando apenas duas taxas devido à configuração da bancada, 0,75 °C/min e 1,2 °C/min. Os resultados obtidos mostram que a taxa de resfriamento tem influência no pico de pressão, como poder ser observado na Figura 3.14. O pico de pressão sofre redução quando a taxa de resfriamento é reduzida. No entanto, o efeito da taxa de resfriamento sem cisalhamento na unidade experimental é contrário aos resultados obtidos em testes reológicos. Para um resfriamento sem cisalhamento, os resultados obtidos com reômetro mostraram que a tensão limite de escoamento do óleo se eleva quando a taxa de resfriamento é reduzida para uma mesma temperatura final de teste, Ronningsen (1992), El-Gamal (1998), Kané *et al.* (2004), Visintin *et al.* (2005) e Lin *et al.* (2011). Vale lembrar que a taxa de resfriamento na bancada é um valor médio e não uma constante como ocorre no reômetro.

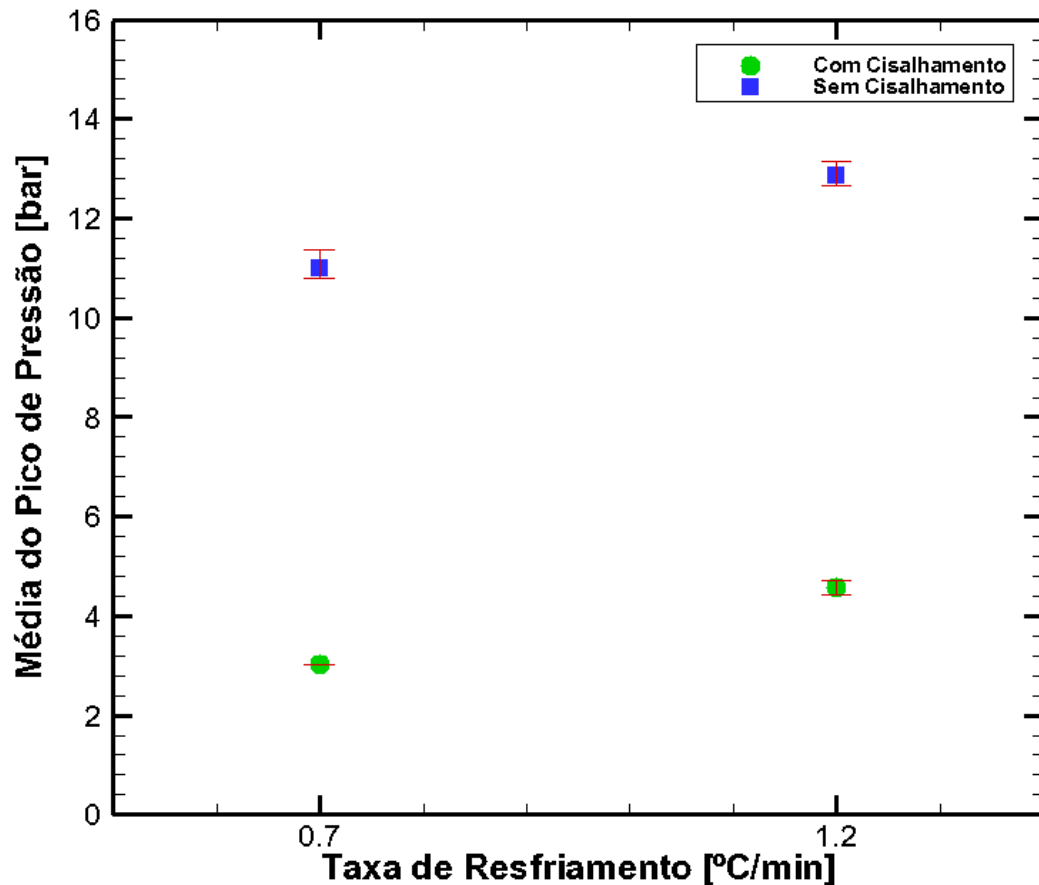


Figura 3.14 Influencia da taxa de resfriamento no pico de pressão.

3.11 Tempo necessário para o reinício do escoamento

A Figura 3.15 apresenta a evolução da pressão com o tempo nos transdutores de pressão instalados na tubulação. A Figura 3.15 (a) representa o pico de pressão no teste realizado com temperatura final de resfriamento de 4°C, a Figura 3.15 (b) com temperatura final de resfriamento de 10°C. Já a Figura 3.15 (c) mostra o resultado do reinício do escoamento para um teste realizado com pressurização da amostra até 2,5 bar enquanto é resfriada à temperatura de 4°C. E, na Figura 3.15 (d) é representado o reinício do escoamento da amostra à 4°C após a realização do teste.

Quando comparado os testes com temperatura final de resfriamento de 4 e 10 °C, nota-se que para a temperatura de 4 °C não só as pressões são maiores, como o tempo necessário para a pressão começar a variar e o tempo para a ocorrência dos picos. A ocorrência do pico à 4 °C está atrasado em relação ao pico à 10 °C, em torno de 5 segundos. Como ocorre um encolhimento maior da amostra à

4 °C quando comparado à 10 °C, acredita-se que há espaços vazios maiores na primeira condição e portanto, leva-se mais tempo para comprimir a amostra.

No teste realizado com amostra sendo pressurizada durante o resfriamento, representado pela Figura 3.15 (c), também é observado uma redução no tempo para a amostra ser expulsa da tubulação, quando comparado com o teste sem pressurização, Figura 3.15 (a). Esta redução se deve a amostra estar sendo pressurizada durante o resfriamento. Assim, os espaços vazios criados pelo encolhimento da amostra são preenchidos, formando uma estrutura menos compressível e mais resistente.

A Figura 3.15 (d) mostra o reinício do escoamento após a amostra ser totalmente desestruturada, quando a pressão na tubulação apresenta regime permanente. Este teste foi realizado para verificar se o tempo de compressão da amostra é influenciado pela desestruturação da amostra. Foi verificado que o tempo necessário para a amostra entrar em regime permanente é ligeiramente maior que o tempo necessário para expulsar a amostra no reinício do escoamento. Desta observação conclui-se que, quando a amostra dentro da tubulação necessita ser totalmente comprimida antes de ser expulsa, o tempo para que ocorra a expulsão é maior.

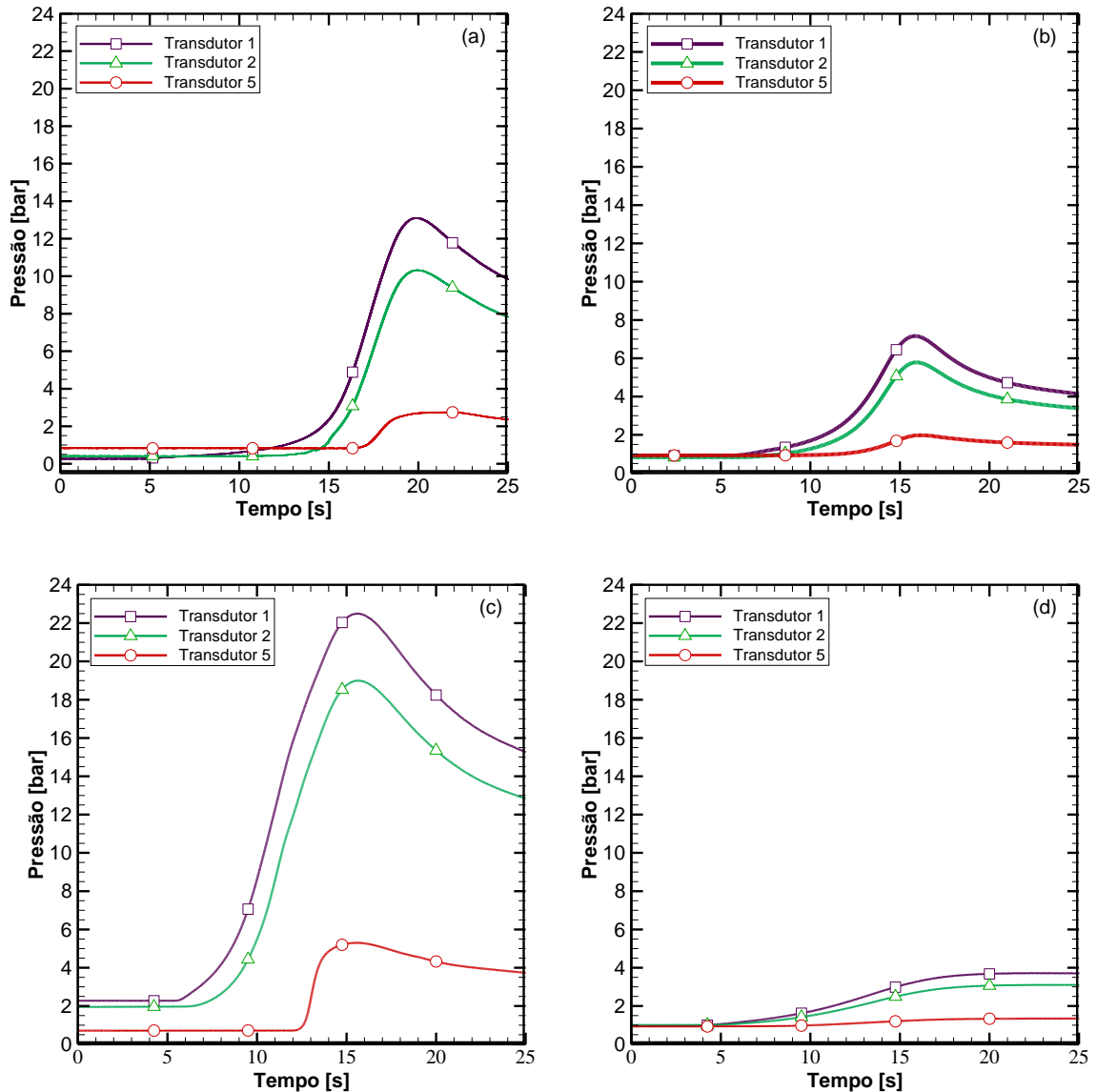


Figura 3.15 Tempo necessário para o reinício do escoamento. (a) temperatura final de resfriamento de 4°C, (b) temperatura final de resfriamento de 10°C, (c) amostra sendo pressurizada enquanto é resfriada à temperatura de 4°C, (c) reinício do escoamento após quebra do gel à 4°C.

3.12 Desestruturação do gel através de pressurização cíclica.

A investigação da desestruturação do gel com vazão e pressão definida foi realizada usando uma temperatura inicial de resfriamento de 30°C, resfriamento sem cisalhamento, temperatura final de resfriamento de 4°C, tempo de repouso de 60 minutos e vazão de quebra de 64,4 ml/min. O objetivo deste teste é verificar se o fluido gelificado pode ser desestruturado e expulso da tubulação através de um processo cíclico de pressurização e alívio de pressão. O teste consiste em impor uma vazão constante na bomba até a pressão atingir um determinado valor (6,5 ou 5,5 bar). Neste instante a bomba é desligada por um minuto e religada em seguida

com a mesma vazão anterior. Este processo é repetido sucessivamente até a quebra do gel. O valor máximo de pressão imposto é bem menor que o valor de 12,85 bar, observado quando a quebra ocorre à vazão constante nas mesmas condições.

A Figura 3.16 mostra o resultado para a pressão máxima de 6,5 bar. Como pode ser observado, ocorreram picos de pressão nos três transdutores de pressão quando a bomba é reiniciada. Apesar dos picos dos transdutores 1 e 2 serem máximos em 6,5 bar, o pico do transdutor um ficou em torno de 1,5 bar. Observa-se ainda que a pressão nos transdutores 1 e 2 caem a valores cada vez menores ao final de cada período de repouso e que a pressão no transdutor 5 é cada vez maior no instante em que a bomba é desligada, caracterizando uma quebra gradativa da estrutura gelificada. Finalmente, nota-se que após 16 ciclos (em torno de 20 min.) o escoamento é reiniciado antes da pressão atingir 6,5 bar.

A Figura 3.17 representa o resultado do teste com pressão máxima de 5,5 bar. Nota-se o mesmo comportamento do teste realizado com pressão de 6,5 bar, contudo, o tempo necessário para a quebra da estrutura é de 40 min, ou seja, o dobro do tempo de quebra do teste com pressão de 6,5 bar.

Conclui-se que é possível reiniciar o escoamento com pressão inferior àquela observada em um teste à vazão constante, porém em um tempo maior. Além disso, quanto menor a pressão máxima, maior é o tempo necessário para a quebra.

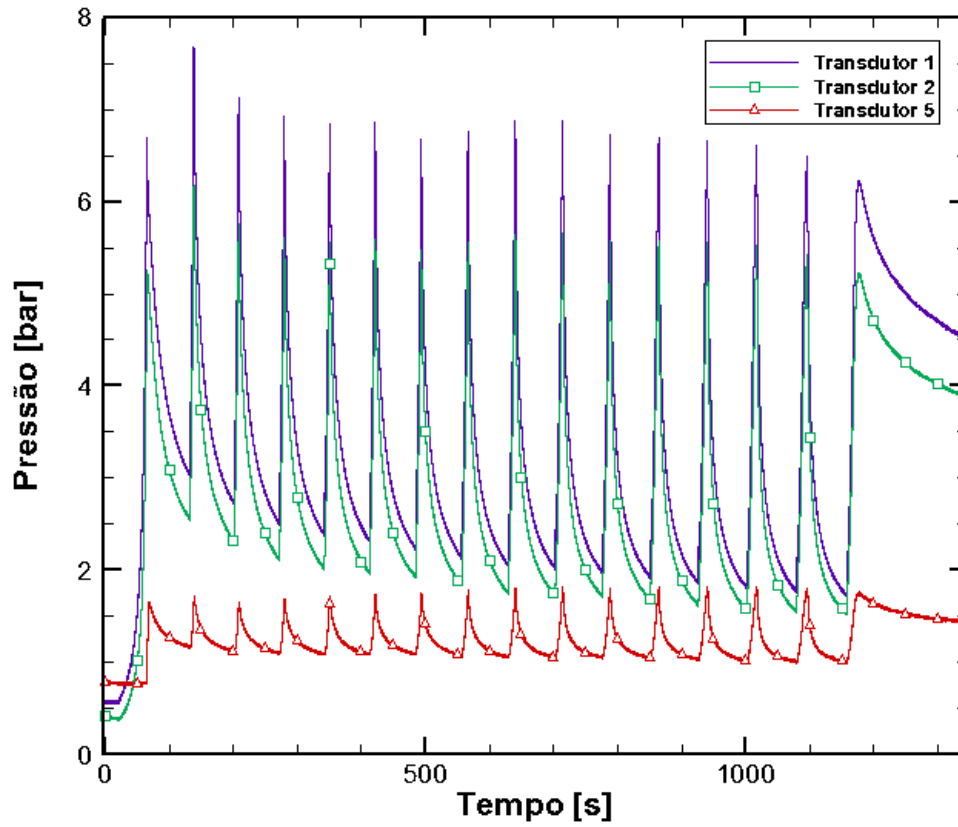


Figura 3.16 Desestruturação do gel em processo cíclico, com pressão de 6,5 bar.

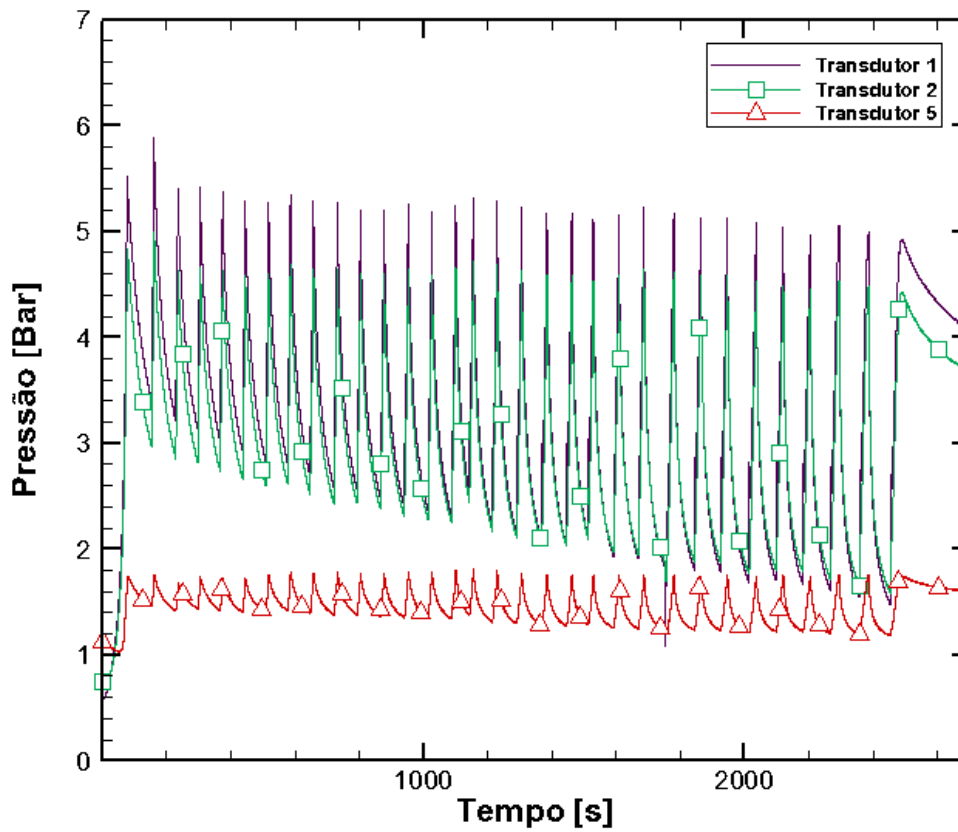


Figura 3.17 Desestruturação do gel em processo cíclico, com pressão de 5,5 bar.

3.13 Reinicialização do escoamento com pressão constante

Esta investigação foi realizada usando uma temperatura inicial de resfriamento de 30°C, resfriamento sem cisalhamento, temperatura final de resfriamento de 4°C e tempo de repouso de 60 minutos.

O objetivo deste ensaio é verificar se o escoamento reinicia quando o fluido gelificado é submetido a um gradiente de pressão constante entre a entrada e a saída da tubulação. Os ensaios consistem em pressurizar o óleo confinado no interior da tubulação até uma determinada pressão durante o resfriamento da amostra. Após o óleo atingir a temperatura final de teste a amostra é mantida em repouso por uma hora. Em seguida, a válvula da saída da tubulação é aberta. As pressões na tubulação e a vazão da bomba são monitoradas para verificar se o escoamento é reiniciado.

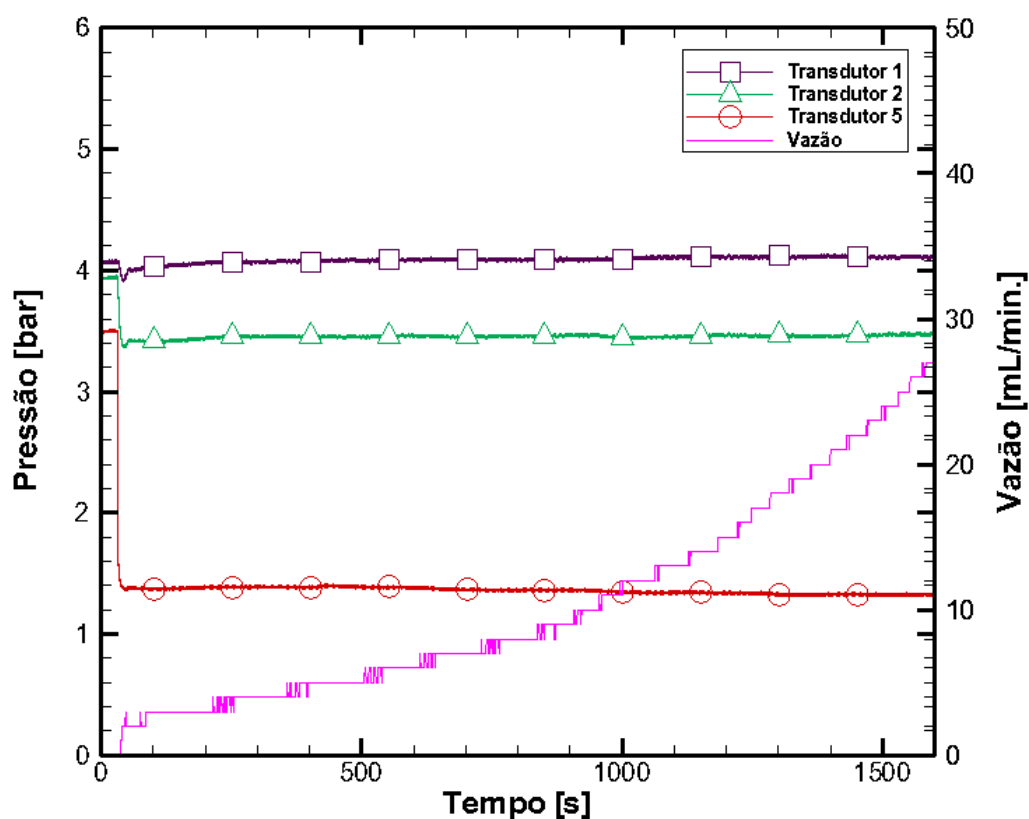


Figura 3.18 Monitoramento da pressão e da vazão após a pressurização à 4 bar seguida da depressurização.

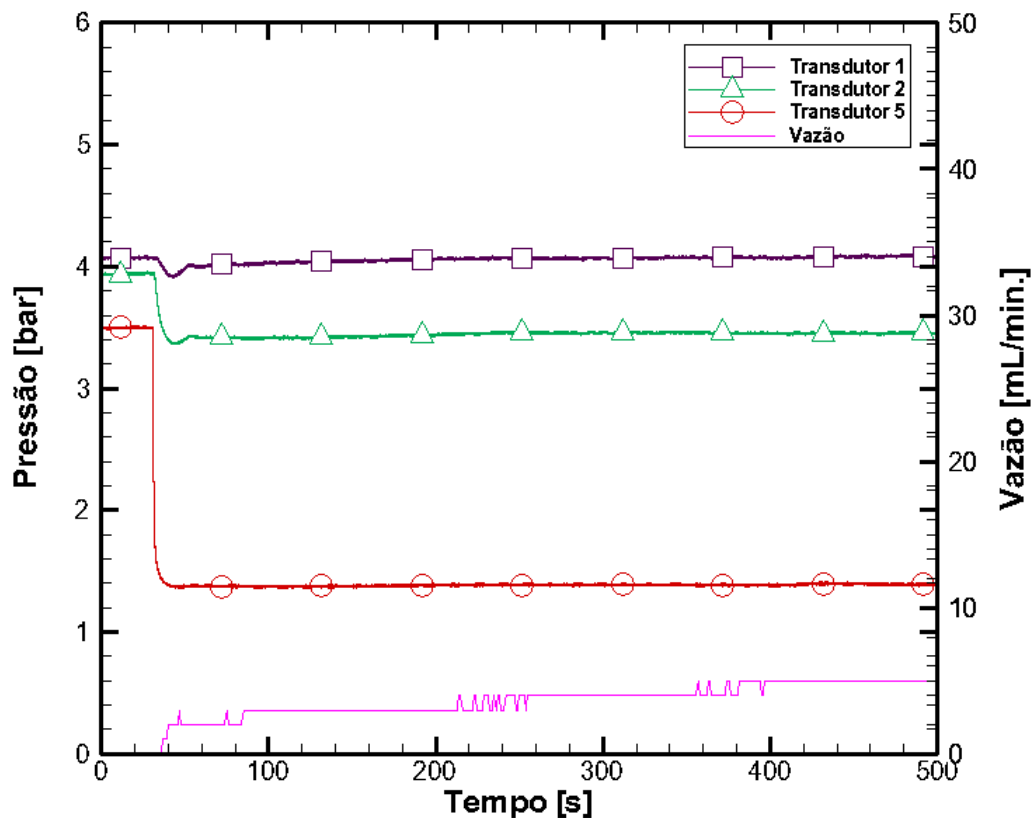


Figura 3.19 Detalhe da queda de pressão após abertura da válvula.

É observado que a pressão na tubulação desce assim que a válvula é aberta. O Transdutor 5, próximo à saída da tubulação é o primeiro a perceber a queda de pressão, seguido pelos demais. No instante que a bomba detecta a queda de pressão a vazão da bomba é reiniciada com o intuito de manter a pressão constante. A partir deste instante a vazão aumenta progressivamente e as pressões tendem a se estabilizarem. Este aumento da vazão deve ocorrer em função da desestruturação do gel. Conforme o gel vai desestruturando, a bomba necessita aumentar a vazão para manter a pressão constante na tubulação.

Um detalhe da queda de pressão pode ser melhor observado na Figura 3.19.

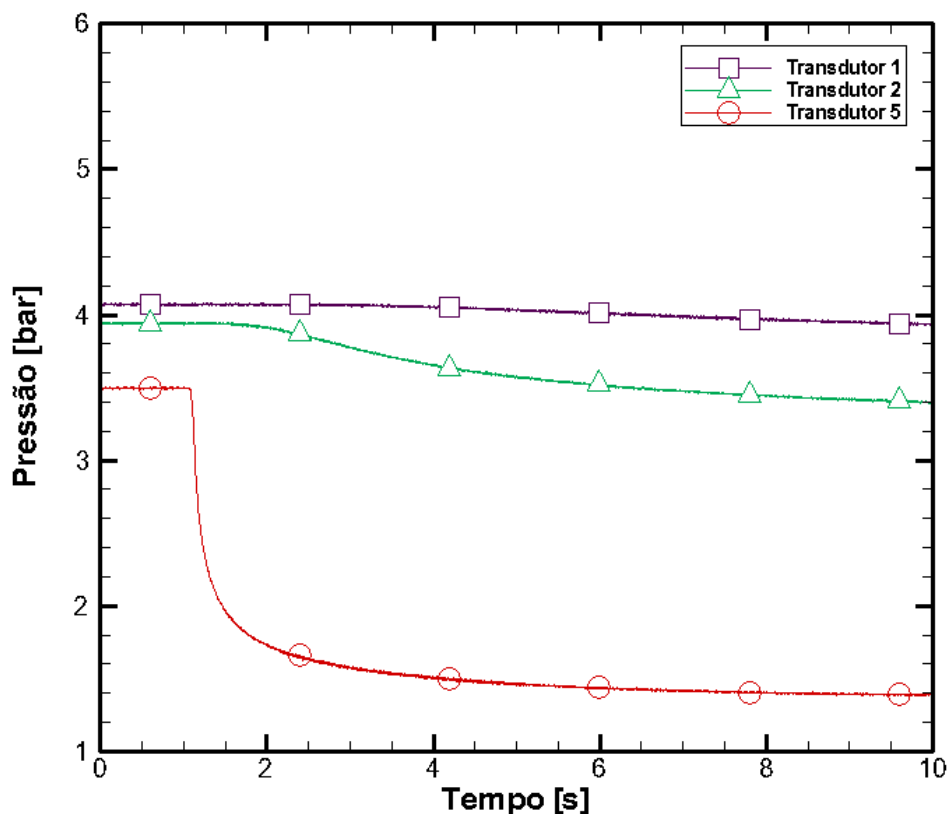


Figura 3.20 Desestruturação do gel.

A Figura 3.20 ilustra que as pressões nos três transdutores não começam a variar no mesmo instante. Enquanto a pressão no transdutor 5 se reduz quase que instantaneamente após a abertura da válvula, a pressão no transdutor 2 começa a se reduzir 60 milésimos de segundos após e a variação no transdutor 1 em torno de 2,5 s após. Observa-se, desta forma, que a abertura da válvula não é percebida imediatamente em toda a tubulação. Isto é decorrente não só do tempo de propagação da onda de pressão, mas também da contínua desestruturação do fluido. Em outras palavras, a pressão vai se propagando conforme o material vai se desestruturando da saída para a entrada da tubulação.

3.14 escoamento após abertura da válvula

Esta investigação foi realizada usando uma temperatura inicial de 30 °C, resfriamento sem cisalhamento, temperatura final de 0 °C e tempo de repouso de 60 minutos. O objetivo desta investigação é verificar se o óleo é capaz de escoar após ser pressurizado e mantido a uma mesma pressão em toda a tubulação. Diferentemente do teste anterior, após o óleo ser pressurizado até uma determinada

pressão, a bomba é desligada. Em seguida, a válvula de saída é aberta com o objetivo de despressurizar a tubulação. Se ocorresse despressurização em toda a tubulação é porque o óleo sofre uma acomodação. Esta acomodação pode ser em virtude de um cisalhamento sofrido pela amostra ou de um descolamento de parede.

A Figura 3.21 representa o teste com pressão de 6,6 bar. Note que a pressão começa a diminuir 70 segundos após a válvula ser aberta. O tempo zero na figura corresponde ao instante de abertura da válvula apesar de apenas 19 minutos estarem apresentados na Figura 3.21, a pressão na entrada da tubulação levou 20 hr para atingir 1,5 bar. Entende-se que esta queda lenta da pressão representa uma acomodação da amostra em função de um cisalhamento constante ou um descolamento de parede até que a pressão se uniformize ao longo da tubulação.

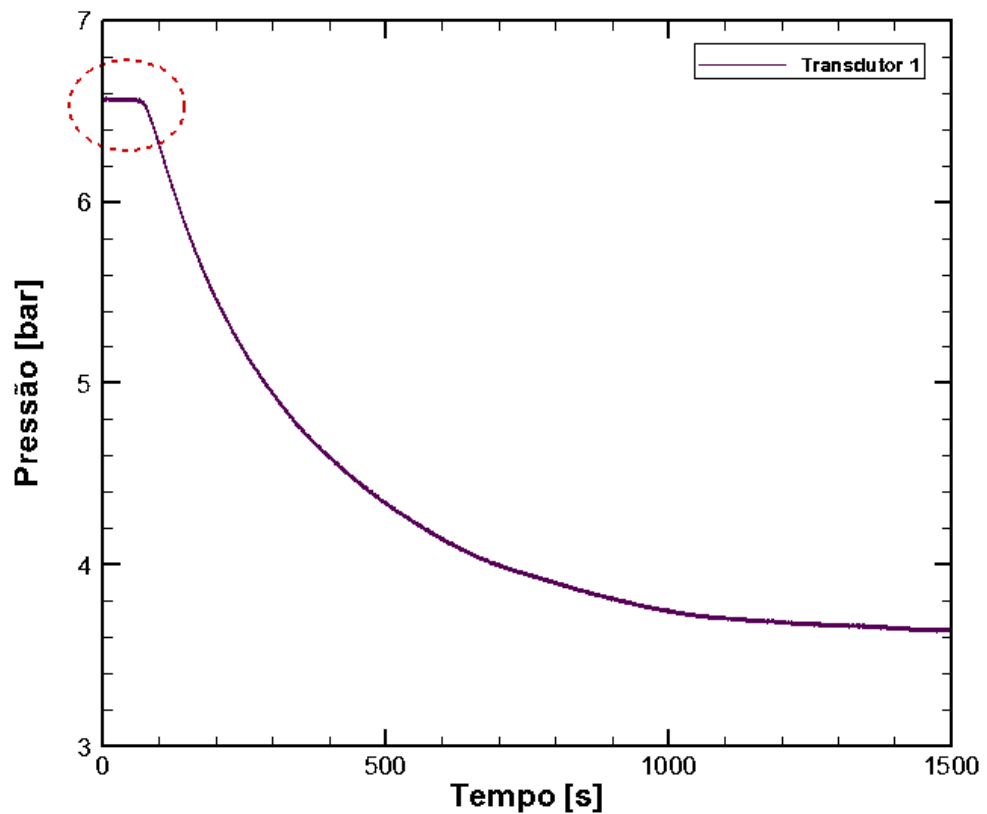


Figura 3.21 Queda de pressão após abertura da válvula.

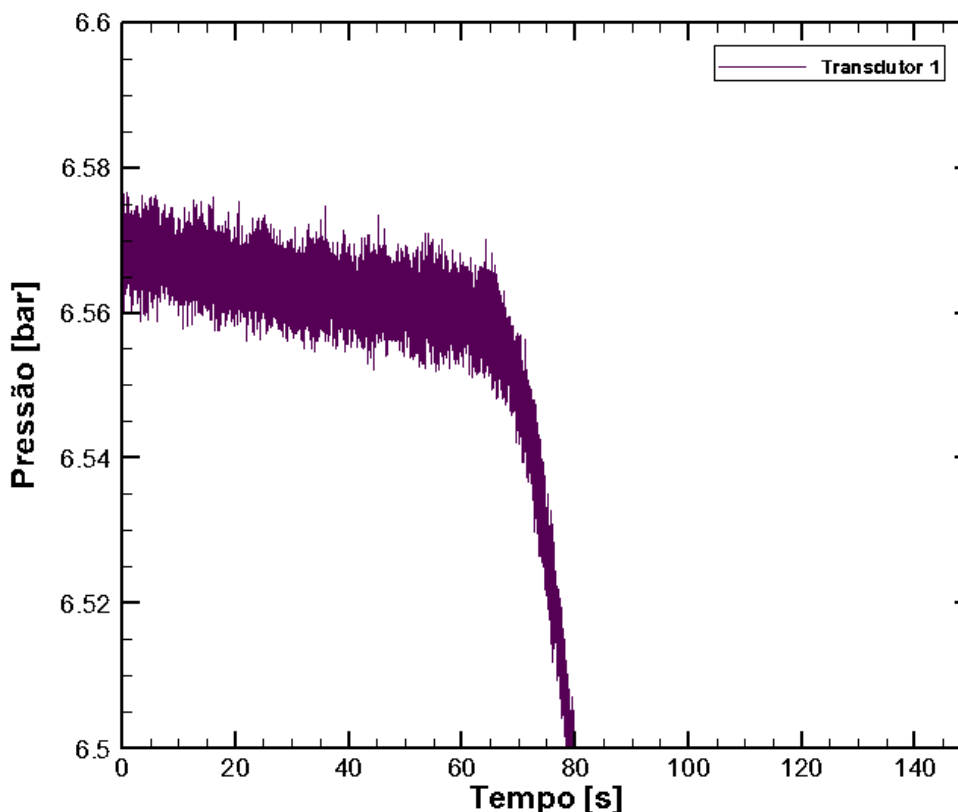


Figura 3.22 Detalhe da desestruturação do gel

Apesar da pressão aparentemente se manter constante durante os primeiros 70 s, nota-se um leve descréscimo da pressão com o tempo após a abertura da válvula, conforme mostra a Figura 3.22. Este descréscimo de pressão foi observado em todos os testes.

A Figura 3.23 mostra as pressões instantâneas antes da abertura da válvula e o monitoramento da pressão após abertura da válvula para um teste com pressão de 4,3 bar. A queda de pressão ocorre no transdutor 5 em torno de 10 segundos após a abertura da válvula e no transdutor 1 em torno de 100 segundos após a queda no transdutor 5, caracterizando uma tensão limite de escoamento do óleo. Quando comparado com o teste de pressão igual a 6.6 bar é notado um aumento no tempo de quebra da estrutura, este aumento é devido à amostra resistir mais a pressão imposta no teste.

O termo, acomodação da amostra é usado em virtude de não ocorrer a desestruturação da amostra enquanto a pressão dentro da tubulação tende a entrar em equilíbrio com a pressão externa.

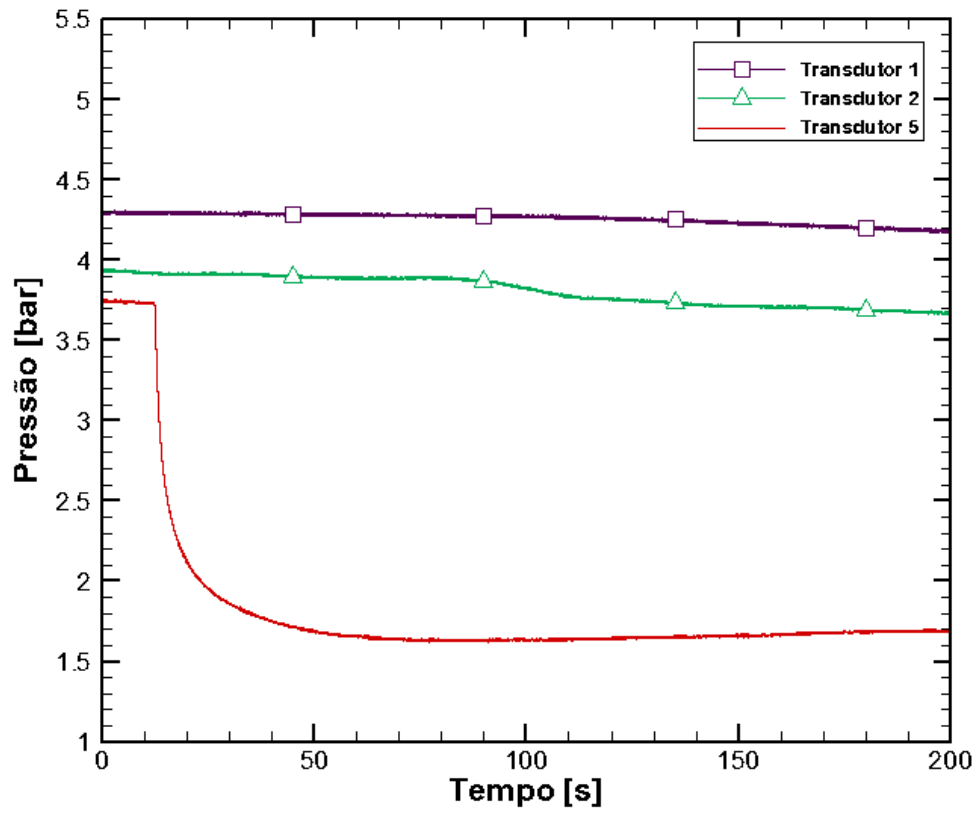


Figura 3.23 Desestruturação do gel.

4 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Neste trabalho foi projetada e construída uma bancada com o objetivo de avaliar experimentalmente o reinício do escoamento de óleos parafínicos gelificados em tubulações. A bancada permite avaliar a influência de alguns parâmetros no processo de gelificação e nas pressões de reinício do escoamento. Também foi desenvolvida uma metodologia para atingir os objetivos propostos e estabelecida uma grade de testes possibilitando comparações entre os parâmetros investigados.

4.1 Conclusões

Os resultados obtidos durante a análise experimental mostram que todas as variáveis analisadas têm alguma influência na formação do gel e em consequência, no pico de pressão durante o reinício do escoamento. As variáveis investigadas e seus efeitos são listados a seguir:

Na investigação do efeito da temperatura inicial de resfriamento foi observada uma temperatura na qual o pico de pressão apresenta maior intensidade, tanto para resultados de testes realizados sem e com cisalhamento durante o resfriamento.

Nos resultados obtidos com a temperatura final de resfriamento é observado que quanto menor a temperatura maior é o pico de pressão.

Já os resultados da investigação com diferente temperatura de óleo mostraram que quando o óleo na tubulação é deslocamento por outro não gelificado, 25 °C, o pico de pressão sofre um decréscimo quando comparado com o gelificado, 4 °C. Este decréscimo pode ser em função do óleo não gelificado percolar e substituir o óleo gelificado.

Os testes realizados com diferentes taxas de cisalhamento mostram que o pico de pressão é reduzido com o aumento da taxa de cisalhamento durante o resfriamento.

O tempo de repouso da amostra apresentou mais influência no pico de pressão nos testes realizados sem cisalhamento em comparação com os testes com cisalhamento.

Os testes mostram que ocorre um aumento do pico de pressão sempre que a vazão da bomba é aumentada, e este comportamento foi visualizado para testes sem e com cisalhamento.

A redução da taxa de resfriamento da amostra resultou em picos de pressão de menor intensidade.

A investigação de tempo de reinício mostra que os espaços vazios gerados em função do encolhimento da amostra aumentam o tempo para a ocorrência do pico de pressão e a expulsão da amostra da tubulação. Também foi observado que a redução dos espaços vazios aumenta a intensidade do pico de pressão para uma mesma temperatura final do teste.

A pressurização cíclica da amostra mostra que é possível a desestruturação do gel com uma pressão bem inferior quando comparado com testes de vazão constante. Contudo o tempo de quebra é bastante elevado.

A reinicialização do escoamento com pressão constante mostra que a pressão na tubulação descesse assim que a válvula é aberta e a partir deste instante a vazão aumenta progressivamente, conforme o gel vai sendo desestruturando.

No teste, escoamento após abertura de válvula é observada uma queda lenta da pressão. Esta queda representa a acomodação da amostra em função de um cisalhamento constante ou de um descolamento de amostra da parede.

Também foi observado que a diminuição da temperatura nos testes com pressão constante aumenta o tempo para que ocorra a queda de pressão na tubulação.

4.2 Sugestões

Em relação a este estudo, são feitas algumas sugestões para o desenvolvimento de trabalhos futuros:

- Impor diferentes temperaturas no reservatório e avaliar seu efeito no reinício do escoamento;
- Avaliar o efeito de diferentes taxas de resfriamento na estrutura gelificada;
- Avaliar o reinício do escoamento com diferentes pressões;

REFERÊNCIAS

AIYEJINA, A.; CHAKRABARTI, D. P.; PILGRIM, A.; SASTRY, M.K.S. **Wax formation in oil pipelines: A critical review.** International Journal of Multiphase Flow, Vol 37, pp 671–694, 2011.

ANDRADE, D.; Rodrigues, M. T.; CECCON, E. V.; E. V.; CRUZ, A. C. B.; FRANCO, A. T.; NEGRÃO, C. O. R. **Proposal of curve fitting for shear stress during gel breaking of thixotropic drilling fluids.** In: 22th International Congress of Mechanical Engineering, 2013, Ribeirão Preto.

ANDRADE, D. E. V.; CRUZ, A. C. B.; FRANCO, A. T.; NEGRÃO, C. O. R. **Influence of the Initial Cooling Temperature on the Gel Strength of Waxy Crude Oils.** Rheologica Acta, Submit, 2014.

Agência Nacional de Petróleo. Boletim da Produção de Petróleo e Gás Natural Dezembro 2013. Página 14

CAWKWELL, M. & CHARLES, M. **An Improved Model for Start-up of Pipelines containing Gelled Crude Oil.** Journal of Pipelines. Amsterdã, Holanda: Elsevier B. V., Vol. 7, pp. 41-52, 1987.

CHANG, C.; RØNNINGSEN, H.; NGUYEN, Q. **Isothermal Start-up of Pipeline Transporting Waxy Crude Oil.** Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. Parkville, Austrália: Elsevier B. V., Vol. 87, pp. 127-154, 1999.

CHHABRA, R. P., RICHARDSON, J.F. **Non-Newtonian Flow and Applied Rheology: Engineering Applications**, Second edition, Butterworth-Heinemann, 2008 37-52.

DAVIDSON, M. R.; CHANG, C.; RØNNINGSEN, H. P.; NGUYEN, Q. D. **A Model for Restart of a Pipeline with Compressible Gelled Waxy Crude Oil.** Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. Parkville, Austrália: Elsevier B. V., Vol. 123, pp. 269-280, 2004.

GHANNAM, M. T.; HASAN, S. W.; ABU-JDAYIL, B. ; ESMAIL, N. **Rheological properties of heavy & light crude oil mixtures for improving flowability.** JOURNAL OF PETROLEUM SCIENCE AND ENGINEERING 81 PP. 122–128, 2012.

KANE', M.; DJABOUROV, M.E; VOLLE, J. **Rheology and structure of waxy crude oils in quiescent and under shearing conditions.** JOURNAL OF FUEL. PAU CEDEX, FRANCE. VOL. 83, PP. 1591-1605, 2004.

LIN, M.; LI, C.; YANG, F.; MA, Y.. **Isothermal structure development of Qinghai waxy crude oil after static and dynamic cooling.** JOURNAL OF PETROLEUM SCIENCE AND ENGINEERING. VOL. 77, PP. 351–358, 2011.

LOGISTICA APLICADA. **Modal Dutoviário.** Disponível em:
<<http://logisticaaplicada.wordpress.com>> Publicado em: 18 de maio de 2012.

MENDES, P. R. S.; SOARES, F. S.M. A. , ZIGLIO, C. M. B. ; GONÇALVES, M. **Startup flow of gelled crudes in pipelines.** JOURNAL OF NON-NEWTONIAN FLUID MECHANICS. RIO DE JANEIRO, BRASIL: ELSEVIER B. V., VOL. 179-180, PP. 23-31, 2012.~

NEGRÃO, C. O. R.; FRANCO, A. T.; ROCHA, L. L. V. **A Weakly Compressible Flow Model for the Restart of Thixotropic Drilling Fluids.** Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v. 166, pp. 1369-1381, 2011.

OLIVEIRA, G. M.; ROCHA, L. L. V.; NEGRÃO, C. O. R.; FRANCO, A. T.; MARTINS, A. L. **Reinício da Circulação de Fluidos de Perfuração Gelificados.** In: 4º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo de Gás, 2007, Campinas, Brasil: ABPG, p. 113-1, 2007.

OLIVEIRA, G. M.; ROCHA, L. L. V.; FRANCO, A. T.; NEGRÃO, C. O. R. **Numerical simulation of the start-up of Bingham fluid flows in pipelines.** Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, v. 165, pp. 1114 - 1128, 2010.

ROCHA, L. L. V.; OLIVEIRA, G. M.; FRANCO, A. T.; MARTINS, A. L.; GANDELMAN, R. A.; NEGRÃO, C. O. R. **Transient Model for the Start-up of a Thixotropic Fluid Flow.** In: 20th International Congress of Mechanical Engineering, 2009, Gramado. Proceedings of the 20th International Congress of Mechanical Engineering, 2009.

ROCHA, L. **Modelagem do Reinício do Escoamento de Fluidos de Perfuração em Tubulações:** Monografia do Projeto Final de Curso. Curitiba, Brasil: Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2007.

RØNNINGSEN, H. P. **Rheological behaviour of gelled, waxy North Sea crude oils.** JOURNAL OF PETROLEUM SCIENCE AND ENGINEERING. VOL. 7, PP. 177-213, 1992.

SESTAK, J.; CAWKWELL, M.; CHARLES, M.; HOUSKAS, M. **Start-up of Gelled Crude Oil Pipelines**. Journal of Pipelines. Amsterdã, Holanda: Elsevier B. V., Vol. 6, pp. 15-24, 1987.

THOMAS, J. E.(org) Fundamentos da Engenharia de Petróleo. 1ª ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2001.

TNPETROLEO. **Produção Média do pré-sal**. Disponível em: <<http://tnpetroleo.com.br/noticia/producao-media-do-pre-sal-fica-acima-de-200-mil-barrisdia>> Publicado em: 3 de outubro de 2012.

VINAY, G.; WACHS, A.; AGASSANT, J. F. **Numerical Simulation of Weakly Compressible Bingham Flows: The Restart of Pipeline Flows of Waxy Crude Oils**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. Cedex, França: Elsevier B. V., Vol. 136, pp. 93-105, 2006.

VINAY, G.; WACHS, A.; FRIGAARD, I. **Start-up Transients and Efficient Computation of Isothermal Waxy Crude Oil Flows**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. Cedex, França: Elsevier B. V., Vol. 143, pp. 141-156, 2007.

VISINTIN, R. F. G.; D'ANTONA, P.; LOCKHART, T. P. **Structure of waxy crude oil emulsion gels**. J. NON-NEWTONIAN FLUID MECH, VOL149, PP 34-39, 2008.

VISINTIN, R. F. G.; LAPASIN, R.; VIGNATI, E.; D'ANTONA, P.; LOCKHART, T. P. **Rheological Behavior and Structural Interpretation of Waxy Crude Oil Gels**. LANGMUIR, VOL 21, PP 6240-6249, 2005.

ZÍLLIO, E. & PINTO, U. **Identificação e distribuição dos principais grupos de compostos presentes nos petróleos brasileiros**. Bol. Téc. PETROBRAS, Rio de Janeiro, 45 (1): 21-25, jan./mar, 2002.

PETROBRAS, RIO DE JANEIRO, 45 (1): 21-25, JAN./MAR, 2002.

WACHS, A.; VINAY, G.; FRIGAARD, I. **A 1.5D Numerical Model for the Start up of Weakly Compressible Flow of a Viscoplastic and Thixotropic Fluid in Pipelines**. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. Cedex, França: Elsevier B. V., Vol. 159, pp. 81-94, 2007.

APÊNDICE A – LAUDO ANÁLISE ÓLEO



Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento

CERTIFICADO DE ANÁLISE - DPTM 39618_01/2013 Departamento de Tecnologia em Materiais

Protocolo: 18692/2013

Data Emissão: 04/07/2013

SOLICITANTE: FUNTEF- FUND. DE APOIO À ED, PESQ. E DES. CIENT DA UFPR

ENDEREÇO:

AMOSTRA: ÓLEO MINERAL ISLANTE

DATA ENTRADA: 03/06/2013

DATA COLETA (se aplicável):

DATA TÉRMINO: 04/07/2013

AMOSTRADOR: SOLICITANTE LACTEC (vide Metodologia) OUTRO:

EQUIPE TÉCNICA:

- Cibele Prates
Química Industrial
CRQ IX - 09200828
- Claudio Adriano Deger
Químico
CRQ IX - 09201008
- Guilherme B. Stocco
Engenheiro Químico
CRQ IX - 09901399
- José Blaskiewicz
Técnico Químico
CRQ IX - 09401541
- Joseane Valente Guimine
Química
CRQ IX - 09101136
- Martinho José Vichinheski
Técnico Químico
CRQ IX - 09400627
- GERENTE DA DIVISÃO DE QUÍMICA:**
- Rodrigo Soares Ferreira
Químico
CRQ IX - 09201120

IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA:

FUNTEFPR - ÓLEO MINERAL

RESULTADO

Ensaio(s)	Resultado(s)
Densidade à 20°C.....	0,8741 g/cm ³
Viscosidade 20° C.....	35,61 cSt
Viscosidade 40° C.....	14,89 cSt
Viscosidade 60° C.....	10,61 cSt
Comp. Carbônica - Compostos Aromáticos...	28 %
Comp. Carbônica - Compostos Naftênicos....	00 %
Comp. Carbônica - Compostos Parafínicos...	72 %
Ponto de Fluidez.....	11 °C

OBSERVAÇÃO(ÕES):

METODOLOGIA(S):

ABNT NBR 14065, ABNT NBR 10441, ASTM D2140, ABNT NBR 11349.

"Os resultados deste Documento são válidos apenas para as amostras ensaiadas no LACTEC. Reproduções deste Documento só têm validade se forem integrais. Este Documento é emitido em uma via original, respondendo o LACTEC apenas pela veracidade desta via".

Centro Politécnico da UFPR – Caixa Postal 19067 – CEP 81531 – 990 – Curitiba – PR
Fone: +55 41 3361 6187 Fax: +55 41 3361 6137 E-mail: dptm_comercial@lactec.org.br



Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento

CERTIFICADO DE ANÁLISE - DPTM 39618_01/2013
 Departamento de Tecnologia em Materiais

Protocolo: 18692/2013

Data Emissão: 04/07/2013

EQUIPE TÉCNICA:

- Cibele Prates
Química Industrial
CRQ IX - 09200828
- Claudio Adriano Deger
Químico
CRQ IX - 09201008
- Guilherme B. Stocco
Engenheiro Químico
CRQ IX - 09901399
- José Blaskievicz
Técnico Químico
CRQ IX - 09401641
- Joseane Valente Gummine
Química
CRQ IX - 09101136
- Martinho José Vichinhesi
Técnico Químico
CRQ IX - 09400627

GERENTE DA DIVISÃO DE QUÍMICA:

- Rodrigo Soares Ferreira
Químico
CRQ IX - 09201120

IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA:

FUNTEFPR - ÓLEO MINERAL

RESULTADO

Ensaio(s)	Resultado(s)
Identificação de Compostos Orgânicos.....	Óleo Mineral

OBSERVAÇÃO(ÕES):

* Composição preponderante.

METODOLOGIA(S):

Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier - FTIR.

"Os resultados deste Documento são válidos apenas para as amostras ensaiadas no LACTEC. Reproduções deste Documento só têm validade se forem integrais. Este Documento é emitido em uma via original, respondendo o LACTEC apenas pela veracidade desta via".

Centro Politécnico da UFPR – Caixa Postal 19067 – CEP 81531 – 990 – Curitiba – PR
 Fone: +55 41 3361 6187 Fax: +55 41 3361 6137 E-mail: dptm_comercial@lactec.org.br

APÊNDICE B – Cálculo da incerteza de medição

Tabela 4.1 Investigação do efeito da temperatura inicial do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento

Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão				
DADOS	25°C	30°C	45°C	60°C
<i>Com cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,07	0,14	0,03	0,06
Média Aritmética da Amostra	4,66	4,58	1,80	1,51
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Tabela 4.2 Investigação do efeito da temperatura inicial do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste com cisalhamento

Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão				
DADOS	25°C	30°C	45°C	60°C
<i>Sem cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,37	0,25	0,10	0,04
Média Aritmética da Amostra	9,17	12,85	7,99	2,33
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Tabela 4.3 Investigação do efeito da temperatura final do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento

Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão			
DADOS	0°C	4°C	10°C
<i>Com cisalhamento</i>			
Desvio Padrão da Amostra	1,1853	0,2526	0,1704
Média Aritmética da Amostra	25,73	12,85	6,96
Tamanho da Amostra	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%

Tabela 4.4 Investigação do efeito do tempo de repouso do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento

Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão				
DADOS	0 min	10 min	60 min	120 min
<i>Sem cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,32	0,27	0,25	0,21
Média Aritmética da Amostra	9,12	11,68	12,85	10,98
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Tabela 4.5 Investigação do efeito do tempo de repouso do óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste com cisalhamento**Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão**

DADOS	0 min	10 min	60 min	120 min
<i>Com cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,18	0,11	0,14	0,10
Média Aritmética da Amostra	4,21	4,31	4,58	4,74
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Tabela 4.6 Investigação do efeito da vazão de óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste sem cisalhamento**Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão**

DADOS	1s ⁻¹	5s ⁻¹	10s ⁻¹	20s ⁻¹
<i>Sem cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,17	0,14	0,25	0,39
Média Aritmética da Amostra	3,98	7,08	12,85	14,92
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Tabela 4.7 Investigação do efeito da vazão de óleo na pressão durante o reinício do escoamento. Teste com cisalhamento**Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão**

DADOS	1s ⁻¹	5s ⁻¹	10s ⁻¹	20s ⁻¹
<i>Com cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,00	0,11	0,14	0,33
Média Aritmética da Amostra	2,15	3,80	4,58	7,87
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Tabela 4.8 Investigação do efeito do cisalhamento durante o resfriamento do óleo na pressão durante o reinício do escoamento.**Estimativa para a Média Aritmética do Pico de Pressão**

DADOS	1s ⁻¹	5s ⁻¹	10s ⁻¹	20s ⁻¹
<i>Com cisalhamento</i>				
Desvio Padrão da Amostra	0,25	0,41	0,14	0,02
Média Aritmética da Amostra	12,85	8,33	4,58	2,76
Tamanho da Amostra	3	3	3	3
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

A incerteza de medição (u) é calculada através da multiplicação da somatória de todos os desvios padrões pelo coeficiente de Student. A incerteza de medição calculada é de 1,40%.